ガスクロマトグラフィーによる食品中亜硝酸、 硝酸イオンの同時定量

(昭和 56 年 8 月 24 日受理)

田中章男* 能勢憲英* 岩崎久夫*

Simultaneous Determination of Nitrite and Nitrate in Foods by Gas Liquid Chromatography

Akio TANAKA, Norihide NOSE and Hisao IWASAKI

(Saitama Institute of Public Health: 639-1, Kamiōkubo-higashi, Urawa-shi, Saitama)

A simple and practical method for the simultaneous determinations of nitrite and nitrate in various foods is described. It is based on the formation of tetrazolophthalazine, by the reaction of nitrite and hydrazine in an acidic medium (pH 1.0~3.0) at 70°C for 10 min, and the formation of 4-nitro-2-*sec*-butylphenol, by the reaction of nitrate and 2-*sec*-butylphenol in aqueous (5+7) sulfuric acid at room temperature for 15 min and subsequent pentafluorobenzoylation to form the pentafluorobenzyl ester of 4-nitro-2-*sec*-butylphenol in the alkaline range. The two products were simultaneously analyzed by means of gas liquid chromatography with a flame-ionization detector and a column of 5% OV-17 on Chromosorb W, HP; the detection limits are 0.05 µg/ml for nitrite and 0.10 µg/ml for nitrate.

For the determinations of nitrite and nitrate in foods, clean-up of crude extracts by florisil column chromatography and by addition of silver sulfate allows the satisfactory elimination of interfering compounds. The recoveries from several foods were 95.1~98.1 for nitrite and 95.7~98.3 for nitrate, and the standard deviations for the whole procedure (28 determinations) were 1.1% for nitrite and 1.0% for nitrate.

(Received August 24, 1981)

Key words: 同時定量 simultaneous determination; 亜硝酸 nitrite; 硝酸 nitrate; ヒドラジン hydrazine; 2-*sec*-ブチルフェノール 2-*sec*-butylphenol; ガスクロマトグラフィー gas liquid chromatography

食品中の亜硝酸塩、硝酸塩は両者ともニトロソアミンの生成に関連して大きな関心がもたれている。食品中の亜硝酸、硝酸の同時定量法としては、カドミウムカラムを使用する比色法^{1),2)}、ガスクロマトグラフィー (GC) 法^{3),4)}、高速液体クロマトグラフィー (HPLC) 法⁵⁾がある。比色法は呈色が鋭敏なため野菜などの硝酸イオンを多量に含む試料の測定には必ずしも適しているとはいえない。又、GC 法は、硝酸は直接ニトロ化反応させて測定するが、亜硝酸は硝酸に酸化してからニトロ化反応させる間接的な方法でしかも蒸留操作が必要なため煩雑⁶⁾である。一方、HPLC 法は紫外外部吸収域が亜硝酸、

硝酸ともあまり差がないのでどちらかが高濃度の場合同時に測定することは困難と思われる。著者らは、亜硝酸、硝酸をそれぞれ特異的に反応させ、同時に測定する方法を検討した。すなわち、亜硝酸は前報⁶⁾に従いヒドラジンを使用しテトラゾロフタラジンを生成させる。硝酸は 2-*sec*-ブチルフェノール (2-SBP) と定量的にニトロ化反応することを見だし、生成物をペンタフルオロベンゾイルクロライド (PFB-Cl) でエステル化した後、両者を GC で同時測定したところ良好な結果が得られたので報告する。

* 埼玉県衛生研究所：埼玉県浦和市上大久保東 639-1

実験方法

1. 試料

肉及び魚肉製品、生野菜及び加工品はいずれも市販品を用いた。

2. 試料及び装置

亜硝酸性窒素標準溶液：乾燥した亜硝酸ナトリウム（試薬特級）0.493 g を精秤し蒸留水に溶解して 1000 ml とし、原液とした。次に原液 10 ml をとり、水を加えて 1000 ml とし標準溶液とする。亜硝酸性窒素標準溶液 1 ml = 0.01 mg $\text{NO}_2\text{-N}$ 。

硝酸性窒素標準溶液：乾燥した硝酸カリウム（試薬特級）0.722 g を精秤し蒸留水に溶解して 1000 ml とし、原液とした。次に原液 10 ml をとり、水を加えて 100 ml とし標準溶液とする。硝酸性窒素標準溶液 1 ml = 0.01 mg $\text{NO}_3\text{-N}$ 。

