

漂白剤

亜塩素酸ナトリウム

Sodium Chlorite

NaClO₂ : 90.44

1. 分析法の概要

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可視吸光光度検出器を用いたイオンクロマトグラフィー（分析法 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（分析法 B）により測定する。（2005 年改正、2019 年改正、2021 年改正）

2. 分析法

分析法 A（紫外可視吸光光度検出器付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²⁾

一般試料採取法を準用する。

(2) 試験溶液の調製

試料約 25 g を精密に量り、水 75 mL 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 5 mL 分取して逆相固相抽出カラムに通し、その液を試験溶液とする。

(3) 検量線用標準溶液の調製³⁾

亜塩素酸ナトリウム（試薬）0.625 g⁴⁾ を量り、水を加えて溶かして正確に 100 mL とする。この液 2 mL を正確に量り、水を加えて正確に 200 mL としたものを標準溶液とする（濃度 50 μg/mL）。標準溶液 0.5、2、10、20、50 及び 100 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、検量線用標準溶液とする（濃度 0.25～50 μg/mL）。

(4) 測定法

① 測定条件⁵⁾

紫外可視吸光光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。

カラム充填剤：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 4.6～6.0 mm、長さ 75～250 mm

カラム温度：40°C

溶離液：1 mmol/L ホウ酸塩緩衝液

流速：1.0mL／分

測定波長：260nm

注入量：10μL

② 検量線⁶⁾

検量線用標準溶液を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⁷⁾

試験溶液を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験溶液中の亜塩素酸ナトリウム濃度 (μg/mL) を求め、次式によって試料中の亜塩素酸ナトリウム含量 (g/kg) を算出する。

$$\text{亜塩素酸ナトリウム含量 (g/kg)} = \frac{A \times 75}{W \times 1000}$$

A：試験溶液中の亜塩素酸ナトリウム濃度 (μg/mL)
W：試料の採取量 (g)

分析法B（電気伝導度検出器付イオンクロマトグラフィー）⁸⁾

(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

試料を細切し、約5gを精密に量り、9mmol/L炭酸ナトリウム溶液45mLを加え、5分間マグネチックスターラーでかくはん後、遠心（5℃、15分間、15000回転/分）する。上清をメンブランフィルター（0.2μm、水系）に通す。ろ液を分画分子量10000の遠心式ろ過ユニットを用いて限外ろ過し、ろ液5mLに9mmol/L炭酸ナトリウム溶液を加え、正確に50mL⁹⁾とする。この液10mLを陽イオン交換銀型固相抽出カラムに負荷し、初めの3mLを捨て、全量を採取する。流出液を遠心（5℃、15分間、15000回転/分）し、上清を強陽イオン交換固相抽出カラムに負荷し、流出液を試験溶液とする。

(3) 検量線用標準溶液の調製³⁾

亜塩素酸ナトリウム（試薬）0.125g⁴⁾を量り、9mmol/L炭酸ナトリウム溶液を加え、100mLとする。この液1mLを正確に量り、9mmol/L炭酸ナトリウム溶液を加え100mLとし、標準溶液とする（濃度10μg/mL）。標準溶液0.5、1、2、5及び10mLをそれぞれ正確に量り、9mmol/L炭酸ナトリウム溶液を加え100mLとし、検量線用標準溶液とする（濃度0.05～1μg/mL）。

(4) 測定法

① 測定条件⁵⁾

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。

カラム充填剤：エチレンビニルベンゼン—ジビニルベンゼンポリマー系イオン交換樹脂

カラム管：内径4mm、長さ250mm

カラム温度：30℃

溶離液：9mmol/L炭酸ナトリウム溶液

流速：1.0mL/分

② 検量線⁶⁾

検量線用標準溶液それぞれ50μLずつを正確に量り、イオンクロマトグラフに注入し、得られたピーク高さ又はピーク面積から検量線を作成する。

③ 定量¹⁰⁾

試験溶液50μL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験溶液中の亜塩素酸ナトリウム濃度(μg/mL)を求め、次式によって試料中の亜塩素酸ナトリウム含量(g/kg)を算出する。

$$\text{亜塩素酸ナトリウム含量 (g/kg)} = \frac{C \times 450}{W \times 1000}$$

C：試験溶液中の亜塩素酸ナトリウム濃度(μg/mL)

