

<指摘事項 4>

(1) 松前漬けなどカズノコ(調味加工品)を含む加工食品中の亜塩素酸ナトリウムの分析の可否、(2) 亜塩素酸ナトリウムで処理されたカズノコで、亜塩素酸ナトリウムを故意に残存させたものから調味液等への亜塩素酸ナトリウムの移行量について、イオンクロマトグラフィーのクロマトグラム等具体的な測定結果とともに示すこと。

(1) 松前漬け等に含まれるカズノコにおける亜塩素酸ナトリウムの分析の可否

5回の繰り返し試験では、市販松前漬けに含まれるカズノコにおける5ppm添加回収率はそれぞれ70.1±4.8%、73.6±2.9%、市販山葵漬けに含まれるカズノコにおける5ppm添加回収率はそれぞれ83.7±1.8%、78.0±6.0%であった。(表5および図4-1、2)

(2) カズノコから調味液への亜塩素酸ナトリウムの移行量

亜塩素酸ナトリウムを100ppm程度残存させたカズノコ(平均101.3ppm)に醤油調味液を添加した時は、亜塩素酸ナトリウムは醤油漬けカズノコに32.0%残存し、調味液へ27.0%移行していた。また、亜塩素酸ナトリウムを10および30ppm程度残存させたカズノコ(平均8.1および24.6ppm)に醤油調味液を添加した時は、醤油漬けカズノコ、調味液の亜塩素酸ナトリウムの含有量はともに測定限界と考えられる5ppm未満となり、亜塩素酸ナトリウムのカズノコへの残存および調味液への移行量は算出できなかった。(表6および図4-3)

<具体的な測定結果>

(1) 添加回収試験

市販の松前漬けおよび山葵漬け(山海漬け)に含まれるカズノコを採取し、それぞれのカズノコにおける亜塩素酸ナトリウムの5ppm添加回収試験を行った。

なお、添加回収試験は醤油漬けカズノコにおける試験と同じ方法で行った。

測定結果を表5に、イオンクロマトグラムを図4-1および2に示す。

表5. 亜塩素酸ナトリウム5ppm添加回収試験

試料: 市販松前漬け(A)中のカズノコ

試料	亜塩素酸 Na 添加量 (mg/kg)	回収率 (%)
1	5	72.8
2	5	76.8
3	5	69.4
4	5	64.8
5	5	66.6
	平均	70.1
	標準偏差	4.8
	変動係数	6.9 %

表 5. 亜塩素酸ナトリウム 5 p p m 添加回収試験 (続き)

試料 : 市販松前漬け (B) 中のカズノコ

試料	亜塩素酸 Na 添加量 (mg/kg)	回収率 (%)
1	5	70.2
2	5	76.6
3	5	73.4
4	5	76.6
5	5	71.4
平均		73.6
標準偏差		2.9
変動係数		4.0 %

試料 : 市販山葵漬け (A) 中のカズノコ

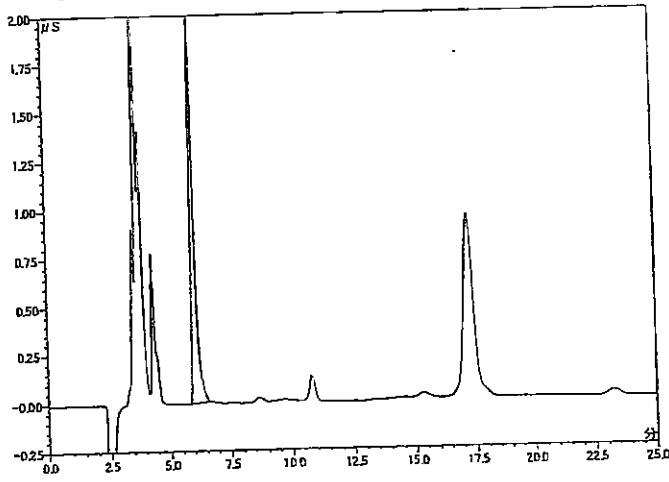
試料	亜塩素酸 Na 添加量 (mg/kg)	回収率 (%)
1	5	84.6
2	5	85.0
3	5	82.4
4	5	81.2
5	5	85.2
平均		83.7
標準偏差		1.8
変動係数		2.1 %