5% 2-SBP アルコール溶液：2-SBP 0.5 g をエタノール 10 ml に溶解する。（用時調製）

PFB-Cl 試薬（アルドリッチ社製）

5% 硫酸銀溶液：堀尾ら⁷⁾の方法により調製した。

活性フロリジル：フロリジル（100～200 メッシュ、和光純薬工業（株）製）を 130° で 10 時間活性化して用いた。

GC 用充填剤：5% OV-17（クロモソルブ W, HP, 80～100 メッシュ、日本クロマト工業（株）製）を用いた。

GC：（株）島津製作所製 GC-5A 型（FID 検出器付）

ガスクロマトグラフ質量分析計（GC-MS）：（株）島津製作所製 LKB-9000 型

核磁気共鳴（NMR）：Varian 社製 EM-60 型

3. 試料溶液の調製

細切試料 5～10 g をピーカーに精秤し、これに約 80° の温湯を適量加え 100 ml のメスフラスコに移し、容器を温湯で数回洗ってフラスコに加える。このときフラスコの液量は約 70 ml とする。これに 1 N 水酸化ナトリウム溶液 2.5 ml を加えてよく振り混ぜた後、12% 硫酸亜鉛溶液 5 ml を加えときどき振り混ぜながら 80° の水浴上で 20 分間加熱する。（野菜及び加工品については蒸留水 70 ml を加えて 80° で 60 分間加温抽出した）。次いで冷水中で室温となるまで冷却した後、蒸留水を加えて全量を 100 ml とする。内容をよく混和した後、ろ過し、最初のろ液 10 ml を捨て以後の透明な液を試料溶液とする。

4. 定量操作

1) 亜硝酸の測定は試料溶液 20 ml を正確に 50 ml の遠心管に取り、以下前報⁶⁾に従いヒドララジンと反応させテトラゾプロフタラジンとし、塩化ナトリウム 10 g を加えエチルエーテル 10 ml で 2 回抽出した。抽出液は 40° の水浴上で溶媒を揮散させた。

2) 硝酸の測定は試料溶液（肉及び魚肉製品は 4 ml、生野菜及びその加工品は 1 ml）を 25 ml の共栓試験管

に分取し、5% 硫酸銀溶液 1 ml を加え水で全量を 5 ml とした後、冷水で冷却しながら静かに濃硫酸 7 ml を加え混和し、冷却後、5% 2-SBP アルコール溶液 0.1 ml を加え、栓をして混和する。室温で 15 分間反応後、50 ml の分液漏斗に移し、トルエン 10 ml を加え 5 分間振とうする。分離したトルエン層を水 10 ml で 2 回洗浄する。

2) で得られたトルエンを 1) の残渣に加えて溶解し、あらかじめヘキサンで湿潤したフロリジルカラム（内径 1 cm × 長さ 30 cm、下端にガラスウールを軽く詰めて、5 cm のフロリジル層の上層に 1 cm の無水硫酸ナトリウムをのせたもの）に注ぎ、3 ml/min の速度で溶出させる。更にトルエン 10 ml、次いでヘキサン 80 ml を注加し、ヘキサンの流出が終わった後アセトン 7 ml を加え初めの溶出液 2 ml を捨て次の 5 ml を試験管にとり、50° の水浴上で窒素ガスを通じながら溶媒を揮散させる。残渣に 5% 炭酸ナトリウム溶液 10 ml 及び PFB-Cl 20 μl を加えて 1 分間振とう後、50 ml の分液漏斗に移し、試験管を 10 ml のジクロロメタンで洗浄し分液漏斗に加え、1 分間振とう分離する。ジクロロメタン層を 25 ml の共栓試験管に移し、50° の水浴上で窒素ガスを通じながら 1 ml に濃縮し、これに無水硫酸ナトリウムを加えて脱水後、その 3 μl を用い GC 定量する。別に亜硝酸性窒素標準溶液 0.1～2.0 ml 及び硝酸性窒素標準溶液の 0.1～0.8 ml をそれぞれ試験溶液の場合と同様に操作して検量線を作成する。

実験結果及び考察

1. 亜硝酸の定量条件

前報⁶⁾ではテトラゾプロフタラジン生成後、抽出液としてトルエンを使用した。トルエンとエチルエーテルは抽出率に差はないものの 4. 1) で溶媒を揮散させる際、トルエンよりエチルエーテルの方が早く揮散するため本法ではエチルエーテルを使用した。又、食塩は 10 g 加えた方が遠心分離の際、分離が良好であったので、食塩の量は 10 g とした。又、抽出して溶媒を揮散させた以後の操作は、硝酸反応抽出液と合し、共存下でフロリジルカラムを行った。この操作でテトラゾプロフタラジンの損失はなかった。

