

## カズノコ（調味加工品に限る）中の亜塩素酸ナトリウムの試験法

1. 試料：カズノコ調味加工品<sup>1)</sup>
2. 試験法の概要：試料から 9 mmol/l 炭酸ナトリウム溶液で抽出し，除蛋白，脱塩後，イオンクロマトグラフィーで測定する。

### 3. 試験法（イオンクロマトグラフィー）

#### (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

試料を細切し，約 5.0 g を精密に量り，9 mmol/l 炭酸ナトリウム溶液 45 ml を加え，5 分間スターラー上で攪拌後，15,000 rpm, 5 で 15 分間遠心分離する。上清を 0.2 μm のフィルターに通す。ろ液を限外ろ過し，ろ液 5 ml に 9 mmol/l 炭酸ナトリウム溶液を加え，正確に 50 ml<sup>2)</sup>とする。この液 10 ml を銀カラム<sup>3)</sup>に負荷し，初めの 3 ml を捨て，全量を採取する。流出液を 15,000 rpm, 5 で 15 分間遠心分離し，上清を陽イオン交換カートリッジ<sup>4)</sup>に負荷し，流出液をイオンクロマトグラフィー用試料液とする。

#### (3) 亜塩素酸ナトリウム検量線用標準液の調製

80% 亜塩素酸ナトリウム約 125 mg を精密に量り<sup>5)</sup>，9 mmol/l 炭酸ナトリウム溶液を加え，100 ml とする。この液 1 ml を正確に量り，9 mmol/l 炭酸ナトリウム溶液を加え 100 ml とし，亜塩素酸ナトリウム標準液とする。（この液 1 ml は亜塩素酸ナトリウム約 10 μg を含む）。

亜塩素酸ナトリウム標準液 0.5, 1, 2, 5 および 10 ml をそれぞれ正確に採り，9 mmol/l 炭酸ナトリウム溶液を加え 100 ml とし，検量線用標準液とする。（これらの液 1 ml はそれぞれ亜塩素酸ナトリウム約 50, 100, 200, 500 ng 及び 1,000 ng を含む）。

#### (4) 測定法

##### 測定条件

電気伝導度検出器付イオンクロマトグラフを用い次の条件によって測定する。

カラム充填剤<sup>6)</sup>：エチレンピニルベンゼン-ジビニルベンゼンポリマー系陰イオン交換樹脂。

カラム管：内径 4.6 mm, 長さ 250 mm.

溶離液：9.0 mmol/l 炭酸ナトリウム

カラム温度：28

流速：1.0 ml/分

##### 検量線

検量線用標準液を 50 μl ずつ正確に採り，イオンクロマトグラフに注入し，ピーク面積

から検量線を作成する。

#### 定量

試料液 50  $\mu$ l を正確に採り，イオンクロマトグラムに注入し，得られたピーク面積と検量線から試料液中の亜塩素酸ナトリウム濃度( $\mu$ g/ml)を求め，次式によって試料中の亜塩素酸含量(mg/kg)を算出する。

$$\text{亜塩素酸ナトリウム含量(mg/kg)} = \frac{C \times 500}{W}$$

C: 試料液中の亜塩素酸ナトリウム濃度( $\mu$ g/ml)  
W: 試料の採取量(g)

#### 試薬・試液等

1. 亜塩素酸ナトリウム：亜塩素酸ナトリウムの含量はチオ硫酸ナトリウムで標定する。
2. 9.0 mmol/l 炭酸ナトリウム溶液：1 mol/l イオンクロマトグラフィー用炭酸ナトリウム溶液 9 ml に水を加え 1 L とする。
3. ディスポーザブルフィルター：孔径 0.2  $\mu$ m, 水系
4. 銀カラム：スチレン系銀型の陽イオン交換樹脂
5. 陽イオン交換カートリッジ：スルフォニルプロピル基系陽イオン交換樹脂
6. 限外ろ過カートリッジ：分子量 10,000 のもの。
7. 炭酸ナトリウム：[特級]
8. 3%硫酸：濃硫酸 3 ml に水 95 ml を加えたもの。

#### [注]

1. しょう油漬け，味付けカズノコ等であり，塩蔵カズノコは含まない。
2. ろ液 2.5 ml を正確に 25 ml にしてもよい。
3. Dionex 社製 onGuard1 Ag 1 cc が使用できる。
4. Varian 社製，陽イオン交換カートリッジ Bond Elut PRS 100 mg が使用できる。
5. 亜塩素酸ナトリウムの標定は標定用標準用液 1 ml を正確に量り，ヨウ素瓶に入れ，3% 硫酸 12 ml, 水 40 ml 及びヨウ化カリウム 4 g を加え，直ちに密栓して暗所に 15 分間放置し，遊離したヨウ素を 0.1 mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する。(指示薬：デンプン溶液)。別に空試験を行い補正する。  
0.1 mol/l チオ硫酸ナトリウム溶液 1 ml=2.261 mg 亜塩素酸ナトリウム
6. 市販の充填カラムとして Dionex 社製，IonPac AS 9-HC 4 mm x 250 mm，及びガードカラム AG 9-HC が使用できる。
7. 本法における検出限界は 5 mg/kg である。