試料 : 市販山葵漬け (B) 中のカズノコ

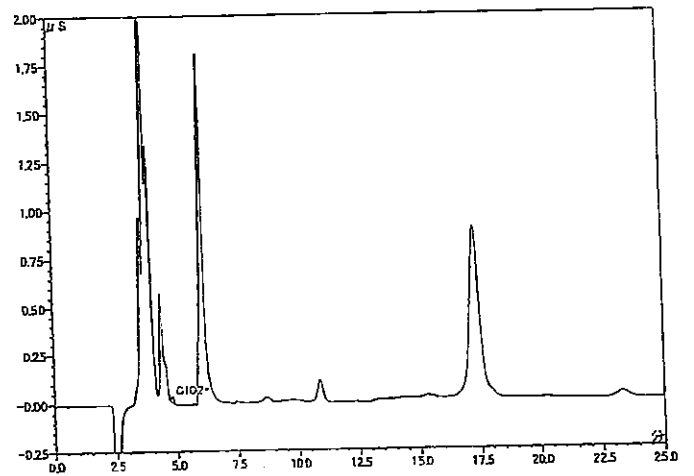
試料	亜塩素酸 Na 添加量 (mg/kg)	回収率 (%)
1	5	74.8
2	5	72.8
3	5	84.0
4	5	73.4
5	5	85.2
平均		78.0
標準偏差		6.0
変動係数		7.7 %

図4-1 亜塩素酸ナトリウム標準液及び市販松前漬けカズノコのイオンクロマトグラム

【 試料：市販松前漬けカズノコ (A) 】

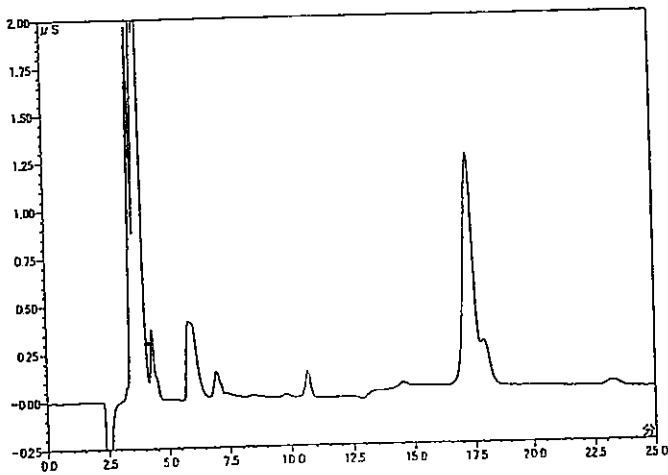


亜塩素酸ナトリウム無添加カズノコ  
(100倍希釈)

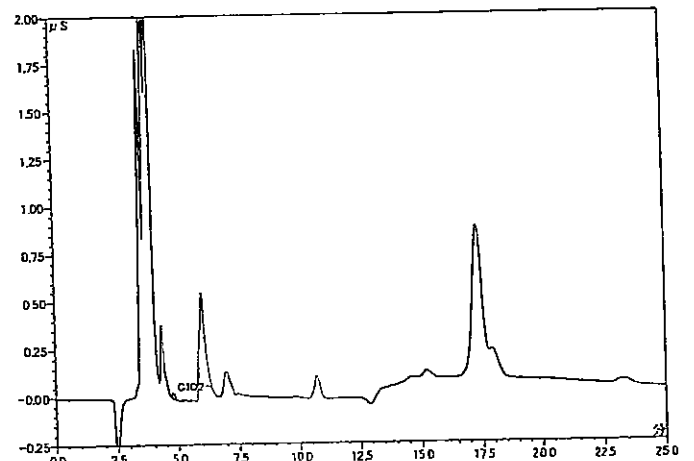


亜塩素酸ナトリウム 5mg/kg 添加カズノコ  
(100倍希釈)

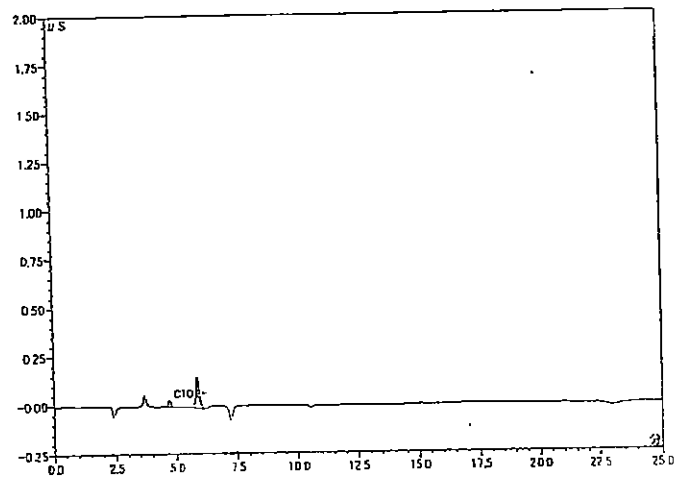
【 試料：市販松前漬けカズノコ (B) 】



亜塩素酸ナトリウム無添加カズノコ  
(100倍希釈)