2. 硝酸の定量条件

1) 硫酸濃度

硝酸と 2-SBP のニトロ化反応における硫酸濃度を定めるために、硝酸性窒素標準溶液 0.8 ml 及び 5% 硫酸銀溶液 1 ml を試験管にとり、これを減圧蒸発乾固し残渣に硫酸濃度として 20～95% の溶液 12 ml、2-SBP アルコール溶液 0.1 ml を加え、室温で 15 分間ときどき振とうして反応させた。Fig. 1 のように硫酸濃度約 55～80% 範囲で一定のニトロ化が行われ、以後は硫酸濃度が濃くなるに従い生成率は減少した。試料を分析する際の硫酸濃度は薄い方が良いので約 57 v/v% の硫酸濃度

Fig. 1. Optimum concentration of sulfuric acid for the nitration of 2-SBP

Fig. 2. Effect of amount of 2-SBP on the nitration

でニトロ化反応を行うこととした。試料溶液 4 ml に 5% 硫酸銀溶液 1 ml 及び濃硫酸 7 ml を加えることで約 57 v/v% の濃度が得られた。

2) 2-SBP の添加量

2-SBP の添加量を定めるために、硝酸性窒素標準溶液 0.8 ml, 5% 硫酸銀溶液 1 ml を加え、水で全量 5 ml とし、7 ml の濃硫酸を加えた後、2-SBP をアルコールで 10~250 mg/ml にした溶液を 0.1 ml ずつ加え 1) と同様に反応させた。Fig. 2 のように 2-SBP 2 mg 以上で反応は一定となったため、試料を分析する際は過剰と思われる 5 mg を適当な添加量とした。なお、2-SBP の添加を容易、かつ正確に行うためと、反応液中への分散混和をし易くするため溶媒としてエタノール又はアセトンが適当と思われたが、アセトンを溶媒とした場合は反応率が悪くなるのでエタノールを使用した。ただし、エタノールの量もできるだけ少量が望ましいと思われるので、5% 2-SBP アルコール溶液 0.1 ml を添加量とした。

3) 反応時間および温度

2-SBP のニトロ化反応時間を検討するため、硝酸性窒素標準溶液 0.8 ml, 5% 硫酸銀溶液及び 5% 2-SBP ア

Table 1. Effect of Reaction Time on the Nitration of 2-SBP

Time (min)	1	3	5	10	15	30	60
Relative peak height (%)	75	98	99.5	100	100	100	100

Fig. 3. Effect of temperature on the nitration of 2-SBP

ルコール溶液 0.1 ml を加え室温で 1~60 分間反応させた。この結果を Table 1 に示した。

又、反応温度の検討は同様の条件で温度を 0~100° とし、15 分間反応を行った。この結果を Fig. 3 に示した。Table 1, Fig. 3 より反応は短時間で終了し、また温度は 80° 以上で反応が低下したため、試料の場合は室温で 15 分間を反応条件とした。

4) PFB 化の検討

2-SBP のニトロ化反応生成物について種々 GC カラムで検討したが、ピークがテーリングし検量線の直線性が得られなかったため、感度及び直線性を得るため、OH 基の PFB-Cl によるエステル化を行った。2-SBP と硝酸を 1)~3) の反応生成物についてトルエンで抽出後、5% 炭酸ナトリウム溶液 10 ml で逆抽出し、これに PFB-Cl 1~100 μ l を加えて 1 分間振とうして反応後、ジクロロメタン 10 ml で抽出し、1 ml に濃縮後、GC 測定を行った。Fig. 4 のように PFB-Cl 5 μ l 以上で反応は一定となったので、試料の分析には過剰量の 20 μ l を使用した。

又、PFB-Cl の反応温度及び反応時間については、温度は関係なく反応時間も速やかであるため、室温で 1 分間振とうして反応させた。次に、PFB-Cl でエステル化する際の炭酸ナトリウム濃度について検討した。0.5~10% の濃度でエステル化を検討したところ Fig. 5 のようになり、2~7.5% の範囲で一定となるため、試料の分析には 5% 炭酸ナトリウム溶液 10 ml を使用した。

3. 抽出溶媒とクリーンアップ

2-SBP と硝酸の反応生成物の抽出溶媒としてベンゼ

Fig. 4. Effect of amount of PFB-Cl on the formation of PFB ester of the nitro compound of 2-SBP