## 参考情報

### 亜塩素酸ナトリウムの確認試験法

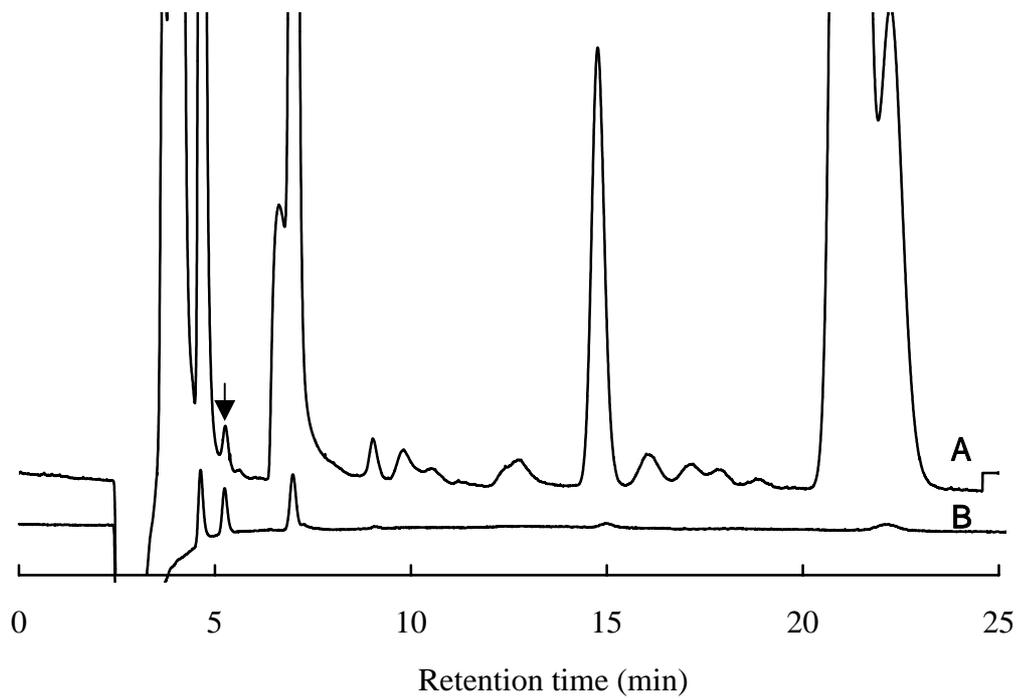
1. 試験法の概要: カズノコ調味加工品中の亜塩素酸ナトリウムは 9 mmol/l 炭酸ナトリウム溶液で抽出し, 限外ろ過による除蛋白後の試験液を用い, N,N-ジエチル-*p*-フェニレンジアミン(DPD)との発色反応により行う<sup>1)</sup>.
2. 試験法
  - (1) 検体の採取と試料の調製  
一般試料採取法を準用する.
  - (2) 試料液の調製  
亜塩素酸ナトリウムの試験法を準用する. 限外ろ過のろ液 1 ml に 10 w/v%グリシン溶液 0.1 ml を加え, よく混和する. DPD 錠<sup>2)</sup>を 1 錠及び硫酸(1+99) 0.1 ml 加え, 5 秒間激しく攪拌する.
  - (3) 測定法  
反応液を 10 分間放置後, 色調表に より比色する. 5 µg/kg 以上の亜塩素酸ナトリウムがあれば, 0.2(塩素 Cl mg/l)以上の呈色が見られる<sup>3)</sup>.

#### 試薬, 試液等

1. DPD 錠: 残留塩素測定用 (1 錠中に DPD 0.002g 及び硫酸ナトリウム 0.048g を含む)
2. グリシン: [特級]
3. 硫酸: [特級]

#### [注]

1. 本法は亜塩素酸ナトリウムの確認試験法であり, 定量分析は目的としない.
2. 残留塩素測定用のキットが市販されており, 和光純薬工業(株)の残留塩素測定用活性塩素 DPD テストワコーが使用できる.
3. 添付の色調表により判別ができる.



カズノコ中の亜塩素酸ナトリウムのイオンクロマトグラム

- A: 亜塩素酸ナトリウム5 mg/kg 添加カズノコ
- B: 亜塩素酸ナトリウム標準液 50 ng/kg
- : 亜塩素酸ナトリウム