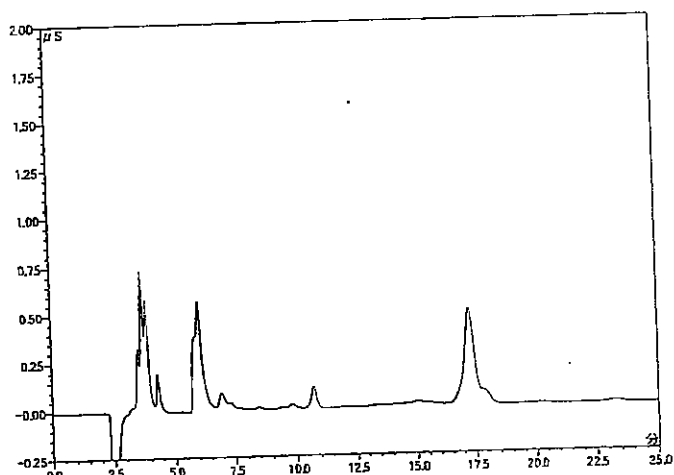
亜塩素酸ナトリウム 5mg/kg 添加カズノコ  
(100倍希釈)



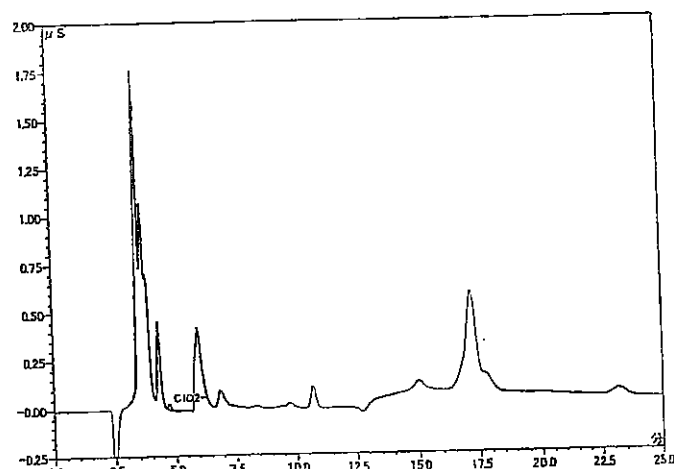
亜塩素酸ナトリウム 50 μg/kg

図4-2 亜塩素酸ナトリウム標準液及び市販山葵漬けカズノコのイオンクロマトグラム

【試料：市販山葵漬けカズノコ (A)】

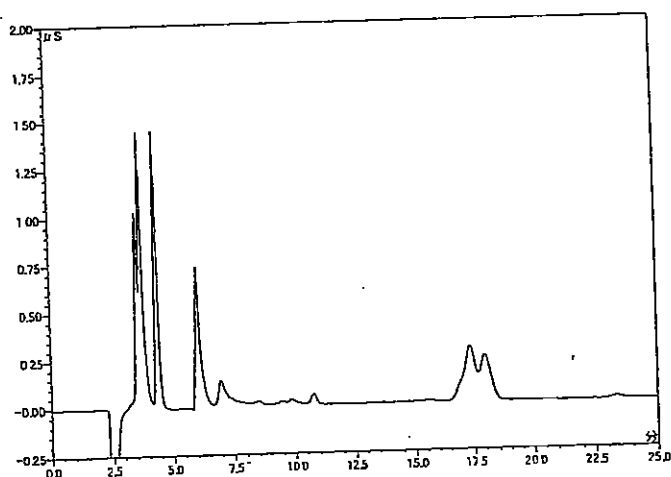


亜塩素酸ナトリウム無添加カズノコ  
(100倍希釈)

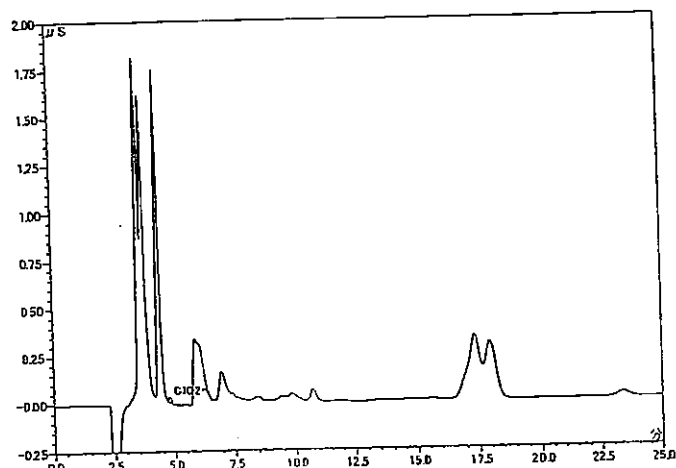


亜塩素酸ナトリウム 5mg/kg 添加カズノコ  
(100倍希釈)