Fig. 5. Effect of sodium carbonate concentration on the pentafluorobenzoylation

Table 2. Recovery of Tetrazolophthalazine and the Nitro Compound of 2-SBP from the Florisil Column Chromatography

Volume of eluate (ml)	Average recovery (%) [*]	
	Tetrazolophthalazine	The Nitro compound of 2-SBP
1	1.9	12.4
2	54.9	61.8
3	93.0	99.6
4	98.2	100.0
5	100.0	100.0

^{*} Average of 4 trials

ン、トルエン、キシレン、ヘキサン、クロロホルム及びジクロロメタンについて検討したが、ヘキサン以外は抽出率 95% 以上を示し、特にトルエンが以後の操作上便利のためトルエンを使用した。次に、上記ニトロ化生成物を 2, 4) により PFB 化したものについて上記抽出溶媒で検討した結果、いずれの場合においても抽出率に差

はなく、又、テトラゾロフタラジンについても上記溶媒を検討したところヘキサン以外は抽出率は良好であった。従って、以後の操作ではジクロロメタンを使用した。クリーンアップは前報ではアルミナカラムを使用した。2-SBP のニトロ化生成物はアルミナへの吸着が強くアセトン、メタノールでも溶出しなため、本法ではフロリジルカラムを検討した。主として肉製品より油成分と思われる種々の妨害ピークが GC 測定時に出現したが、トルエン 10 ml、ヘキサン 80 ml で洗浄することによりこれら妨害ピークは除去された。この段階でのテトラゾロフタラジン及び 2-SBP のニトロ化生成物の溶出による損失はなく、次にアセトン 5 ml により両者とも完全に溶出することができた。この結果を Table 2 に示す。

4. GC による定量条件

GC の液相として OV-17, SE-30, QF-1, XE-60, OV-225 及び PEG-20 M などを検討した。この結果、前報⁶⁾ではテトラゾロフタラジンについては OV-225, PEG-20 M が感度は良好であったが、2-SBP の PFB エステル化生成物は感度は悪かった。又、OV-17 以外の液相は両者の保持時間にあまり差がなく分離が悪かった。そのため、OV-17 を液相として使用した。カラムの長さについて検討したところ 1.5 m が良好であった。この結果は Fig. 6 に示す。

Fig. 6. Gas chromatogram of PFB ester of the nitro compound of 2-SBP (A) and tetrazolophthalazine (B)

GC model, Shimadzu GC-5A1FF type (FID); column, 5% OV-17 Chromosorb W (HP, 80~100 mesh), 1.5 m × 3 mm; temp., 250°C; N₂ flow rate, 80 ml/min; sense, 10³ MΩ × 0.16 V

Fig. 7. Calibration curves for $\text{NO}_2\text{-N}$ (A) and $\text{NO}_3\text{-N}$ (B)

この条件を用い、実際に Table 4 に示した試料について試験を行った。その結果、いずれも 2-SBP のニトロ化生成物の PFB エステル化体及びテトラゾロフタラジンの保持時間 (4.2 分及び 7 分) を妨害するピークは出現しなかった。又、空試験として、上記試料に 2-SBP 及びヒドララジンを添加しないものについては、いずれも相当する保持時間に出現するピークはなかった。又、検量線は亜硝酸性窒素標準溶液を 0.1~2.0 ml, 硝酸性窒素標準溶液 0.1~0.8 ml とり、既に述べた方法により得られたピーク高を測定し、Fig. 7 に示した検量線を得た。

Fig. 7 より、両者とも原点を通り、直線性を示し、本法の定量限度は亜硝酸性窒素 $0.05 \mu\text{g/ml}$ 、硝酸性窒素 $0.5 \mu\text{g/ml}$ であった。

5. 妨害物質の影響

試料中に共存すると思われるパラオキシ安息香酸ブチル、安息香酸、ソルビン酸、ブチルヒドロキシアニソール、ジブチルヒドロキシルエンなどの添加物について検討した。又、野菜中に存在している有機酸として、乳酸、シュウ酸、クエン酸、酒石酸、アスコルビン酸について検討した。亜硝酸、硝酸性窒素標準溶液をそれぞれ 2.0 ml, 0.8 ml とり、添加物 50, 100 μg 、有機酸 0.5, 1 mg を加えて 4. に準じて測定した結果、テトラゾロフタラジン、2-SBP のニトロ化生成物の PFB エステル化体の保持時間に相当する部分にはピークは出現せず、測定上影響がないことがわかった。しかし、乳酸 1 mg の添加では硝酸の回収率が若干の低下を示した。又、亜硝酸測定に対する硝酸の妨害は前報⁹⁾ でないことが判明しているが、硝酸を測定する際の亜硝酸の影響については以下のように検討した。硝酸性窒素標準溶液を 0.8 ml をとり、亜硝酸性窒素 50, 100 μg を加えて 4. に準じて測定した。以上の結果を Table 3 に示した。

