

カズノコ（調味加工品）からの亜塩素酸ナトリウムの分析について

国立医薬品食品衛生研究所
食品添加物部

1. 試料：カズノコ
2. 試験法の概要：試料から9mM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. 測定法

①試料溶液の調製

カズノコを細切し、5.0gを正確に量り、9mM炭酸ナトリウム溶液45mlを加え、5分間スターラー上で攪拌後、15000rpm、5°Cで15分間遠心分離する。上清を0.2mmのフィルターに通す。ろ液を限外ろ過する。ろ液10mLを銀カラムに負荷し、初めの3mLを捨て、全量を採取する。流出液を15,000rpm、5°Cで15分間遠心分離し、上清を陽イオン交換カートリッジに負荷し、流出液をイオンクロマトグラフィー用試験溶液とする。

②検量線用標準溶液の調製

亜塩素酸ナトリウム標準原液：亜塩素酸ナトリウム約125 mgを精密に量り、9mM炭酸ナトリウム溶液を加え、100mLとする。（この液1mLは亜塩素酸ナトリウム約1,000ngを含む）

亜塩素酸ナトリウム標準液：亜塩素酸ナトリウム標準原液1mLを正確に量り、9mM炭酸ナトリウム溶液を加え、100mLとする。（この液1mLは亜塩素酸ナトリウム約10ngを含む）。

亜塩素酸ナトリウム標準液1, 2, 5および10mLを正確に量り、9mM炭酸ナトリウム溶液を加え、100mLとし、検量線用標準液とする。（この液1mLは亜塩素酸ナトリウム約100, 200, 500ng及び1,000ngを含む）。

4. イオンクロマトグラフィーによる測定

①測定条件

装置：Dionex IP 25, CD 25, AS 50

検出器：電気伝導度検出器

カラム：IonPac AG 9-HC, AS 9-HC, 4 mm x 250 mm

溶離液：9.0 mM 炭酸ナトリウム

流速：1.0mL/分

注入量：50μL

②検量線

検量線用標準溶液を50μLずつ正確に量り、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。

③定量

試料液50μLを正確に量り、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溶液中の亜塩素酸ナトリウム濃度(mg/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.

$$\text{亜塩素酸ナトリウム含量 (mg/kg)} = \frac{C \times 50}{W}$$

C: 試料液中の亜塩素酸ナトリウム濃度 (mg/mL)

W: 試料の採取量 (g)

試薬・試液等

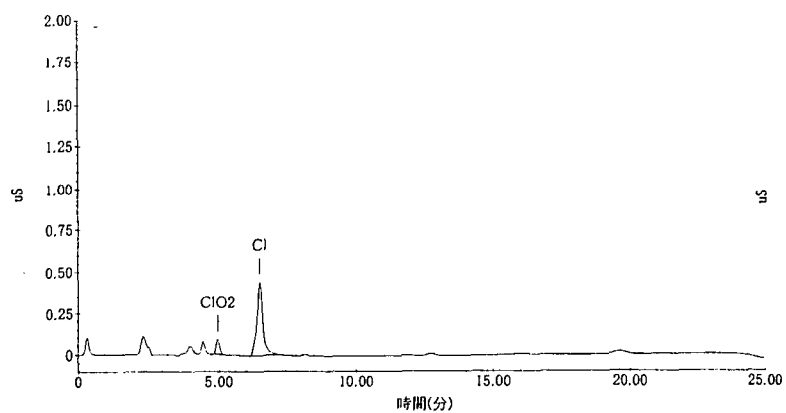
1. ディスポーザブルフィルター：口径0.2mm, 直径 25 mm, 水系
2. 銀カラム：Dionex社製 onGuard1- Ag II
3. 陽イオン交換カートリッジ：Bond Elut PRS
4. 亜塩素酸ナトリウム：亜塩素酸ナトリウムの含量はチオ硫酸ナトリウムで標定する.
5. 限外ろ過カートリッジ：分子量10,000のもの.

