

亜塩素酸ナトリウム
Sodium Chlorite
NaClO₂ : 90.44

1. 試験法の概要

食品に付着している亜塩素酸ナトリウムは、水により浸出し、亜塩素酸ナトリウムとして紫外外部吸収検出器を用いたイオンクロマトグラフィー（試験法 A）により測定する。食品中の亜塩素酸ナトリウムは、9 mmol/l 炭酸ナトリウム溶液で抽出し、除タンパク、脱塩後に、亜塩素酸ナトリウムとして電気伝導度検出器を用いたイオンクロマトグラフィー（試験法 B）により測定する。

2. 試験法

試験法A（紫外外部吸収検出器を用いたイオンクロマトグラフィー）^{1),2)}

(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) 試料液の調製

試料 25.0gを正確に量り、水 75mlを加え、軽く振り混ぜながら 10 分間放置する。次に浸出液をろ紙でろ過する。ろ液を 5ml分取してクリーンアップ用カートリッジカラム³⁾に通し、その液を試料液とする。

(3) 検量線用標準液の調製

亜塩素酸ナトリウム⁴⁾約 1.25 gを精密に量り、水を加えて溶かし正確に 100 mlとする。この液 1 mlを正確に量り、水を加えて正確に 100 mlとしたものを標準液とする。（この液 1 mlは亜塩素酸ナトリウム約 100 μgを含む）。標準液 0, 1, 5, 10, 25 及び 50 mlをそれぞれ正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 100 mlとし、検量線用標準液とする（これらの液 1 mlはそれぞれ亜塩素酸ナトリウム約 0, 1, 5, 10, 25 及び 50 μgを含む）。

(4) 測定法

① 測定条件

紫外外部吸収検出器付イオンクロマトグラフを用い、次の条件によって測定する。

カラム充てん剤⁵⁾：ポリアクリレート系強酸性陰イオン交換樹脂

カラム管：耐アクリル性ポリアクリレート製，内径 4.6～6.0mm，長さ 150～250 mm

カラム温度：40℃

溶離液：1 mmol/l ホウ酸塩緩衝液

流速：1.0 ml/分

測定波長：260nm²⁾

② 検量線

検量線用標準液それぞれ 10 µl ずつを正確に量り，イオンクロマトグラフに注入し，得られたピーク面積から亜塩素酸ナトリウムの検量線を作成する。

③ 定量

試料液 10 µl を正確に量り，イオンクロマトグラムに注入し，得られたピーク面積と検量線によって試料液中の亜塩素酸ナトリウム濃度(µg/ml)を求め，次式によって検体中の亜塩素酸ナトリウム含量 C(µg/g)を算出する⁶⁾。

$$\text{検体中の亜塩素酸ナトリウム含量(mg/kg)} = \frac{A \times 75}{W} \times F$$

A: 試料液中の亜塩素酸ナトリウム濃度(µg/ml)

F: 注4) によって標定したファクター

W: 試料の採取量(g)

試験法B（電気伝導度検出器を用いたイオンクロマトグラフィー）⁷⁾

(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) 試料液の調製

試料を細切し，約 5.0 g を精密に量り，9 mmol/l 炭酸ナトリウム溶液 45 ml を加え，5 分間マグネチックスターラーで攪拌後，15,000 rpm，5 °C で 15 分間遠心分離する。上清を 0.2 µm のフィルターに通す。ろ液を限外ろ過し，ろ液 5 ml に 9 mmol/l 炭酸ナトリウム溶液を加え，正確に 50 ml⁸⁾ とする。この液 10 ml を銀カラム⁹⁾ に負荷し，初めの 3 ml を捨て，全量を採取する。流出液を 15,000 rpm，5 °C で 15 分間遠心分離し，上清を陽イオン交換カートリッジ¹⁰⁾ に負荷し，流出液をイオンクロマトグラフィー用試料液とする。

(3) 検量線用標準液の調製

亜塩素酸ナトリウム⁴⁾ 約 125 mg を精密に量り，9 mmol/l 炭酸ナトリウム溶液を加え，100 ml とする。この液 1 ml を正確に量り，9 mmol/l 炭酸ナトリウム溶液を加え 100 ml とし，標

準液とする。(この液 1 mlは亜塩素酸ナトリウム約 10 µgを含む)。標準液 0.5, 1, 2, 5 及び 10 mlをそれぞれ正確に量り, 9 mmol/l炭酸ナトリウム溶液を加え 100 mlとし, 検量線用標準液とする。(これらの液 1 mlはそれぞれ亜塩素酸ナトリウム約50, 100, 200, 500 及び 1,000 ngを含む)。

(4) 測定法

① 測定条件

電気伝導度検出器付イオンクロマトグラフを用い, 次の条件によって測定する。

カラム充てん剤¹¹⁾:エチレンビニルベンゼン-ジビニルベンゼンポリマー系陰イオン交換樹脂

カラム管: 内径 4.6 mm, 長さ 250 mm

カラム温度: 30℃

溶離液: 9 mmol/l 炭酸ナトリウム溶液

流速: 1.0 ml/分

② 検量線

検量線用標準液それぞれ 50 µl ずつを正確に量り, イオンクロマトグラフに注入し, 得られたピーク面積から検量線を作成する。

③ 定量

試料液 50 µlを正確に量り, イオンクロマトグラムに注入し, 得られたピーク面積と検量線によって試料液中の亜塩素酸ナトリウム濃度(µg/ml)を求め, 次式によって検体中の亜塩素酸含量(mg/kg)を算出する¹²⁾。

$$\text{検体中の亜塩素酸ナトリウム含量(mg/kg)} = \frac{C \times 500}{W} \times F$$

C: 試料液中の亜塩素酸ナトリウム濃度(µg/ml)