又、ニトロ化反応における塩素イオンの影響は、堀尾ら⁷⁾ の報告のように 5% 硫酸銀溶液を 1 ml 加えることにより塩素イオンの妨害を除去することができた。本法は試験溶液が従来法よりは少量で済むため、この量の硫酸銀の添加量で十分であった。一方、亜硝酸測定におけるテトラゾロフタラジン生成の際は塩素イオンの影響はなかった。又、除タンパク剤としての 12% 硫酸亜鉛溶液はいずれの測定にも影響しない。

6. 食品中亚硝酸、硝酸の定量と測定精度

各種食品中亚硝酸、硝酸の定量と添加回収実験を 4. に準じて行った結果を Table 4 に示す。

なお、測定値は 4 回の繰返し定量を行った値である。この結果、亜硝酸の平均回収率は 96.7%、硝酸の平均回収率は 97.2% であり、測定値の標準偏差は亜硝酸で 1.1%、硝酸で 1.0% であった。本法と比色法²⁾ 及び GC 法³⁾ との比較を、数種市販加工肉製品について行ったところ、Table 5 のような結果を得た。本法と GC 法は一致したが、比色法は Toyoda ら³⁾ の報告に見られるように魚肉加工製品において低い値を示した。

7. 反応生成物の同定

2-SBP と硝酸の反応生成物を同定するために、0.5 g の硝酸カリウムと 2-SBP の 0.74 g を室温で 15 分間約 57% 硫酸溶液中で反応後、トルエンで抽出し、フロリジルカラムで未反応物を除去し、アセトンで溶出後生成物を *n*-ヘキサンを展開溶媒として薄層クロマトグラフィー (シリカゲル, Merck 社製) を行った後、 $R_f=0.21$ の黄色のスポットを分取し、これをメタノールで溶出後、溶媒を留去し、残渣について GC-MS 及び NMR を用いて測定をしたところ GC-MS については Fig. 8 のように m/e 195 に、ニトロ基 1 個付加したものに相当するスペクトルが得られた。

また、Fig. 9 の NMR スペクトルで、 $\delta=6.6\sim 6.9$

Table 3. Influence of Various Interferences on the Determinations of Nitrite and Nitrate by Gas Liquid Chromatography

Interference	Added amount in 20 μ g of NO ₂ -N and 20 μ g of NO ₃ -N (μ g)	Recovery (%)	
		NO ₂ -N	NO ₃ -N
Sorbic acid	50	100.0	100.0
	100	99.7	100.0
Benzoic acid	50	100.0	100.0
	100	100.0	99.4
Butyl <i>p</i> -hydroxybenzoate	50	99.6	100.0
	100	99.1	99.2
Butyl hydroxy anisole	50	91.3	100.0
	100	96.8	98.9
Dibutyl hydroxy toluene	50	99.1	100.0
	100	98.0	99.0
Lactic acid	500	100.0	99.2
	1000	99.7	97.8
Tartaric acid	500	100.0	100.0
	1000	100.0	100.0
Ascorbic acid	500	99.4	98.6
	1000	98.2	97.0
Citric acid	500	100.0	99.5
	1000	100.0	98.3
Oxalic acid	500	100.0	99.1
	1000	99.6	98.0
Sodium nitrite	50	—	98.8
	100	—	93.5
Potassium nitrate	50	100.0	—
	100	99.6	—

Table 4. Recoveries of Nitrite and Nitrate from Several Foods

Sample	NO ₂ -N			NO ₃ -N		
	Added (ppm)	Found (ppm)*	Recovery (%)	Added (ppm)	Found (ppm)*	Recovery (%)
Ham	0	11.3	—	0	8.3	—
	10	20.5	96.1	10	17.9	98.3
Salami sausage	0	3.6	—	0	10.4	—
	10	13.0	95.7	10	19.7	96.6
Corned beef (canned)	0	2.1	—	0	1.1	—
	10	11.5	95.1	10	10.8	97.4
Carrot	0	0	—	0	44.0	—
	5	4.87	97.4	50	91.1	96.9
Lettuce	0	0	—	0	92.0	—
	5	4.91	98.1	50	135.9	95.7
Cucumber	0	0	—	0	13.2	—
	5	4.48	96.8	50	61.4	97.1
Asparagus white (canned)	0	0.80	—	0	1.2	—
	5	5.67	97.8	50	50.4	98.5
Mean value			96.7			97.2
Standard deviation			1.1			1.0

