

ソーセージ中の亜硝酸根の定量に関する検討について

金成 徹¹⁾ 神尾典子 大野金男²⁾
理化学課¹⁾ 県北保健福祉事務所²⁾ 前衛生研究所

要 旨

亜硝酸根の定量方法には、厚生労働省の通知法¹⁾や食品衛生検査指針²⁾などの方法がある。市販ポロニアソーセージにおいて両法を比較した結果、測定値に大きな差はなかった。しかし、操作性の違いがあり、それぞれ特徴を認めた。

検討に用いたポロニアソーセージは、食品衛生検査指針の方法では前処理過程で白濁を生じることがあり、その後のろ過操作などで支障を来たした。その改善策として 0.5mol/L 水酸化ナトリウムの添加量を減少させる方法や、(9 → 100) 酢酸亜鉛液の添加量を増加させる方法が有効であった。

キーワード：亜硝酸根，吸光度，ポロニアソーセージ

はじめに

亜硝酸ナトリウムは食肉製品、魚肉ハム・ソーセージ、すじこ・たらこ等の発色剤として使用が認められている食品添加物である。食品衛生法上は、使用基準(亜硝酸根としての残存量が食肉製品 0.070g/kg 以下、魚卵等 0.0050g/kg 以下等)が定められている。亜硝酸根の定量方法としては、アルカリ性で抽出し除タンパク後にジアゾ化による発色を利用した比色法が一般的である。

今回、福島県試験検査精度管理事業としてポロニアソーセージ中の亜硝酸根の定量を実施し、厚生労働省の通知法¹⁾(以下“通知法”とする)及び食品衛生検査指針による方法²⁾(以下“指針法”とする)の両法を比較検討した結果、若干の知見が得られたので報告する。

材 料

1 試料

市販の同一ロットのポロニアソーセージ

2 標準品及び試薬

下記の試薬の特級(和光純薬又は関東化学製)を用いた。

亜硝酸ナトリウム、水酸化ナトリウム、硫酸亜鉛、酢酸亜鉛、スルファニルアミド、塩

酸、*N*-1-ナフチルエチレンジアミン

方 法

前処理方法等については、通知法及び指針法に準拠して行った。

1 標準原液及び溶液の調製

1) 標準原液の調製

標準品 0.15g を量り採り、水に溶解し、メスフラスコにて全量 1L にした。(亜硝酸根として 100µg/mL)

