

2016年10月6日通知のまとめ

生食基発 1006 第3号 食品中の食品添加物分析法の改正について

- I. 分析法の概要 食品中の過酸化水素は、リン酸緩衝液(抽出用緩衝液)で抽出あるいは希釈した後、カタラーゼ分解で生成する酸素を、酸素電極法により定量する(2000年設定、2015年修正) 分析法(酸素電極法) 検体の採取と試料の調製
- ① 定量下限
固体食品(食品表面の過酸化水素の分析)の分析法による定量 0.0002g/kg
固体食品(食品中の過酸化水素の分析)の分析法による定量 0.002g/kg
液体食品の分析法による定量 0.0004g/L
 - ② 液体食品試験法 リン酸緩衝液 1mL を窒素曝気しておく。供試前 1 時間以上氷冷した試料を開封後速やかに 1mL セルにとり、再度窒素曝気して定量操作を実施する。0.2mg/L が正確に定量できること。
 - ③ 固体食品(食品中)試験法 試料 5g 精秤。ホモジナイザーカップに入れ、緩衝液 40mL 添加。氷冷下で 2~3 分間ホモジナイズ(必要ならば消泡剤添加)。50mL ネスラー管に移し、リン酸緩衝液を用い正確に 50mL とする。軽く振り混ぜ、速やかにひだ折りろ紙でろ過する。
最初の数滴は捨て、その後のろ液を試験溶液として速やかに分析する。
5g 試料に対して、50mL 試験液(100g/L)、0.2mg/L が定量可能ならば、2mg/kg が定量下限となる。
 - ④ 固体食品(表面)試験法
100g 試料をポリエチレンバッグに入れ、100mL 緩衝液を添加。1 分間振とうし、緩衝液を試料とする。必要感度は 0.2mg/L。

II. 抽出用緩衝液

① 調製方法

(1) 試薬

No.	試薬	グレード	必要量
1	リン酸二水素一カリウム	特級	27.2g
2	リン酸水素二ナトリウム・12水	特級	71.6g
3	臭素酸カリウム	特級	5g

(2) 手順

リン酸二水素一カリウム 27.2g に純水を加えて溶解し全量 1,000mL としたものを第 1 液とする。

リン酸水素二ナトリウム・12水塩 71.6g に純水を加えて溶解し全量 1,000mL としたものを第 2 液とする。

第 1 液 3 容量と第 2 液 5 容量を混合し、第 1 または第 2 液を添加して pH を 7.0 に調整する。この pH7.0 リン酸緩衝液 1,000mL に対して、臭素酸カリウム 5g を加えて溶解する。

- ② 使用方法 氷冷下で窒素ガスを 1 時間以上通気した後、通気しながら使用する。冷蔵保管する。

III. 過酸化水素標準液

① 標定方法

(1) 使用試薬

No.	試薬	グレード
1	30% 過酸化水素	特級
2	硫酸	特級
3	ヨウ化カリウム	特級
4	20mmol/L チオ硫酸ナトリウム	容量分析用
5	デンプン(溶性)	1 級

(2) デンプン試液の調製 純水約 20mL にデンプン 1g を懸濁させる。熱湯約 180mL を攪拌しながら少量ずつ加え、全体を攪拌しながら液が半透明になるまで煮沸する。放冷後上澄み液を用いる。用時調製。

(3) 標定操作

A) 過酸化水素水溶液

30%過酸化水素 1mL を正確にとり、純水を加えて正確に 100mL とする。この溶液を標定する。

B) 標定 過酸化水素水溶液 1mL を正確にとり 100mL 共栓フラスコに入れ、純水 20mL、硫酸 (1→10)およびヨウ化カリウム溶液(1→10)10mL を加える。10 分間暗所に放置した後、遊離したヨウ素を 20mmol/L チオ硫酸ナトリウム溶液で滴定する(指示薬 デンプン試液 1mL)

空試験の滴定量を V_0 mL、滴定値を V mL とし、次式に従って過酸化水素濃度 Hg/L を求める。

$$H = (V - V_0) \times 0.3401$$

② 標準液の調製 標定後、1 時間以上氷冷した過酸化水素水溶液 10mL を正確にとり、さらに抽出用緩衝液 10

×(H-1.0)mL を正確にとって加え、標準原液とする(濃度 1g/L) 用時、標準原液 10mL を正確にとり、抽出用緩衝液を加えて正確に 100mL とし、さらにこの液 1mL を正確にとり、抽出用緩衝液を加えて正確に 100mL とし、標準液とする(濃度 1mg/L)