

(別 紙)

フェロシアン化物

Ferrocyanides

フェロシアン化カルシウム Calcium ferrocyanide $\text{Ca}_2\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$: 508.29

フェロシアン化カリウム Potassium ferrocyanide $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$: 422.39

フェロシアン化ナトリウム Sodium ferrocyanide $\text{Na}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$: 484.06

1. 試験法の概要

食塩中のフェロシアン化物は、食塩水溶液に硫酸鉄（Ⅱ）溶液を加え、生成するフェロシアン化鉄（Ⅲ）の吸光度を測定し、フェロシアンイオンとして定量する。必要があれば分子量比を乗じてフェロシアン化塩の量として求める。

2. 試験法（吸光度法）

(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) 試料液の調製

食塩 20g を精密に量り、水 80ml を加えて溶かす。ろ紙 (No. 5C) でろ過し、ろ液を 100ml メスフラスコに入れ、ろ紙を 10ml 以下の水で洗い、洗液もフラスコに加える。これに、硫酸鉄（Ⅱ）試液 5ml を加え、水を加えて正確に 100ml とする。よく振り混ぜた後、30 分間放置し、吸光度測定用試料溶液とする。

(3) 検量線用標準液の調製

フェロシアン化カリウム三水和物約 0.2 g を精密に量り、水を加えて正確に 100ml とし、標準原液とする¹⁾。この原液 5ml を正確に量り、水で正確に 100ml とし、標準液とする（この液 1ml はフェロシアンイオン約 50 $\mu\text{g}/\text{ml}$ を含む²⁾）。塩化ナトリウム 10g を 50ml のメスフラスコ 5 本に各々量り、水 40ml を加えて溶かし、そこに標準液 0、200、600、1,000、2,000 μL を各々加え、さらに硫酸鉄（Ⅱ）試液 2.5 ml を加え、水で正確に 50ml とする。良く振り混ぜてから 30 分間放置し、検量線用標準液とする。（これらの液 1ml はそれぞれフェロシアンイオン 0.2、0.6、1、2 $\mu\text{g}/\text{ml}$ を含む）。

(4) 測定法

① 測定

試料液を光路長 50mm のセルにとり、水を対照として波長 720nm における吸光度を分校光度計により測定する。

② 検量線

各検量線用標準液につき、吸光度を測定し、検量線を作成する。

③ 定量

試料溶液の吸光度と、検量線から試料溶液中のフェロシアンイオン濃度を求め、次式により検体中のフェロシアン含量を計算する³⁾。

$$\text{フェロシアンイオン含量(mg/kg)} = C \times 100 / W$$

C : 試料溶液中のフェロシアンイオン濃度 ($\mu\text{g/ml}$)

W : 検体採取料(g)

$$\text{フェロシアン化カルシウム(mg/kg)} = \text{フェロシアンイオン含量(mg/kg)} \times 1.38$$

$$\text{フェロシアン化カリウム(mg/kg)} = \text{フェロシアンイオン含量(mg/kg)} \times 1.74$$

$$\text{フェロシアン化ナトリウム(mg/kg)} = \text{フェロシアンイオン含量(mg/kg)} \times 1.43$$

試薬・試液等

1. フェロシアン化カリウム三水和物 : [特級]
2. 硫酸鉄 (II) 七水和物 : [特級]
3. 硫酸鉄 (II) 試液 : 硫酸鉄 (II) 七水和物 3g を水 80ml に溶かし、硫酸 1ml を加えてから、水で正確に 100ml とする。この溶液は用時調製する。
4. 塩化ナトリウム : [特級]

[注]

- 1) 検量線用標準原液は褐色瓶に入れ冷暗所に保存する。
- 2) フェロシアン化カリウム三水和物の分子量は 422.39、フェロシアンイオンの分子量は 211.95 であり、分子量比からフェロシアン化カリウム三水和物 0.20g は、0.10g のフェロシアンイオンに相当する。
- 3) 本法による検出限界はフェロシアンイオンとして 0.5mg/kg である。

参考) 食塩中のフェロシアン化物の定性的検出

フェロシアン化物を定性的に検出する場合、定量法と同様の発色操作を行った後、メンブランフィルター (孔径 $0.45\mu\text{m}$) を用いて 30ml の試料溶液を吸引ろ過し、フィルターの青色着色により検出できる。本法では 1mg/kg の試料液でも明らかな青色を確認できる。着色フィルターに色差計を用いると、定量化の可能性も考えられる。