

食品中のスズ比色定量法の検討(第2報)  
 —ピロカテコールバイオレットによるスズ比  
 色定量法の魚肉かん詰食品への応用—

Studies on Colorimetric Determination of Tin in Foods  
 —Application of Colorimetry with Pyrocatechol Violet  
 to Determination of Tin in Canned Fish Foods —

平田 睦子 武口 裕 山口 敏幸  
 白石由美子 岸 信夫 青木 襄  
 高杉 信男

Mutsuko Hirata, Yutaka Takeguchi, Toshiyuki Yamaguchi,  
 Yumiko Shiroishi, Nobuo Kishi, Minoru Aoki and  
 Nobuo Takasugi

要旨

リンを多量に含む魚肉かん詰食品中のスズ定量法の検討を行った。

湿式分解後、アルカリ溶解を加えたベンゼン抽出ピロカテコールバイオレット法(以下抽出PV法と略記)が前報<sup>1)</sup>同様優れていた。また、前報<sup>1)</sup>の操作を若干変え、濃縮倍率を4倍とし、市販魚肉かん詰食品に応用したところ、1ppm以下の微量スズでも精度よく定量できた。

1. 緒言

前報<sup>1)</sup>において、リンを多量に含む食品中のスズ定量についての基礎的検討を行い、スズをヨウ化物の形でベンゼンに抽出する抽出PV法が、公定法のサリチリデンアミノ-2-チオフェノール法<sup>2)</sup>(以下SATP法と略記)より優れており、その際、湿式分解時にしばしば生成するスズ-リン不溶性化合物を溶解するために、アルカリ処理を行う必要があることを報告した。

今回我々は、市販魚肉かん詰食品を用い、抽出PV法、SATP法およびそれらにアルカリ溶解を

加えた4法を比較検討し、さらに、これらのうち良好な結果を得たアルカリ溶解抽出PV法により、少数ではあるが実試料分析を行ったので報告する。

2. 実験方法

2-1 試料の調製

かん詰の内容物全量に同量の水を加え、10分間ホモジナイズを行った後、その20gを試験に供した。

2-2 試薬、器具および装置

前報<sup>1)</sup>に準じた。

2-3 操作法

前報<sup>1)</sup>に準じたがそれぞれ若干操作を変え、下記の方法で行った。

2-3-1 湿式分解(常法)

分解液を100mlメスフラスコに移し、試験溶液が10N硫酸濃度となるように、硫酸を25ml加え、水で定容とし試験溶液とした。

2-3-2 アルカリ溶解

アルカリ溶解後の溶液が10N硫酸濃度となるように硫酸を30mlに増し、放冷後、100mlメスフラ

スコに移し、水で定容とし試験溶液とした。

### 2-3-3 抽出PV法

試験溶液を40mlに、抽出ベンゼン採取量を8mlにそれぞれ増し、ベンゼン層を0.8N塩酸で2回(7, 3ml)逆抽出後、発色操作を行い、20mlメスフラスコに移し、水で定容とし吸光度を測定した。

### 2-3-4 モリブデンブルー法

衛生試験法<sup>3)</sup>に準じて測定した。

## 3. 結果および考察

### 3-1 分析精度と回収率

前報<sup>1)</sup>の操作により、市販魚肉かん詰食品中のスズを定量したところ、検出限界値付近のものが多かった。そこで、操作の一部を変え、濃縮倍率を4倍とし、スズ20 $\mu$ g(試料中2ppm相当)を添加したさんま味付かん詰について分析精度と回収率を求めた。その結果は、次のとおりである。

平均値: 3.45ppm(ブランク平均値 1.51ppm, n = 5)

標準偏差: 0.047 (n = 5)

変動係数: 3.1%

平均回収率: 97.0% (n = 5)

