

第2版

食品中の食品添加物分析法

2000

厚生省生活衛生局食品化学課

16 亜塩素酸ナトリウム

Sodium Chlorite

NaClO_2 : 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イオンクロマトグラフィーにより測定する。

2. 試験法 (イオンクロマトグラフィー)¹⁾

(1) 検体の採取と試料の調製

一般試料採取法を用いる。

(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²⁾に通し、その液を試料液とする。

(3) 検量線用標準液の調製

80%亜塩素酸ナトリウム水溶液約 1.25g を精密に量り³⁾、水を加えて溶かし正確に 100ml とする。この液 1ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml としたものを標準液とする (この液 1ml は亜塩素酸ナトリウム約 100 μg を含む)。標準液 0, 1, 5, 10, 25ml 及び 50ml を正確に採り、それぞれ水を加えて正確に 100ml とし、検量線用標準液とする (これらの液 1ml はそれぞれ亜塩素酸ナトリウム約 0, 1, 5, 10, 25 μg 及び 50 μg を含む)。

(4) 測定法

① 測定条件

紫外線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。

充てん剤⁴⁾ : ポリアクリレート系強酸性陰イオン交換樹脂

カラム管 : 耐アルカリ性ポリアクリレート製、内径 4.6~6.0mm、長さ 150~250mm

カラム温度：40℃

溶離液：1mmol/l ホウ酸塩緩衝液

流速：1.0ml/分

測定波長：260nm¹⁾

② 検量線

検量線用標準液それぞれ正確に 10 μ l ずつを採り、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 μ l 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と検量線によって試料液中の亜塩素酸ナトリウム濃度 (μ g/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 (μ g/g) を計算する³⁾。

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

A：試料液中の亜塩素酸ナトリウムの濃度 (μ g/ml)

F：注3)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

1. 3%硫酸：濃硫酸 3ml を水 95ml に加えたもの。
2. 1mmol/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。
3. 超純水：比抵抗値 17M Ω ·cm 以上のもの。
4. クリーンアップ用カートリッジカラム²⁾：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。

[注]

- 1) 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。
- 2) 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。
- 3) 亜塩素酸ナトリウムの標定は標定用標準溶液 1ml を正確に量り、ヨウ素瓶に入れ、3%硫酸 12ml, 水 40ml 及びヨウ化カリウム 4g 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 0.1mol/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。

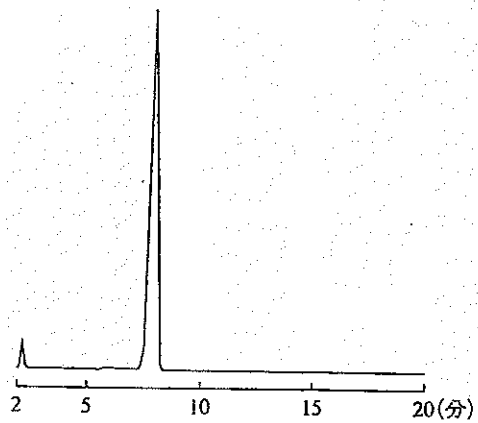
0.1mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液 1ml = 2.261mg 亜塩素酸ナトリウム

- 4) 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。
- 5) 本法の添加回収率は 90~100%, CV 値 5% である。また、確認限度は試料濃度として 1mg/

70 第4章 漂白剤

kgである。

- 6) 亜塩素酸のイオンクロマトグラムの一例を示す。



注図 4-1 亜塩素酸のイオンクロマトグラム