* Average of 4 trials

Table 5. Results of Nitrite and Nitrate Determinations in Meat Products by Various Methods

Sample	Method 1*		Method 2*		Method 3*	
	NO ₂ -N (μ g)	NO ₃ -N	NO ₂ -N (μ g)	NO ₃ -N	NO ₂ -N (μ g)	NO ₃ -N
Salami sausage	1.37	15.0	1.40	11.0	1.20	14.5
Pork sausage	1.50	6.6	1.70	5.3	1.63	6.9
Fish sausage	0.81	7.6	0.90	3.5	0.85	8.4
Pressed ham	13.2	6.1	13.8	6.3	14.2	5.6
Fish ham	0.90	10.0	0.81	5.2	0.80	11.3
Pollack roe	0.32	5.8	0.31	5.7	0.29	5.7

* Method 1; Proposed method Method 2; Cadmium column method
 Method 3; Gas chromatographic method using 2,4-xylenol

Fig. 8. Mass spectrum of the nitro compound of 2-SPB

Operating conditions: column, OV-17 on Chromosorb W HP (80~100 mesh) 1.5 m×3 mm i. d. glass tube; column temp., 180°C; separator temp., 250°C; electron energy, 70 eV; accelerating voltage, 3.5 keV; trap current, 60 μ A

Fig. 9. N.M.R. spectrum of the nitro compound of 2-SBP in d₆-dimethyl sulfoxide at 60 MHz

(Multiplet; 2 H), $\delta=7.7\sim 8.0$ (Singlet; 1 H) より各々 C-5 及び C-6 のプロトン, C-3 のプロトンのシグナルが出現し, C-4 のシグナルが出現していないところから, 2-SBP のニトロ化生成物は, 4-ニトロ-2-SBP と

推定した. この生成体について 4. に従って PFB-Cl を反応させたものについて GC を行ったところ保持時間 (4.2 分) が一致した.

8. 結 論

以上の結果から本法は、

(1) 亜硝酸は前報⁹⁾のようにヒドララジンと反応させ、テトラゾロプロピジンとし、一方硝酸は 2-SBP とニトロ化反応を行い、その後の操作は共存下で行うので、従来のように亜硝酸、硝酸を別々に測定することなく、同時に特異性をもって測定できた。

(2) フロリジルカラムを使用して、食品由来と思われる妨害物は除去できた。

(3) パラオキシ安息香酸ブチル、安息香酸、ソルビン酸、ブチルヒドロキシアニリール、ジブチルヒドロキシトルエン、乳酸、シュウ酸、酒石酸、クエン酸、アスコルビン酸は GC 測定上妨害ピークとして出現せず、かつ再現性の良い測定値が得られた。一方、除タンパク剤の硫酸亜鉛も影響を与えなかった。

(4) 2-SBP と硫酸の反応生成物は、GC-MS 及び NMR 測定により、4-ニトロ-2-SBP と推定された。

この結果、本法は満足すべき回収率であり、又、他の

GC 法と比べてみても測定値はほぼ一致し食品中亜硝酸、硝酸イオン同時定量の日常試験法として用い得る方法と考える。

文 献

- 1) Assoc. Offic. Anal. Chem., 12th Ed. p. 132 (1975).
- 2) 原田基夫: 食品衛生研究, **26**, 1020~1034 (1976).
- 3) Toyoda, M., Suzuki, H., Ito, Y., Iwaida, M.: J. Assoc. Offic. Anal. Chem., **60**, 1137~1141 (1970).
- 4) Wu, W. S., Peter, W. S.: *ibid.*, **60**, 1137~1141 (1977).
- 5) 寺田久屋, 石原利克, 坂部美雄: 衛生化学, **26**, 136~139 (1980).
- 6) 田中章男, 能勢憲英, 渡辺昭宣: 食衛誌, **22**, 14~21 (1981).
- 7) 堀尾嘉友, 杉浦由記子: 同上, **20**, 418~424 (1979).