

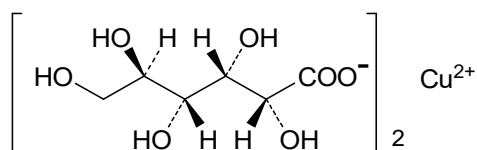
強化剂等

銅塩類

Copper Salts

グルコン酸銅

Copper Gluconate



$\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{CuO}_{14}$: 453.84

硫酸銅

Cupric Sulfate

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$

(CuSO_4 : 159.61)

銅クロロフィリンナトリウム¹⁾

Sodium Copper Chlorophyllin

銅クロロフィル¹⁾

Copper Chlorophyll

1. 分析法の概要

食品中の銅塩類は、原子吸光光度法により、銅として定量する。必要があれば分子量比を乗じて銅塩類それぞれの量として求める。食品中には天然の銅が分布している。したがって、定量値は食品由来の銅と添加されたものとの合計値である¹⁾。(2023年改正)

2. 分析法 (原子吸光光度法)

(1) 検体の採取と試料の調製

一般試料採取法を準用する。

(2) 試験溶液の調製

試料が標準調乳濃度調乳液²⁾又はぶどう酒の場合は10mLを正確に量り、これら以外の試料の場合は約2gを精密に量り、灰化容器³⁾に入れ、ホットプレート上で加熱乾燥し⁴⁾、更に加熱を続けて炭化する。次に電気炉に入れ、温度を上げて500℃とし、淡色の灰が得られ灰化するまで加熱を続ける⁵⁾。冷後、残留物に塩酸(5→9)5mLを加え、蒸発乾固するまでホットプレート上で加熱する。残留物に塩酸(5→9)5mLを加えて加温して溶かし⁶⁾、この液を分液漏斗⁷⁾に移し、灰化容器の内壁を少量の水で洗って合わせ、50w/v%クエン酸二アンモニウム溶液10mLを加えた後、BTB試液2滴を加え、液の色が黄色から青色に変化するまでアンモニア水を滴加する。次に、水を加えて100mLとし、APDC・硫酸アンモニウム試液5mLを加えて5分間放置し、酢酸ブチルを正確に10mL加えて5分間振とう抽

出する。静置後、酢酸ブチル層を分取し、試験溶液とする⁸⁾。

別に、試料を用いずに同様に操作して、空試験溶液とする。

(3) 検量線用標準溶液の調製⁹⁾

銅標準原液 1 mL を正確に量り、10 mL のメスフラスコに入れ、硝酸試液 (0.1 mol/L) を加えて正確に 10 mL とする。この液 1 mL を正確に量り、100 mL のメスフラスコに入れ、硝酸試液 (0.1 mol/L) を加えて正確に 100 mL とし、標準溶液とする (濃度 1 µg/mL)。標準溶液 2、4、6、8 及び 10 mL をそれぞれ正確に量り、分液漏斗⁷⁾に入れ、それぞれ塩酸 (5→9) 5 mL を加えた後、以下、50 w/v % クエン酸二アンモニウム溶液 10 mL を加えるところから (2) 試験溶液の調製と同様に操作し、検量線用標準溶液とする (濃度 0.2~1.0 µg/mL)。

(4) 測定法

① 測定条件

原子吸光光度計を用い、次の条件で測定する。

光源ランプ：銅中空陰極ランプ

分析線波長：324.8 nm

可燃性ガス：アセチレン

支燃性ガス：空気

② 検量線

検量線用標準溶液それぞれにつき、吸光度を測定し、検量線を作成する。

③ 定量¹⁰⁾

試験溶液及び空試験溶液につき、吸光度を測定し、両者の値の差を求め、その値と検量線から試験溶液中の銅濃度 (µg/mL) を求め、次式によって試料中の銅含量 (g/L) 又は (g/kg) を計算する。

標準調乳濃度調乳液²⁾又はぶどう酒の場合

$$\text{銅含量 (g/L)} = \frac{C \times D \times 10}{W \times 1000}$$

C：試験溶液中の銅濃度 (µg/mL)

D：希釈率⁸⁾

W：試料の採取量 (mL)

グルコン酸銅含量 (g/L) = 銅含量 (g/L) × 7.142

硫酸銅 (無水物) 含量 (g/L) = 銅含量 (g/L) × 2.512

上記以外の食品の場合

$$\text{銅含量 (g/kg)} = \frac{C \times D \times 10}{W \times 1000}$$

C : 試験溶液中の銅濃度 (μg/mL)

D : 希釈率⁸⁾

W : 試料の採取量 (g)

