

着色料

## 三二酸化鉄

Iron Sesquioxide

別名：三酸化二鉄，ベンガラ

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>：159.69

## 1. 分析法の概要

食品中の三二酸化鉄は、原子吸光光度法により鉄として定量する。必要があれば分子量比を乗じて、三二酸化鉄の量として求める。食品中には天然の鉄化合物が広く分布している。したがって、定量値は食品由来の鉄と添加されたものとの合計値である<sup>1)</sup>。(2021年設定)

## 2. 分析法(原子吸光光度法)

## (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

次のいずれかの方法<sup>2)</sup>により試験溶液を調製する。

① 湿式灰化法<sup>3)</sup>

試料約 10 g を精密に量り<sup>4)</sup>、250～500mL の分解フラスコ<sup>5)</sup>に入れ、液体食品以外には水約 30mL を加える。次に硝酸 30mL を加えて振り混ぜ、放置した後、穏やかに加熱し、激しい反応がおさまれば、冷後、硫酸 10mL を加え、再び穏やかに加熱する。加熱のはじめに発泡が激しい場合には、1-オクタノール 2～3 滴を加える。液が暗色になりはじめたら硝酸 2～3 mL ずつを追加し、加熱を続ける。無水硫酸の白煙が生じ、液が微黄～無色になったとき、加熱を止める。冷後、少量の水を用いて磁製蒸発皿に移し、これを熱板上で蒸発乾固する。残留物に塩酸(1→4) 10mL を加え、加温してかき混ぜ、水を用いて 100mL のメスフラスコに移し、水を加えて正確に 100mL とし、試験溶液とする<sup>6)</sup>。

② 乾式灰化法<sup>7)</sup>

試料約 10 g を精密に量り<sup>4)</sup>、石英又は磁製るつぼに入れ、熱板等のヒーター上で加熱乾燥し、更に加熱を続けて炭化する。次に電気炉に入れ、温度を上げて 500～550℃<sup>8)</sup>とし、灰化するまで加熱する。24 時間加熱しても灰化しない場合は、硝酸(1→2) 2～5 mL を加えて潤し、乾燥<sup>9)</sup>した後、灰化を続ける。灰化不十分<sup>10)</sup>のときは硝酸(1→2) 2～5 mL ずつを加え、同様の操作を完全に灰化するまで繰り返す。冷後、残留物に塩酸(1→4) 10mL を加え、加温してかき混ぜ、水を用いて 100mL のメスフラスコに移し、水を加えて正確に 100mL とし、試験溶液とする<sup>6)</sup>。

また、①及び②のいずれの方法も、試料を用いずに同様に操作して、空試験溶液とする。

### (3) 検量線用標準溶液の調製

鉄標準原液 1 mL を正確に量り、100mL のメスフラスコに入れ、塩酸（1→40）を加えて正確に 100mL とし、標準溶液とする（濃度 10 $\mu$ g/mL）。標準溶液 1、2、5、8 mL 及び 10mL をそれぞれ正確に量り、塩酸（1→40）を加えてそれぞれ正確に 10mL とし、検量線用標準溶液とする（濃度 1～10 $\mu$ g/mL）。

### (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。

光源ランプ：鉄中空陰極ランプ

分析線波長：248.3nm<sup>11)</sup>

バーナー：スリットバーナー

可燃性ガス：アセチレン

支燃性ガス：空気

#### ② 検量線

検量線用標準溶液それぞれにつき、吸光度を測定し、検量線を作成する。

#### ③ 定量<sup>12)</sup>

試験溶液及び空試験溶液につきその吸光度を測定し、両者の値の差を求め、その値と検量線から試験溶液中の鉄濃度（ $\mu$ g/mL）を求め、次式によって試料中の鉄含量（g/kg）を計算する。

$$\text{鉄含量 (g/kg)} = \frac{C \times 100}{W \times 1000}$$

C：試験溶液中の鉄濃度（ $\mu$ g/mL）

W：試料の採取量（g）

$$\text{三酸化鉄含量 (g/kg)} = \text{鉄含量 (g/kg)} \times 1.430$$

#### ④ 定量限界 鉄として 0.01 g/kg

### 試薬・試液等

1. 鉄標準原液<sup>13)</sup>：市販の原子吸光度分析に適した標準液（Fe：1000 $\mu$ g/mL）を用いる。
2. 硝酸：[有害金属測定用]
3. 硫酸：[有害金属測定用]
4. 1-オクタノール：[特級]
5. 塩酸：[有害金属測定用]

[注]

- 1) 本法は、着色料の三二酸化鉄を測定対象としているが、鉄強化剤（水溶性鉄：塩化第二鉄、クエン酸第一鉄ナトリウム、クエン酸鉄、クエン酸鉄アンモニウム、乳酸鉄、硫酸第一鉄、グルコン酸第一鉄。不溶性鉄：ピロリン酸第二鉄。有機鉄：ヘム鉄、フェリチン、ラクトフェリン）及び着色料の鉄クロロフィリンナトリウムも本法により鉄として測定される。
- 2) これら2法の外に、低温灰化装置を用い減圧下高周波エネルギーによって低温で試料を酸化する方法もある。
- 3) 湿式灰化法は硝酸、硫酸、過塩素酸、過酸化水素等の酸化剤を適宜配合して用い、比較的低温で酸化分解する方法である。本法は試薬による汚染が第一の欠点である。また、脂肪性の検体は分解し難い。
- 4) 試料の採取量を適宜減らしてもよい。ただし、十分な回収率等が得られることを確認できる場合に限る。
- 5) 試験に用いるガラス器具はすべて使用前に硝酸（1→3）で十分洗うか、又は硝酸（1→3）に一夜つけておく。
- 6) 試験溶液中の鉄濃度が検量線の範囲を超える場合は、塩酸（1→40）で適宜希釈する。
- 7) 乾式灰化法は試料を強熱して有機物を空気酸化し、揮発させる方法である。本法は、操作の管理が湿式灰化法のように煩雑でないので、比較的多数の試料を同時に操作できるし、大量の試料を逐次追加して灰化することもできる。更に酸化物（分解剤）を用いなくても行えるので、これら試薬からの汚染の危険が少ない。
- 8) 湿式法に比べて灰化温度が高いため、ほとんどすべての元素について揮散のおそれがある。Hgは完全に揮散し、Cd、Pb、Zn、Sn、As、Ca等は500℃以上で揮散する。とくにハロゲンが存在するとZn、Sn、Sb、As等が揮散しやすい。しかし、550℃以下の灰化ではFeに関しては心配ない。
- 9) 乾固直前に内容物が飛び散り易いので、水浴を用いる場合はよいが、熱板上で行うときは、高温になり過ぎないように注意する。
- 10) 不完全灰化によって残存する炭素は、鉄に対しての吸着力が大きいため、試料を完全に灰化することが必要である。
- 11) 他の元素の影響を受ける場合は、鉄の他の波長を用いても良い。
- 12) バナナ（果柄及び皮）及コンニャクに、三二酸化鉄を0.01 g/kg又は0.1 g/kg添加した時の回収率は、湿式灰化法では91～105%（相対標準偏差1.8～9.7%）、乾式灰化法では96～99%（相対標準偏差1.1～4.4%）（n=5の平均）であった。
- 13) 鉄1.00 gを量り、硝酸（1→4）100mLを加えて溶かし、煮沸して二酸化窒素を追い出し、冷後、1000mLのメスフラスコに移し、水を加えて正確に1000mLとしたもの（濃度1000µg/mL）を用いてもよい。