2) 標準溶液の調製

標準原液を水で希釈し、通知法は 0.2µg/mL、指針法は 0.4µg/mL の標準溶液を調製し、各々標準列を作成した。

2 装置

日立製紫外可視部吸光光度計：U-3000

3 測定条件

測定波長：540nm

4 試料液の調製及び測定

前処理については図 1 を参照。

通知法及び指針法に基づき、試料をフードプロセッサにて粉碎後、弱アルカリ性で 80℃ 温水にて抽出し、硫酸亜鉛(通知法)又は

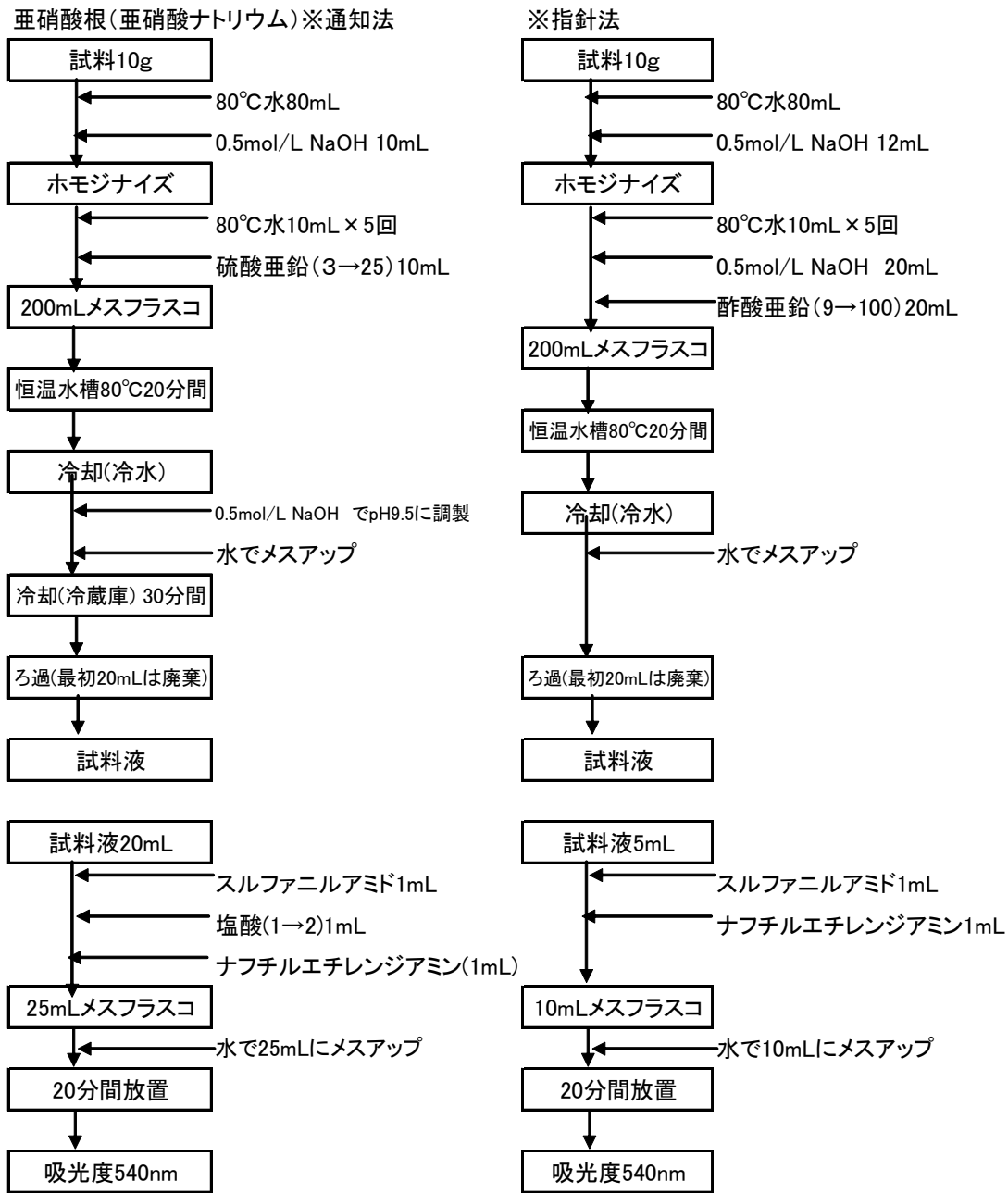


図1 前処理法のフローチャート

酢酸亜鉛(指針法)で除タンパクを行った後、ろ過しスルファニルアミド及びナフチルエチレンジアミンにより発色後、540nmで吸光度を測定した。

5 試料の均一性の確認

検体となるボロニアソーセージの採取部位を図2のとおり4カ所に分割し、それぞれ粉砕した試料について通知法により測定し

た。

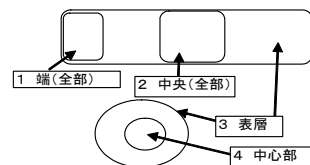


図2 部位別検体の採取位置

6 前処理方法の違いによる測定値の比較及び経日変化

通知法と指針法の併行試験により、測定値の比較検討を行った。

また、試験品中の亜硝酸根の経日変化も測定した。なお、試験品は毎回未開封のものから試料液を調製した。

結果および考察

1 試料の均一性にかかる測定結果

採取部位を図2のように分割し、それぞれ測定した結果（通知法を用いた）を表1に示す。

表1 採取部位別の測定値の比較 (n=3)

採取部位	測定値(g/kg)	変動係数(%)
1 端部	0.0075	3.2
2 中央部	0.0077	2.1
3 表層部	0.0075	4.9
4 中心部	0.0070	3.5