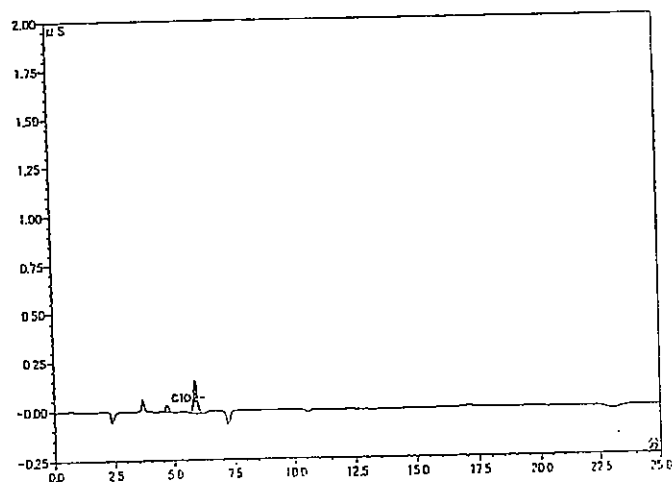
【試料：市販山葵漬けカズノコ (B)】



亜塩素酸ナトリウム無添加カズノコ  
(100倍希釈)



亜塩素酸ナトリウム 5mg/kg 添加カズノコ  
(100倍希釈)



亜塩素酸ナトリウム 50 μg/kg

(2) カズノコから調味液への亜塩素酸塩の移行量

亜塩素酸ナトリウムを故意に残存させたカズノコに調味液を添加し、調味液添加後のカズノコおよび調味液の亜塩素酸ナトリウム含有量をそれぞれ測定し、カズノコから調味液への亜塩素酸ナトリウムの移行量を算出した。

① 亜塩素酸ナトリウム残存カズノコの調製

カズノコを3倍量の500ppm亜塩素酸ナトリウム溶液(5%食塩水含む)に24時間浸漬した。続いて、その亜塩素酸ナトリウム処理カズノコを3倍量の5%食塩水で洗浄し、カズノコの亜塩素酸ナトリウムの含有量が10から100ppm程度残存するところで洗浄を終了させた。それらの洗浄カズノコに等倍量の醤油調味液を添加、冷凍して試料を調製した。

なお、醤油調味液は市販醤油漬けカズノコ(A)に使用される調味液を使用した。

② カズノコおよび調味液の亜塩素酸ナトリウム含有量

試料を解凍後、醤油漬けされたカズノコおよび調味液の亜塩素酸ナトリウムの含有量を測定し、カズノコから調味液への亜塩素酸ナトリウムの移行量を算出した。

その結果を表6および図4-3に示す。

表6. 醤油漬けカズノコおよび調味液の亜塩素酸ナトリウム含有量

洗浄カズノコ	醤油漬けカズノコ	醤油調味液
101.3 ppm (100 %)	32.4 ppm (32.0 %)	27.3 ppm (27.0 %)
24.6 ppm (100 %)	< 5.0 ppm (< 20.3 %)	< 5.0 ppm (< 20.3 %)
8.1 ppm (100 %)	<< 5.0 ppm (trace) ( - )	<< 5.0 ppm (trace) ( - )

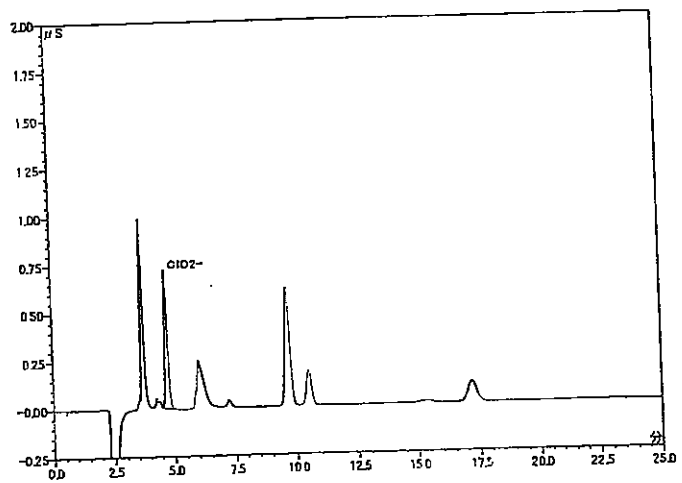
上段: NaClO<sub>2</sub>の平均値(n=3)