添加回収実験

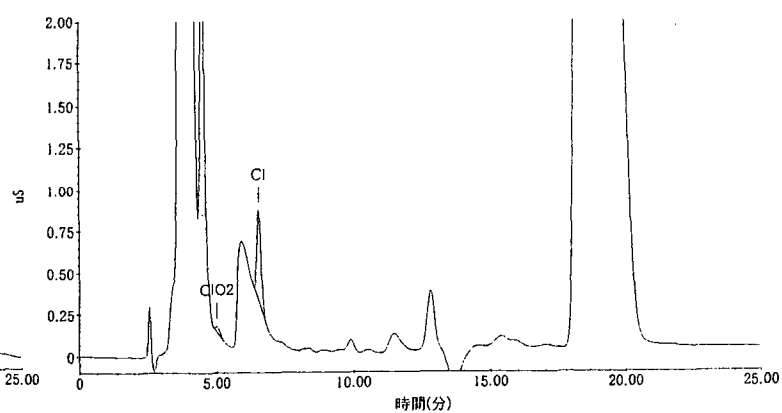
試料：市販カズノコ(亜塩素酸ナトリウム無添加)

試料	添加量(mg/kg)	回収率(%)
1	5	91.8
2	5	84.6
3	5	88.1
4	5	91.4
5	5	83.9
	平均	88.0
	標準偏差	3.7
	変動係数	4.2%

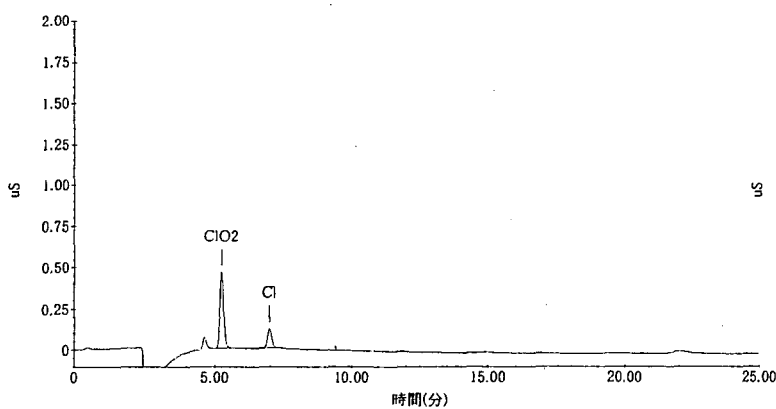
亜塩素酸ナトリウム標準液及び市販カズノコのイオンクロマトグラム



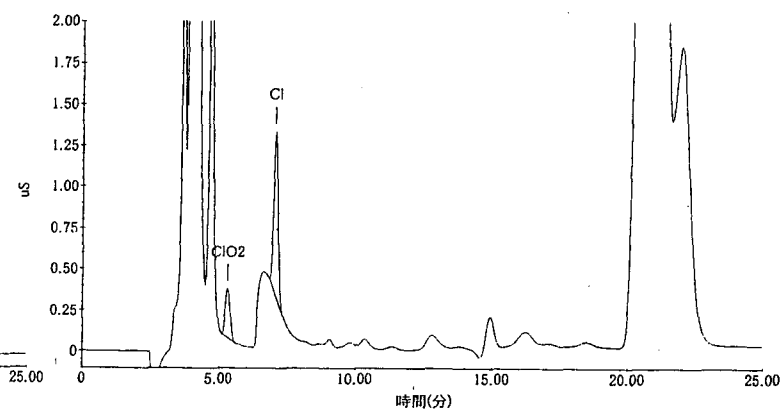
亜塩素酸ナトリウム 100 µg/kg



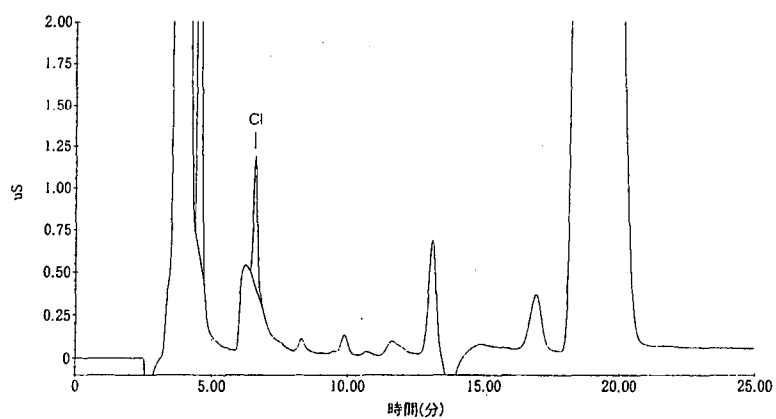
亜塩素酸ナトリウム 1mg/kg 添加カズノコ



亜塩素酸ナトリウム 500 µg/kg



亜塩素酸ナトリウム 5mg/kg 添加カズノコ



亜塩素酸ナトリウム無添加カズノコ