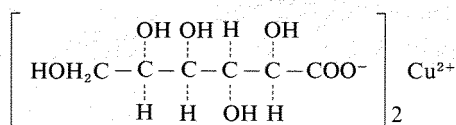


96 銅 塩 類

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

 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$: 249.69

銅クロロフィリンナトリウム*

Sodium Copper Chlorophyllin

銅クロロフィル*

Copper Chlorophyll

* : 化学構造が類似している他の用途の食品添加物も、本法の測定対象に含まれる。

1. 試験法の概要

食品中の銅塩類は、原子吸光法により、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。

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

試料約 4g を精密に量り、100ml の灰化容器¹⁾に入れ、赤外線ランプで加熱して炭化させた後、電気炉へ入れて 500℃ で淡色の灰が得られるまで灰化を続ける²⁾。灰化後、これに硝酸 (1 → 2) 5ml を加え、蒸発乾固するまで赤外線ランプで加熱する。残留物に硝酸 (1 → 5) 5ml を加えて溶かし、100ml のメスフラスコに移し、水を加えて正確に 100ml とする。この液 50ml を正確に量り、100ml のスキープ形分液漏斗に入れ、クエン酸二アンモニウム溶液 (1 → 20) 5ml 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 (1 → 3) を滴加する。次に、DDTC 溶液 (1 → 50) 5ml を加えて 5 分間放置し、MIBK を正確に 10ml 加えて 3 分間振とう抽出する。静置後、MIBK 層を分取し、試料液とする。別に、

試料を用いず同様に操作し、空試料液とする。

(3) 検量線用標準液の調製

硫酸銅 ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 3.929g を正確に量り、1mol/l 硝酸に溶かして正確に 1,000ml とし、保存溶液とする³⁾。用時、この液を 0.1mol/l 硝酸で正確に 1,000 倍に希釈し、標準液とする (この液 1ml は、銅 $1\mu\text{g}$ を含む)。標準液 0, 2, 4, 6, 8ml 及び 10ml をそれぞれ正確に量り、100ml のスキープ形分液漏斗に入れ、それぞれ硝酸 (1 → 5) 3ml を加えた後、更に水を加えて 50ml とし、以下、クエン酸二アンモニウム溶液 (1 → 20) 5ml を加えるところから(2)試料液の調製と同様に操作し、検量線用標準液とする (これらの液 1ml は、それぞれ銅 0, 0.2, 0.4, 0.6, $0.8\mu\text{g}$ 及び $1.0\mu\text{g}$ を含む)。

(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：銅中空陰極ランプ

測定波長：324.8nm

バーナー：10cm スリットバーナー

燃料ガス：アセチレン-空気フレイム

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、波高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。得られた波高の差を求め、その値と検量線から試料液中の銅濃度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$) を求め、次式によって検体中の銅含量 ($\mu\text{g}/100\text{g}$) を計算する。

$$\text{銅含量 } (\mu\text{g}/100\text{g}) = \frac{C \times 2,000}{W}$$

C：試料液中の銅濃度 ($\mu\text{g}/\text{ml}$)

W：試料の採取量 (g)

$$\text{グルコン酸銅含量 } (\mu\text{g}/100\text{g}) = \text{銅含量 } (\mu\text{g}/100\text{g}) \times 7.142$$

$$\text{硫酸銅含量 } (\mu\text{g}/100\text{g}) = \text{銅含量 } (\mu\text{g}/100\text{g}) \times 3.929$$

試薬・試液

1. 硝酸：[特級]

2. クエン酸二アンモニウム：[特級]

3. BTB：ブロムチモールブルー [特級]

4. エタノール：[特級]

5. BTB 試液：BTB 0.1g にエタノール 100ml を加えて溶かし，必要があればろ過する。

6. アンモニア水：[特級]

7. DDTC：ジエチルジチオカルバミン酸 [原子吸光分析用]

8. MIBK：メチルイソブチルケトン [原子吸光分析用]

[注]

- 1) ふた付き超硬質ガラスビーカーが適当である。
- 2) 灰化時間は，たいていの場合一夜（約 15 時間）で十分である。
- 3) この液 1ml は銅 1mg を含む。この液の代わりに，市販されている同濃度の原子吸光分析用標準液を用いても差し支えない。