下段: 洗浄カズノコからの移行割合

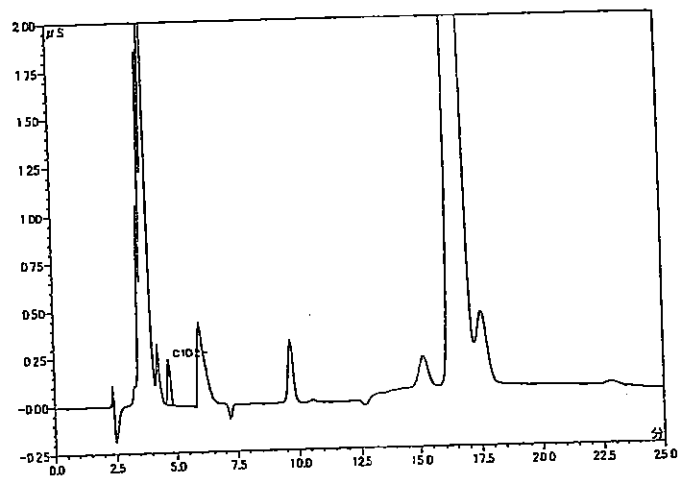
測定限界: 1ppm(洗浄カズノコ)、5ppm(醤油漬けカズノコおよび醤油調味液)

図4-3 醤油漬けカズノコおよび調味液のイオンクロマトグラム

【 試料：洗浄カズノコ 】  
 残存亜塩素酸ナトリウム  
 平均 101.3 ppm (100倍希釈)



【 試料：醤油漬けカズノコ 】  
 残存亜塩素酸ナトリウム  
 平均 32.4 ppm (100倍希釈)



【 試料：醤油調味液 】  
 残存亜塩素酸ナトリウム  
 平均 27.3 ppm (100倍希釈)

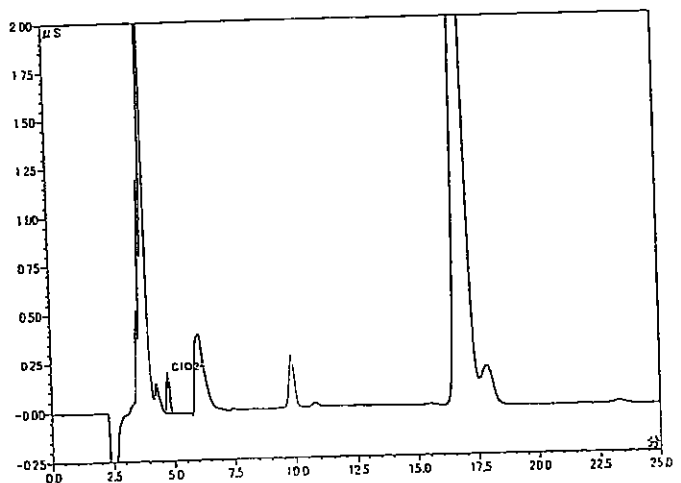
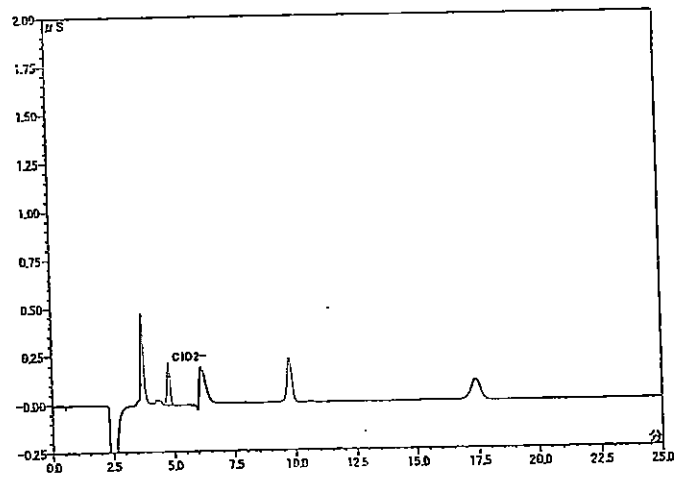
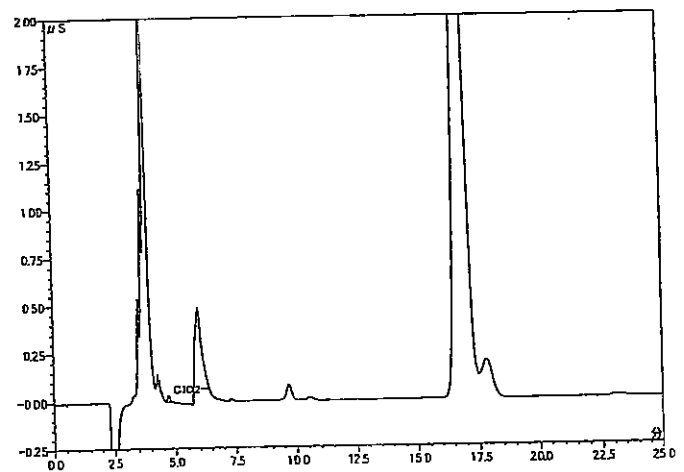


図4-3 醤油漬けカズノコおよび調味液のイオンクロマトグラム (続き)

