

栄養表示基準に係るカルシウムの分析法の問題点について

松木 司 橋本 和久 村上 紀子 佐々木 珠生
松室 信宏 光野 幸一*

はじめに

販売に供する食品に、栄養成分濃度を表示する際には、健康増進法の栄養表示基準に基づき、厚生省の通知による試験方法¹⁾（以下通知法という）により求められた値と表示値との差が、定められた許容誤差範囲になければならない。

当所においては、この通知法¹⁾に準じて、収去品の検査を行っている。

内部精度管理として、通知法¹⁾の一つである原子吸光光度法によりカルシウムの添加回収試験を行い、通知法¹⁾における問題点について検討したので報告する。

方 法

1 添加回収試験(その1)

細断したエノキダケ 2g に、カルシウム 100mg/1 標準液を 2.5ml 添加し、カルシウム濃度として 125 μg/g に調整したものを 5 試料（試料 1~5）、標準液無添加のエノキダケを試料ブランクとして 1 試料、計 6 試料を通知法¹⁾に準じて分析した。分析のフローを図 1 に示す。

塩化ストロンチウム溶液は、干渉抑制剤として使用しており²⁾、その溶液は 1% 塩酸で作成した。

2 塩酸濃度の測定値への影響

カルシウム 5mg/1 溶液を 0.5~3.0% 塩酸溶液で 4 試料作成し、各々のカルシウム濃度を原子吸光光度法で測定した。なお、各試料とも塩化ストロンチウム濃度は 0.5% に調整した。

また、対象としてナトリウム 2mg/1 溶液を 0.5~3.0% 塩酸溶液で 4 試料作成し、原子吸光で測定した。

3 添加回収試験(その2)

時計皿で覆い 30 分間ホットプレートで加温する温度を 100℃ に変更、塩酸濃度を 1% にするため、2 回目の塩酸 (1+1) 添加量を 2.5ml に変更、50ml ポリエチレン製メスフラスコへの洗い込みを本来の水に変更し、添加回収試験を再度初めから行った。

結果と考察

1 添加回収試験(その1)

通知法¹⁾では、時計皿で覆い 30 分間ホットプレートでの加温を 150~200℃ で行うことになっているが、この温度で行ったところ、試料ブランクと試料 1 が突沸後に蒸発乾固したため、この 2 試料は加温を中止し、残りの試料については、100℃ で加温を続けた。この間、これらの試料は還流状態を保持したが、加熱終了時には、液量に、

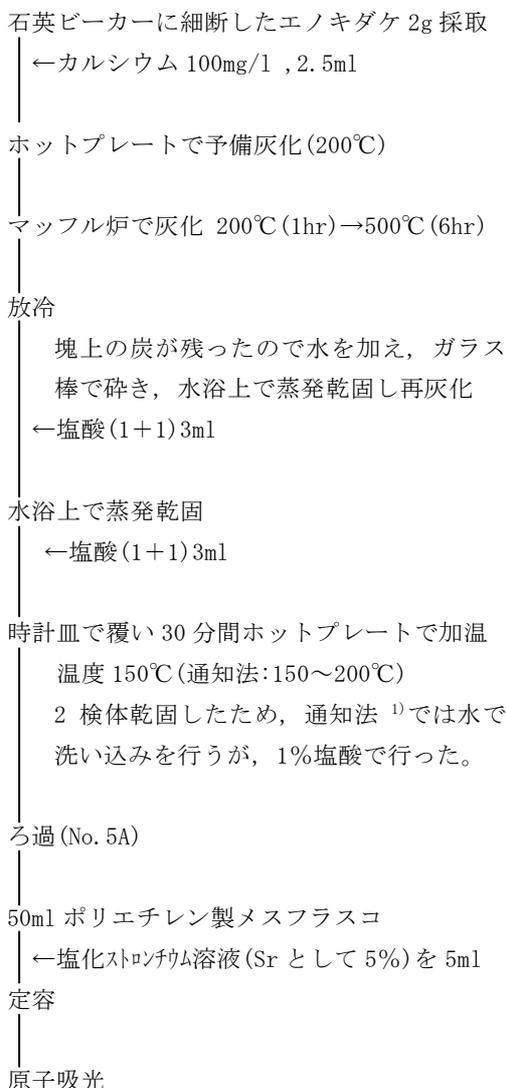


図 1 添加回収試験(その1)フロー

*: 退職

表 1 添加回収試験結果(その 1)