F: 注4) によって標定したファクター

W: 試料の採取量(g)

試薬・試液等

1. 1 mmol/l ホウ酸塩緩衝液: 0.01mol/l ホウ酸塩緩衝液 (pH 標準液, pH9.18 を水で 10 倍に希釈したもの)。
2. 水: 超純水 (逆浸透膜処理装置による精製, イオン交換樹脂による脱塩及びメンブランフィルターによるろ過等により, 比抵抗値 17MΩ・cm 以上まで精製した水)。
3. クリーンアップ用カートリッジカラム³⁾: メタノール 5ml, 続いて水 10mlでコンディショニングしたもの。
4. 1 mol/l 炭酸ナトリウム溶液: イオンクロマトグラフィー用。
5. 9 mmol/l 炭酸ナトリウム溶液: 1 mol/l イオンクロマトグラフィー用炭酸ナトリウム溶液 9 ml に水を加え 1 L とする。
6. ディスポーザブルフィルター: 孔径 0.2 µm, 水系。

7. 銀カラム：スチレン系銀型の陽イオン交換樹脂。
8. 陽イオン交換カートリッジ：スルフォニルプロピル基系陽イオン交換樹脂。
9. 限外ろ過カートリッジ：分画分子量 10,000 のもの。

[注]

- 1) 生食用野菜類，卵殻等を対象とする。
- 2) 電気伝導度検出器でも測定可能であるが，UV検出器を用いるとCl⁻ピークが出現しないため良好なクロマトグラムが得られる。
- 3) クリーンアップ用カートリッジカラムとしては，Sep-Pak Plus C₁₈などがある。
- 4) 亜塩素酸ナトリウム（試薬）の含量は，通常，80%以上である。亜塩素酸ナトリウムの標定は「食品、添加物等の規格基準（昭和 34 年厚生省告示第 370 号）」の第 2 添加物 D 成分規格・保存基準各条「亜塩素酸ナトリウム」の号の「定量法」を準用する。
(あるいは，本品約 1 g を精密に量り，水に溶かし，正確に 250ml とする。この液 20 ml を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，3%硫酸 12 ml，水 20 ml 及びヨウ化カリウム 4 g を加え，直ちに密栓して暗所に 15 分間放置し，遊離したヨウ素を 0.1 mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する（指示薬：デンプン溶液）。別に空試験を行い補正する。
0.1 mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ml=2.261 mg 亜塩素酸ナトリウム)
- 5) カラムとしては，TSKgel IC-Anion-PWXLPEEK(東ソー（株）製)，又は同等のものを用いる。
- 6) 本法の添加回収率は 90～100%，CV値 5%である。また，検出限界は 1mg/kgである。
- 7) しょう油漬け，味付けカズノコ（ただし、いわゆる塩カズノコは含まない。）等を対象とする。
- 8) ろ液 2.5 ml を正確に 25 ml にしてもよい。
- 9) Dionex 社製 OnGuard II Ag Cartridge 1 cc が使用できる。
- 10) Varian 社製，陽イオン交換カートリッジ Bond Elut PRS 100 mg が使用できる。
- 11) 市販の充填カラムとして Dionex 社製，IonPac AS 9-HC 4 mm x 250 mm ,及びガードカラム AG 9-HC 4mm×50mm が使用できる。
- 12) 本法における検出限界は 5 mg/kgである。

参考情報

亜塩素酸ナトリウム（試験法 B）の確認試験法

1. 試験法の概要：カズノコ調味加工品中の亜塩素酸ナトリウムは 9 mmol/l炭酸ナトリウム溶液で抽出し，限外ろ過による除タンパク後の試験液を用い，N,N-ジエチル-*p*-フェニレンジアミン(DPD)との発色反応により行う¹⁾.
2. 試験法
 - (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) 試料液の調製
亜塩素酸ナトリウムの試験法Bを準用する. 限外ろ過のろ液 1 mlに 10 w/v%グリシン溶液 0.1 mlを加え，よく混和する. DPD錠²⁾を 1 錠及び硫酸(1+99) 0.1 ml加え，5 秒間激しく攪拌する.
 - (3) 測定法
反応液を 10 分間放置後，色調表により比色する. 5 μ g/kg以上の亜塩素酸ナトリウムがあれば，塩素 (Cl) として 0.2 mg/l以上の呈色が見られる³⁾.

試薬，試液等

1. DPD 錠：残留塩素測定用（1 錠中に DPD 0.002g 及び硫酸ナトリウム 0.048g を含む）
2. グリシン：[特級]
3. 硫酸：[特級]

[注]

1. 本法は亜塩素酸ナトリウムの確認試験法であり，定量分析は目的としない.
2. 残留塩素測定用のキットが市販されており，和光純薬工業(株)の残留塩素測定用活性塩素-DPD テストワコーが使用できる.
3. 添付の色調表により判別ができる.