【 試料：洗浄カズノコ 】  
 残存亜塩素酸ナトリウム  
 平均 24.6 ppm (100倍希釈)



【 試料：醤油漬けカズノコ 】  
 残存亜塩素酸ナトリウム  
 すべて 5.0 ppm 未満 (100倍希釈)



【 試料：醤油調味液 】  
 残存亜塩素酸ナトリウム  
 すべて 5.0 ppm 未満 (100倍希釈)

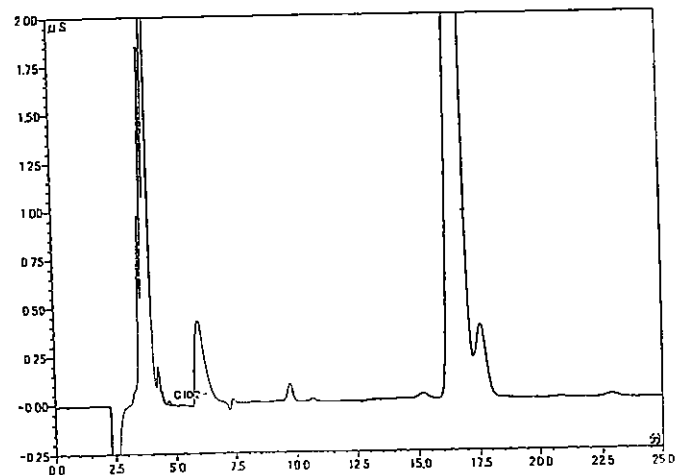
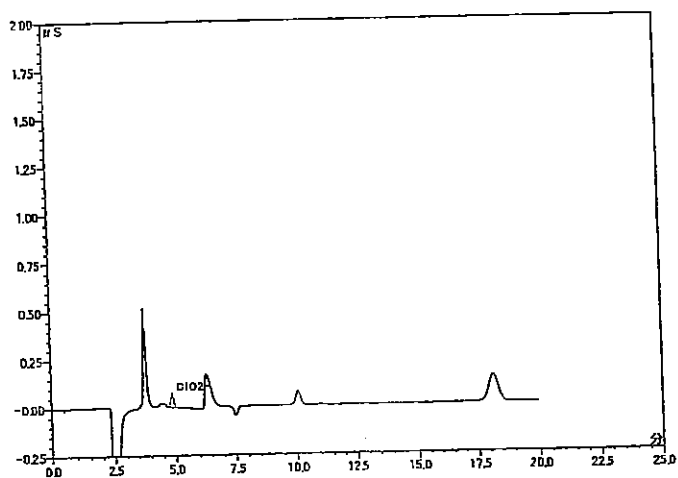
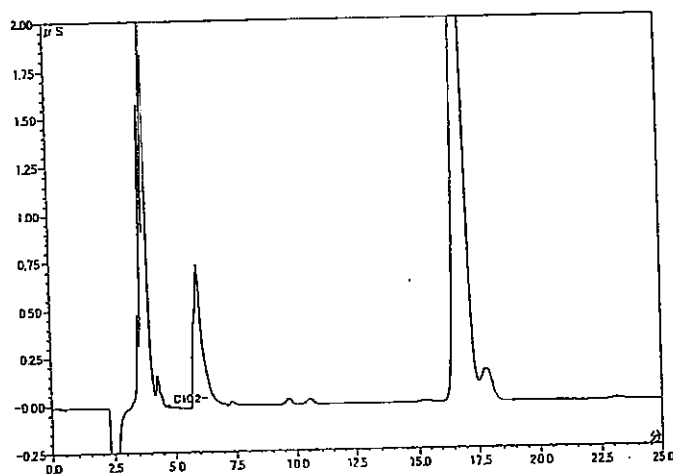


図4-3 醤油漬けカズノコおよび調味液のイオンクロマトグラム (続き2)

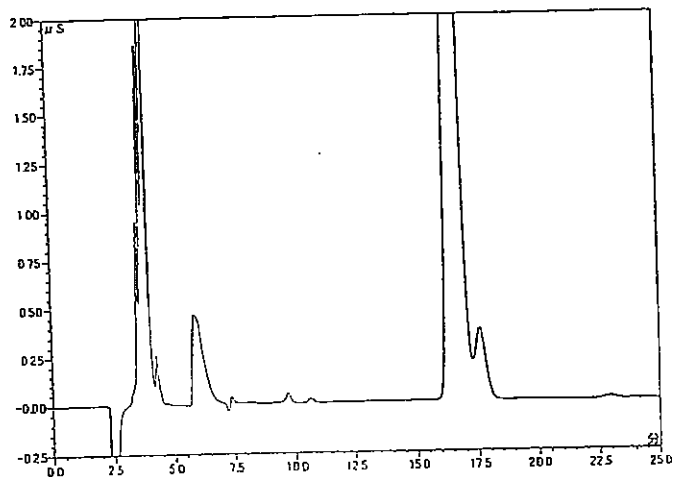
【 試料 : 洗浄カズノコ 】  
 残存亜塩素酸ナトリウム  
 平均 8.1 ppm (100倍希釈)