試料番号	1	2	3	4	5
回収率(%)	99.4	74.3	88.2	90.1	80.7
平均回収率	: 86.5%				
変動係数	: 11.0%				

ばらつきがみられた。

また、通知法¹⁾では、水で定容するようになっているが、乾固した 2 試料には塩酸が残存しないため、検量線を 1%塩酸で作成していることから、全ての試料を 1%塩酸で定容した。

5 試料の回収率を表 1 に示す。74.3~99.4%の範囲で、変動係数は 11.0%と大きなばらつきがみられた。

これら 5 試料の塩酸濃度は全て異なっており、確実に塩酸濃度が 1%であるのは、試料 1 のみであり、この試料の回収率が 99.4%と最も 100%に近いことから、塩酸濃度のばらつきが回収率のばらつきの原因として推定された。

2 塩酸濃度の測定値への影響

試料に全ての塩酸が残存したと仮定すると、その濃度は定容時の濃度は約 2%となる。つまりこれら 5 試料の塩酸濃度は、1~2%の範囲にある。

そこで、方法の 2 により測定を行った。その結果を図 2 に示す。

カルシウム 5mg/l 溶液は、塩酸濃度 1%の時に、5.01mg/l の測定値となったが、塩酸濃度が 1%からずれる程、大きく測定値に変動がみられた。

ナトリウム 2mg/l 溶液では、カルシウムと比較して、大きな変動ではないが、塩酸濃度の変動に

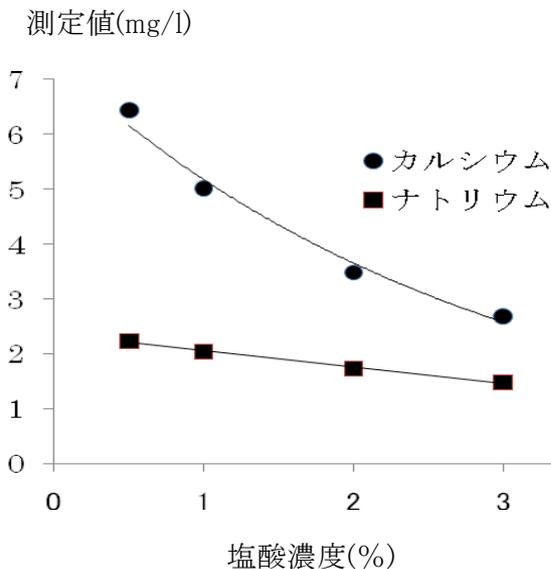


図 2 塩酸濃度の測定値への影響

対して測定値に変動がみられた。

また、試料 1~5 および試料ブランクの残りから各々 20ml 分取し、水浴上で乾固させ、1%塩酸で 20ml に定容することにより塩酸濃度を 1%に合わせた。これらを原子吸光で濃度を測定し、再度回収率を求めたところ、回収率は 93.9%~103%の範囲になり、変動係数も 3.7%と大きく低下した。

これらのことから、回収率のばらつきの原因は、塩酸濃度のばらつきにあると考えられる。

3 添加回収試験(その 2)

結果を表 2 に示す。

回収率は良好な結果となり、変動係数も大きく低下した。

表 2 添加回収試験結果(その 2)

試料番号	1	2	3	4	5
回収率(%)	106	102	104	104	104
平均回収率	: 104%				
変動係数	: 1.3%				

ま と め

以上の実験結果より、時計皿で覆い 30 分間ホットプレートで加温する温度は、通知法¹⁾での 150~200℃では、試料が蒸発乾固するため、100℃で還流状態の加温が適切である。

試料の塩酸濃度は測定結果に大きく影響するため、検量線の塩酸濃度の 1%に合わせる事が重要である。

なお、通知法¹⁾では、定容量は定まっておらず、水で定容後、1%塩酸で希釈およびストロンチウムとして、0.5%溶液となるように調製し、原子吸光で測定することとなっている。しかし、市販の食品にはカルシウム濃度が低濃度であり、50ml 定容で希釈せずに測定できるものもある。また、希釈倍率が低いと、塩酸濃度が 1%から大きくずれる可能性もある。これらのことより通知法¹⁾の希釈原則は必ずしも適切な方法でなく、検討の必要があると思われる。

文 献

- 厚生省: 栄養表示基準における栄養成分等の分析方法等について、平成 11 年 4 月 26 日、衛新第 13 号
- 財団法人日本食品分析センター: 栄養表示のための成分分析のポイント, 104, 2007