これらの値は、魚肉かん詰食品中のスズ定量法としてほぼ満足できるものと思われる。

### 3-2 市販魚肉かん詰食品の各測定法によるスズ回収率の比較

スズ200 $\mu$ gを実試料に添加し、抽出PV法、SATP法およびそれらにアルカリ溶解を加えた4法で3回ずつ測定し、その回収率を比較検討した(表-1)。

#### 3-2-1 常法における抽出PV法とSATP法

抽出PV法の回収率は、34.4~100.5%と極端なバラツキを示した。これは本法では、ほとんどの金属イオンからスズを単離できるにもかかわらず湿式分解時におけるスズ-リン不溶性化合物の生成条件が一定でないための妨害と思われる。一方、SATP法は18.5~82.0%で、抽出PV法同様この不溶性化合物の妨害を受け、また前報<sup>1)</sup>で報告したようなリン(約30mg/10g)の共存による影響とも思われる。

#### 3-2-2 アルカリ溶解を加えた抽出PV法とSATP法

アルカリ溶解によって、スズ-リン不溶性化合物を溶解させた抽出PV法の回収率は、96.0~105.6%と良好な結果であった。またSATP法はリンの妨害をうけ、31.5~112.0%とバラツキがみられた。

以上の結果から湿式分解を行った場合には、アルカリ溶解を行う必要があると考えられる。

表-1 市販魚肉かん詰食品の各測定法による回収率の比較

試料	分解法	n	抽出PV法				SATP法				P ( $\mu$ g/10g)
			ブランク 平均値( $\mu$ g)	測定値( $\mu$ g)	回収率(%)	平均回収 率(%)	ブランク 平均値( $\mu$ g)	測定値( $\mu$ g)	回収率(%)	平均回収 率(%)	
いわし味付	常法	3	5.1	86.6~176.7	40.8~85.8	56.8	23	76~187	26.5~82.0	61.3	27
	アルカリ 溶解	3	18.8	210.9~225.0	96.0~103.1	99.5	nd	122~176	61.0~88.0	78.7	
さば味噌煮	常法	3	30.3	99.1~182.2	34.4~76.0	57.5	34	71~192	18.5~79.0	45.5	22
	アルカリ 溶解	3	39.6	235.3~249.2	97.8~104.8	101.6	25	88~249	31.5~112.0	77.5	
イワシのトマトソース煮	常法	3	nd	140.4~201.0	70.2~100.5	82.3	nd	72~121	36.0~60.5	45.8	28
	アルカリ 溶解	3	nd	195.5~211.2	97.8~105.6	100.9	nd	116~176	58.0~88.0	68.3	

試料10g 相当に 200 $\mu$ g 添加 検出限界 抽出PV法: 0.25ppm SATP法: 2.0ppm

3-3 分析例  
アルカリ溶解を加えた抽出PV法に従い市販魚肉かん詰食品についてスズの定量を行った(表

1-2)。少数例ではあるがバラツキは少なく、実  
試料分析に応用しうると考えられる。

表-2 市販魚肉かん詰食品中のスズ測定結果

品名	n	測定値(ppm)	平均値(ppm)	変動係数(%)	P(mg/10g)
さんま味付	5	1.46 ~ 1.58	1.52	3.9	29
いわし味付	5	0.65 ~ 0.73	0.70	4.5	27
さんま水煮	5	0.95 ~ 1.06	1.01	4.3	22

#### 4. 結 語

市販魚肉かん詰食品中のスズ定量法の検討を行  
った。

1) 湿式分解後にアルカリ溶解の操作を加えた抽出PV法は、添加回収実験において96.0 ~ 105.6%、また5回繰り返し実験による変動係数も3.1%と良好な結果を得たが、SATP法は、31.5 ~ 112.0%と極端なバラツキを示した。

2) 市販魚肉かん詰食品中から検出されたスズ量

は、0.70 ~ 1.96 ppmであった。

#### 5. 文 献

- 1) 武口裕, 鈴木俊一, 平田睦子, 岸信夫, 青木襄, 高杉信男: 札幌市衛研年報(7): 120 (1980).
- 2) 日本薬学会編: "衛生試験法注解", p 40, (1980); 金原出版.
- 3) 同 上 p 66.