グルコン酸銅含量 (g/kg) = 銅含量 (g/kg) × 7.142

硫酸銅 (無水物) 含量 (g/kg) = 銅含量 (g/kg) × 2.512

- ④ 定量限界 標準調乳濃度調乳液²⁾及びぶどう酒 銅として 0.0002 g/L
上記以外の食品 銅として 0.001 g/kg

試薬・試液等

1. 銅標準原液¹¹⁾ : 市販の原子吸光度分析に適した標準液 (Cu : 1000μg/mL) を用いる。
2. 塩酸 : [金属分析用]
3. APDC : ピロリジンジチオカルバミド酸アンモニウム [特級]
4. 硫酸アンモニウム : [特級]
5. 酢酸ブチル : [特級]
6. APDC・硫酸アンモニウム試液 : APDC 3 g、硫酸アンモニウム 10 g を分液漏斗⁷⁾ に量り、水 100mL と酢酸ブチル 20mL を加え、5分間振とうし、静置後、水層を使用する。
7. クエン酸二アンモニウム : [特級]
8. アンモニア水 : 濃度 25% 又は 28% [特級又は金属分析用]
9. 50w/v%クエン酸二アンモニウム溶液 : クエン酸二アンモニウム 1000 g を 3000mL 容の樹脂製ビーカーにとり、アンモニア水 250mL と適量の水で溶解したのち、水で 2000mL とする。1000mL 容分液漏斗 2つに半量ずつ移し、それぞれに APDC・硫酸アンモニウム試液 30mL と酢酸ブチル 20mL を加え 5分間振とうする。静置後、水層をろ過して使用する。
10. BTB : ブロムチモールブルー [特級]
11. エタノール (99.5) : [特級]
12. 50vol%エタノール¹²⁾ : エタノール (99.5) 50mL に水を加えて 100mL とする。
13. BTB試液 : BTB 0.1 g に 50vol%エタノール 100mL を加えて溶かす。
14. 硝酸 : [微量金属測定用]
15. 硝酸試液 (0.1mol/L) : 濃度 69~70%の硝酸の場合には 6.4mL、濃度 65~66%の硝酸の場合には 6.9 mL、濃度 60~61%の硝酸の場合には 7.6mL を量り、水を加えて 1000mL とする。

[注]

- 1) 本法は、強化剤等として使用された銅（グルコン酸銅及び硫酸銅）を測定対象としているが、着色料の銅クロロフィリンナトリウム及び銅クロフィルも本法により銅として測定される。
- 2) 母乳代替食品を標準調乳濃度に調乳して得た液を用いる。
- 3) 100mLのホウケイ酸ガラスビーカー又は磁製のるつぼが適当である。低濃度での測定を行う場合は、試験に用いるガラス器具はすべて使用前に硝酸（1→3）で十分洗うか、又は硝酸（1→3）に一晩つけておくとよい。ただし、ガラス器具の硝酸洗浄は、空試験の結果に影響がないことが確認できれば省略してもよい。
- 4) 乾固直前に内容物が飛び散り易いので、乾固までは高温になり過ぎないように徐々に温度を上げていくとよい（加熱乾燥例：145℃ホットプレート上で水分を蒸発させてから、徐々に500℃まで上げて炭化）。
- 5) 灰化時間は大抵の場合一晩で十分である。ぶどう酒は淡色の灰、標準調乳濃度調乳液²⁾は検体由来の残渣が残る場合がある。
- 6) 塩酸（5→9）を加え、樹脂製薬さじや超音波洗浄機を用いてよくなじませてから、時計皿で蓋をして加温をするとよい（加温例：145℃ホットプレート上で30分間）。
- 7) 200mLのスキープ形分液漏斗などが適当である。
- 8) 試験溶液の希釈が必要な場合は、酢酸ブチルを用いて希釈した液を測定に用い、希釈率を乗じて銅含量の算出を行う。
- 9) 検量線用標準溶液の濃度及び数は、必要があれば、直線性が確保できる範囲で、適宜、変更してもよい。3濃度以上の検量線標準溶液を調製する。また、検量線用標準溶液の調製に用いた溶媒を分析し、溶媒由来の夾雑物のないことを確認する。
- 10) ぶどう酒に、硫酸銅を銅として0.0002 g/L及び0.002 g/L相当添加した時の回収率は、それぞれ95.0%～98.4%及び98.5%～100.2%（相対標準偏差3.3%～5.5%及び0.6%～0.8%）（n=5の平均）であった。また、標準調乳濃度調乳液²⁾に、硫酸銅又はグルコン酸銅を銅として0.0002 g/L及び0.0006 g/L相当添加した時の回収率は、それぞれ95.0%～102.5%及び95.1%～101.6%（相対標準偏差1.1%～3.5%及び0.4%～1.3%）（n=5の平均）であった。
- 11) 硫酸銅（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）3.929 gを量り、硝酸試液（1 mol/L）を加えて溶かして正確に1000mLとしたもの（濃度1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）を用いてもよい。
- 12) エタノール（99.5）の代わりにエタノール（95）50mLをとり、水45mLを加えて混合したものをを用いてもよい。