

40 鉄クロロフィリンナトリウム

Sodium Iron Chlorophyllin

1. 試験法の概要

食品中の鉄クロロフィリンナトリウムは、原子吸光法により求めた鉄の濃度に分子量比を乗じて鉄クロロフィリンナトリウムとして定量する。

2. 試験法（原子吸光法）

（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

鉄として $40\mu\text{g}$ に対応する、通常、 20g 以下の試料の量を精密に量り、ブレンダー容器に入れ、水 80ml 、 1mol/l 塩酸 10ml ¹⁾ 及び酢酸エチル 40ml を加え、ホモジナイズする。この液を水を用いて遠心管に移し、遠心分離（ 10 分間、 $3,000$ 回転/分、以下同じ）する。酢酸エチル層はナス型フラスコに分取し、水層には酢酸エチル 40ml を加えてよくかき混ぜ遠心分離し、酢酸エチル層を分取し、先の酢酸エチル層と合わせる。水層に酢酸エチル 40ml を加えて同様の操作を繰り返す。全酢酸エチル層を水浴上で減圧濃縮し、残留物を酢酸エチルを用いて磁製るつぼに移す。水浴上で磁製るつぼの中の酢酸エチルを揮散させ、電気炉に移し、 $450\sim 500$ $^{\circ}\text{C}$ ²⁾ で加熱して灰化する。24 時間を過ぎても灰化が十分でないときは、硝酸（ $1\rightarrow 2$ ） 2ml を加えて水浴上で蒸発乾固し、次いで電気炉で再び灰化する。灰分は少量の水で潤し、塩酸（ $1\rightarrow 2$ ） 10ml を加えて水浴上で蒸発乾固した後、残留物に 3mol/l 塩酸 10ml を加えて加温して溶かす。冷後、クエン酸二アンモニウム溶液（ $1\rightarrow 4$ ） 10ml 及びブロムチモールブルー試液 2 滴を加えて、溶液の色が緑色になるまでアンモニア水を加え、中和する。この液を 300ml の分液漏斗に移し、水を加えて約 100ml とし、硫酸アンモニウム溶液（ $2\rightarrow 5$ ） 10ml 及びジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液（ $1\rightarrow 10$ ） 10ml を加えて振り混ぜる。数分間放置した後、メチルイソブチルケトン 20ml を正確に量って加え、激しく振り混ぜ、メチルイソブチルケトン層を分取し、試料液とする。

(3) 検量線用標準液の調製

硫酸第一鉄アンモニウム 7.022g を正確に量り、10%塩酸 10ml 及び水 500ml を加えて溶かし、水を加えて正確に 1,000ml とする。この液 1ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、標準液とする（この液 1ml は、鉄 $10\mu\text{g}$ を含む）。標準液 0, 2, 4ml 及び 6ml をそれぞれ正確に量り、クエン酸二アンモニウム溶液（1→4）10ml 及びプロムチモールブルー試液 2 滴をそれぞれ加えて溶液の色が緑色になるまでアンモニア水を加え、中和する。この液を 300ml の分液漏斗に移し、水を加えて約 100ml とし、硫酸アンモニウム溶液（2→5）10ml 及びジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム溶液（1→10）10ml を加えて振り混ぜる。数分間放置した後、メチルイソブチルケトン 20ml を正確に量って加え、激しく振り混ぜ、メチルイソブチルケトン層を分取し、検量線用標準液とする（これらの液 1ml はそれぞれ鉄 0, 1, $2\mu\text{g}$ 及び $3\mu\text{g}$ を含む）。

(4) 空試料液の調製

試料採取量と同量の水を用い、(2)試料液の調製と同様に操作し、空試料液とする。

(5) 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。

バーナー：10cm スリット型

燃料ガス：アセチレン-空気、アセチレン 3L/分、空気 13L/分

測定波長：248.3nm

② 検量線

検量線用標準液それぞれにつき原子吸光度を測定し、得られた値から検量線を作成する。

③ 定量

試料液及び空試料液につき原子吸光度を測定する。得られた両者の吸光度の差と検量線から試料液中の鉄濃度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$) を求め、次式によって検体中の鉄クロロフィリンナトリウム含量 (g/kg) を求める。

$$\text{鉄クロロフィリンナトリウム含量 (g/kg)} = \frac{C}{W \times 50} \times 12.19^3$$

C：試料液中の鉄濃度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)

W：試料の採取量 (g)

試薬・試液

1. クエン酸二アンモニウム：[特級]
2. ジエチルジチオカルバミン酸ナトリウム：[特級]
3. 硝酸：有害金属用，市販品を用いる。
4. ブロムチモールブルー：[特級]
5. ブロムチモールブルー試液：ブロムチモールブルー 0.1g にエタノール・水混液（1：1）100ml を加えて溶かし，必要があればろ過する。
6. メチルイソブチルケトン：[特級]
7. 硫酸アンモニウム：[特級]
8. 硫酸第一鉄アンモニウム：[特級]

[注]

- 1) 水層の酸性度が強すぎると，鉄クロロフィリンナトリウム分子中の鉄が離脱するおそれがあるので，弱酸性になるようにこの量を調整する方がよい。
- 2) 550℃以上になると他の元素と融合反応を起こすことがある。
- 3) 鉄クロロフィリン a ナトリウムと鉄クロロフィリン b ナトリウムの平均分子量 679.96 を鉄の原子量 55.8 で割った値である。