【 試料 : 醤油漬けカズノコ 】  
 残存亜塩素酸ナトリウム  
 すべて 5.0 ppm 未満 (100倍希釈)



【 試料 : 醤油調味液 】  
 残存亜塩素酸ナトリウム  
 すべて 5.0 ppm 未満 (100倍希釈)





### ③添加回収試験

当方における追加試験では分析機器および試料調製方法等が変更されたため、再度、塩分5%を含むカズノコにおいて1ppm添加回収試験を行った。変更前の添加回収試験では試料10倍希釈条件（本資料p.6-8）で行われたが、本追加試験では近傍ピークによる阻害を抑えることを目的に試料20倍希釈条件で行った。その結果を表7および図4-4に示す。

また、市販醤油調味液（A）の原液における5ppm添加回収試験を醤油漬けカズノコにおける試験と同じ方法で行った。その結果を表8および図4-5に示す。

5回の繰り返し試験では、塩分5%を含むカズノコにおける1ppm添加回収率は90.0±2.8%、醤油調味液原液における5ppm添加回収試験は89.9±3.1%とそれぞれ良好な結果が得られた。

表7. 亜塩素酸ナトリウム1ppm添加回収試験

試料：塩分5%に調製したカズノコ剥皮卵

試料	亜塩素酸Na添加量 (mg/kg)	回収率 (%)
1	1	92.9
2	1	90.1
3	1	85.8
4	1	89.2
5	1	92.1
	平均	90.0
	標準偏差	2.8
	変動係数	3.1 %

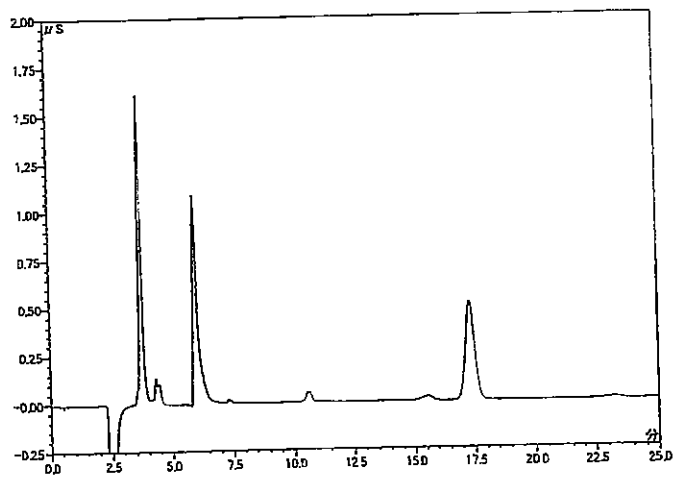
表8. 亜塩素酸ナトリウム5ppm添加回収試験

試料：市販醤油調味液（A）の原液

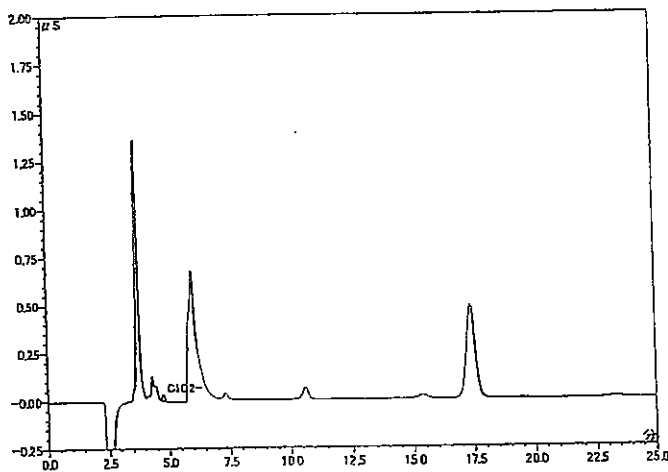
試料	亜塩素酸Na添加量 (mg/kg)	回収率 (%)
1	5	88.4
2	5	95.2
3	5	90.2
4	5	87.4
5	5	88.2
	平均	89.9
	標準偏差	3.1
	変動係数	3.5 %