採取部位による差異は見られなかった。

ボロニアソーセージの場合、よく混練したものをケーシングするため、製品自体が均一であったと思慮される。

2 前処理方法の違いによる測定値の比較及び経日変化

通知法と指針法による測定値を比較した結果と測定値の経日変化について検討した結果を表2に示す。

表2 通知法と指針法での測定値の比較 (n=3) 単位：g/kg

累計経過日数	通知法	指針法
0	0.0064	0.0073
6	0.0059	0.0074
13	0.0058	0.0061
22	0.0055	0.0056

通知法と指針法の測定値は、ほぼ同じであった。しかし、前処理の際、指針法ではろ過操作に時間がかかり、ろ液も白濁した場合が多かった。

指針法において試験溶液中の最終水酸化ナ

トリウム濃度を 0.05mol/L に設定すると試料液が清澄化することが示されている⁹⁾。そこで 0.5mol/L 水酸化ナトリウムの添加量を減少(合計 32mL → 20mL)させる方法及び(9 → 100)酢酸亜鉛液の添加量を増加(20mL → 24mL)させる方法に変更した。その結果いずれの場合も試料液が清澄化し、その後の操作も容易であった。(表3参照)

表3 指針法における前処理条件の検討 (n=3)

改良部分	平均値(g/kg)	変動係数(%)
指針法(ろ液が白濁)	0.0064	3.8
アルカリ量を減少※1	0.0052	2.1
酢酸亜鉛液を増加※2	0.0054	3.8

※1 0.5mol/L 水酸化ナトリウムの添加量を 32mL → 20mL に減少させた(水酸化ナトリウムの全体の濃度(200mL 中)としては 0.08mol/L → 0.05mol/L となる)

※2 (9 → 100)酢酸亜鉛液の添加量を 20mL → 24mL に増加させた(酢酸亜鉛の全体の濃度(200mL 中)としては 0.9% → 1.08% となる)

経日変化については、初回測定時を0日として1週間ごとに未開封のものを測定した。測定値にはほとんど変化はなかった。

まとめ

今回精度管理の検体として選定したボロニアソーセージについては、通知法と指針法での測定値はほぼ同程度であった。しかし、前処理において通知法ではろ過操作がスムーズであったが、指針法ではろ過操作に時間がかかり得られた溶液も白濁することが多かった。加えて同一ロットの検体でありながら、ろ過操作がスムーズにいくものもあり、その挙動は一定とならなかった。

通知法では白濁したものもあったが、検量線範囲に合わせ5倍希釈で測定したため、濁りによる影響を受けないで済んだと思われる。

今回試料としたボロニアソーセージでは、0.5mol/L 水酸化ナトリウムの添加量を減少(32mL → 20mL)させることにより、試験液が清澄化し、その後の操作もしやすかった。

なお、(9→100)酢酸亜鉛液の添加量を増加

(20mL → 24mL)させた場合でも同様の効果が得られたが、浮遊物が多く発生し、メスアップに支障を来した。

亜硝酸根の定量では、試料により前処理困難な場合がある。前処理方法が異なる通知法と指針法にはそれぞれの長所があるため、検体の種類や測定濃度範囲などにより、使い分けしていくのが良いと思われる。

引用文献

- 1)衛乳第 54 号 厚生省生活衛生局長通知：1994/3/17
- 2)食品衛生検査指針 食品添加物編 2003. 142-148. 社団法人 日本食品衛生協会.
- 3)神尾典子. 食品中の発色剤（亜硝酸根）分析における留意点の検討. 第 22 回福島県試験検査技術発表会抄録集. 2002 ; 22 ; 23-24
- 4)千葉美子. 亜硝酸根定量のための試料溶液調製法の検討. 宮城県保健環境センター年報. 2008 ; 26 ; 120-122
- 5)亀井正治. 食品中の亜硝酸根分析における試料溶液調製についての検討. 生活衛生. 2010 ; 54 ; 71-76