W：試料の採取量(g)

試薬・試液等

1. 亜塩素酸ナトリウム(試薬)⁴⁾：含量80%以上。市販品を用いる。
2. 逆相抽出カラム：オクタデシルシリル化シリカゲル固相抽出カラム。あらかじめメタノール5mL、続いて水10mLでコンディショニングしておく。
3. 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)。
4. 0.01mol/Lホウ酸塩緩衝液：市販のホウ酸塩pH標準液(pH9.18)を用いる。
5. 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倍に希釈する。
6. 1mol/L炭酸ナトリウム溶液：[イオンクロマトグラフィー用]
7. 9mmol/L炭酸ナトリウム溶液：1mol/Lイオンクロマトグラフィー用炭酸ナトリウム溶液9mLに水を加え1Lとする。
8. 陽イオン交換銀型固相抽出カラム：交換容量 2.0~2.2 meq/カラム(1cc)

9. 強陽イオン交換固相抽出カラム：スルフォニルプロピル化シリカゲル固相抽出カラム (100mg)

[注]

- 1) 電気伝導度検出器でも測定可能であるが、紫外可視吸光光度検出器を用いると 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) 生食用野菜類、卵殻等を対象とする。
- 3) 検量線用標準溶液の数は、直線性が確認できれば、適宜調整してもよい。
- 4) 亜塩素酸ナトリウム (試薬) の含量は、通常、80%以上であるため、それを考慮した採取量である。亜塩素酸ナトリウム (試薬) の純度を次により求めて亜塩素酸ナトリウム (試薬) の採取量に乘じ、採取した試薬中の亜塩素酸ナトリウムの量とする。
亜塩素酸ナトリウム (試薬) 約 1 g を精密に量り、水に溶かし、正確に 250mL とする。
この液 20mL を正確に量り、ヨウ素フラスコに入れ、3%硫酸 12mL、水 20mL 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 0.1mol/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 1 mL=2.261mg 亜塩素酸ナトリウム
亜塩素酸ナトリウムの純度 = $(V \times 2.261 \times 250) / (W \times 20 \times 1000)$
V : 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の滴定量 (mL)
W : 亜塩素酸ナトリウム (試薬) の採取量 (g)
- 5) 測定条件は例示である。用いるカラムによって、流速及び注入量等を調整する。また、夾雑物との分離等のためにグラジエント分析を行ってもよい。
- 6) 必要に応じて、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。
- 7) 本法の添加回収率は 90~100%、相対標準偏差 5% である^{文献1)}。また、検出限界は 0.001 g/kg である。
- 8) しょう油漬け、味付けカズノコ等を対象とする。
- 9) ろ液 2.5mL を正確に 25mL にしてもよい。
- 10) 本法における検出限界は 0.005 g/kg である。

[文献]

- 1) 鈴木仁ら：食衛誌、38、22 (1997)

参考

亜塩素酸ナトリウム（分析法B）確認分析法

1. 分析法の概要

カズノコ調味加工品中の亜塩素酸ナトリウムは、9mmol/L炭酸ナトリウム溶液で抽出後、限外ろ過による除タンパクして得られたろ液を用い、*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⁾。(2005年設定、2019年改正、2021年改正)

2. 分析法

(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

亜塩素酸ナトリウムの分析法Bを準用し、限外ろ過のろ液を試験溶液とする。

(3) 測定法

試験溶液1mLに10w/v%グリシン溶液0.1mLを加え、よく混和する。DPD錠²⁾1錠及び硫酸試液0.1mLを加え、5秒間激しくかくはんし、この液を10分間放置後、色調表により比色する。5mg/kg以上の亜塩素酸ナトリウムがあれば、塩素(Cl)として0.2mg/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DPD0.002g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]
4. 硫酸試液：水99mLに硫酸1mLを加えて混和する。

[注]

- 1) 本法は亜塩素酸ナトリウムの確認分析法であり、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いる。
- 3) 添付の色調表により判別ができる。