図 4-4 亜塩素酸イオン標準液及びカズノコ剥皮卵のイオンクロマトグラム

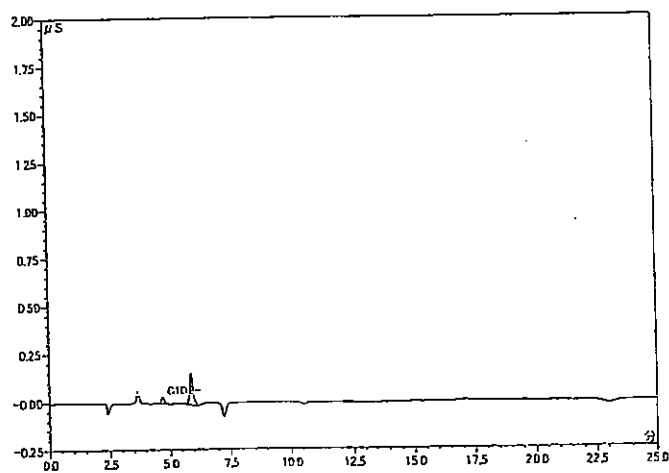
【試料：カズノコ剥皮卵】



亜塩素酸ナトリウム無添加カズノコ  
(20倍希釈)



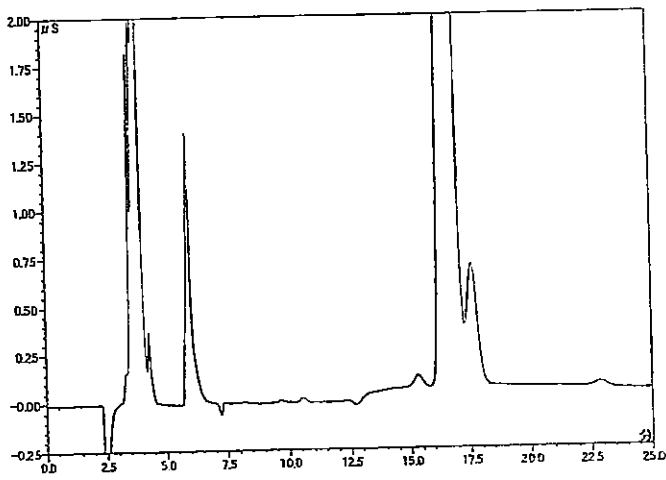
亜塩素酸ナトリウム 1mg/kg 添加カズノコ  
(20倍希釈)



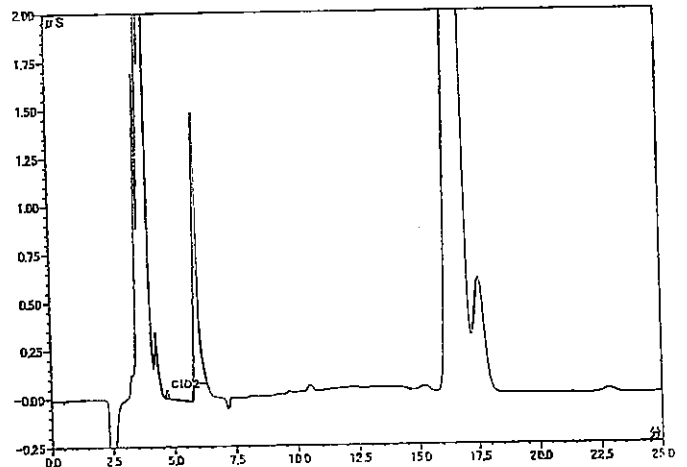
亜塩素酸ナトリウム 50 μg/kg

図4-5 亜塩素酸イオン標準液及び醤油調味液原液のイオンクロマトグラム

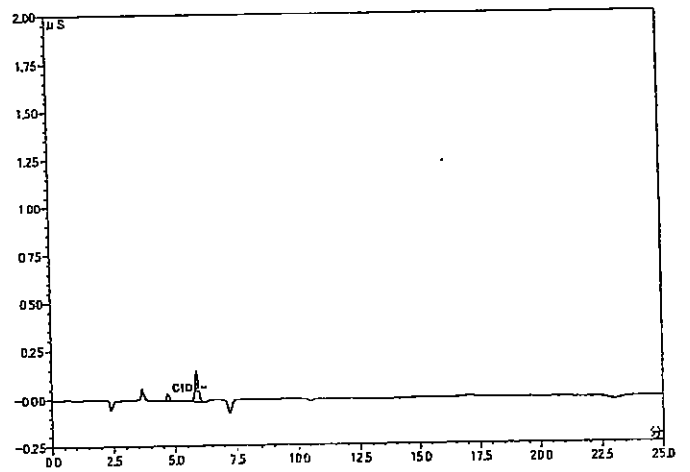
【試料：市販醤油調味液(A)の原液】



亜塩素酸ナトリウム無添加カズノコ  
(100倍希釈)



亜塩素酸ナトリウム 5mg/kg 添加カズノコ  
(100倍希釈)



亜塩素酸ナトリウム 50  $\mu\text{g}/\text{kg}$