

3) 亜酸化窒素における3年間の含量経時変化

亜酸化窒素の保存には、使用目的に合わせて、鉄又はアルミ容器が一般的に用いられているので、亜酸化窒素を鉄又はアルミ容器中で、3年間室温保存したときの含量の変化を調べた(27)。測定は第10改正日本薬局方の亜酸化窒素・定量法に基づいているが、第10改正日本薬局方と第14改正日本薬局方の亜酸化窒素・定量法では、カラム温度、カラムの選定、試験の再現性等若干の違いはあるが、両方法ともガスクロマトグラフ法による。

① 鉄容器保存

亜酸化窒素を鉄容器中で室温保存し含量を経時的に測定した。

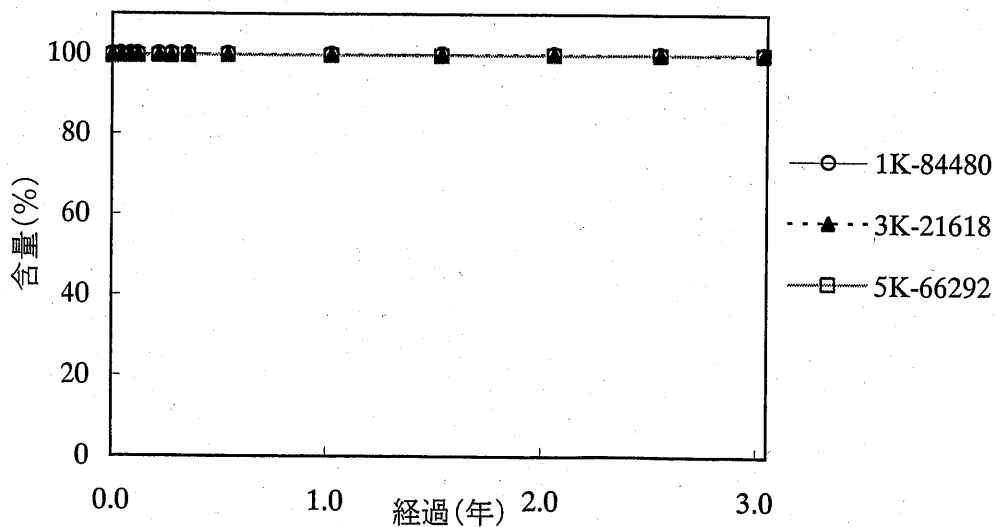
ロット間平均含量は製造時(0日)で99.73(±0.36)%、3年後(1107日後)で99.89(±0.09)%となり、亜酸化窒素含量は3年間でほとんど変化しなかった。

以上より、亜酸化窒素は鉄容器中で少なくとも3年間は安定である。

結果：

(単位：%)

経過 Lot.No	(日) (年)	0	14	31	43	79	100	129	197	374	561	751	932	1107
		0.0	0.0	0.1	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	1.0	1.5	2.1	2.6	3.0
1K-84480	平均値	99.93	99.97	99.96	99.95	99.95	99.96	99.97	99.95	99.95	99.97	99.97	99.98	99.97
	(S.D.)	(0.01)	(0.00)	(0.01)	(0.01)	(0.03)	(0.02)	(0.00)	(0.01)	(0.01)	(0.01)	(0.01)	(0.00)	(0.01)
3K-21618	平均値	99.94	99.54	99.57	99.63	99.64	99.60	99.73	99.78	99.73	99.78	99.84	99.83	99.80
	(S.D.)	(0.02)	(0.01)	(0.01)	(0.01)	(0.02)	(0.08)	(0.04)	(0.00)	(0.01)	(0.00)	(0.02)	(0.01)	(0.03)
5K-66292	平均値	99.31	99.39	99.42	99.52	99.59	99.59	99.62	99.69	99.63	99.56	99.78	99.85	99.91
	(S.D.)	(0.03)	(0.04)	(0.03)	(0.00)	(0.01)	(0.01)	(0.03)	(0.01)	(0.01)	(0.13)	(0.05)	(0.03)	(0.07)
ロット間	平均値	99.73	99.63	99.65	99.70	99.73	99.72	99.77	99.81	99.77	99.77	99.86	99.89	99.89
	(S.D.)	(0.36)	(0.30)	(0.28)	(0.22)	(0.20)	(0.21)	(0.18)	(0.13)	(0.16)	(0.21)	(0.10)	(0.08)	(0.09)



鉄容器に保存した亜酸化窒素における3年間含量経時変化(%)

② アルミ容器保存

亜酸化窒素をアルミ容器中で室温保存し含量を経時的に測定した。

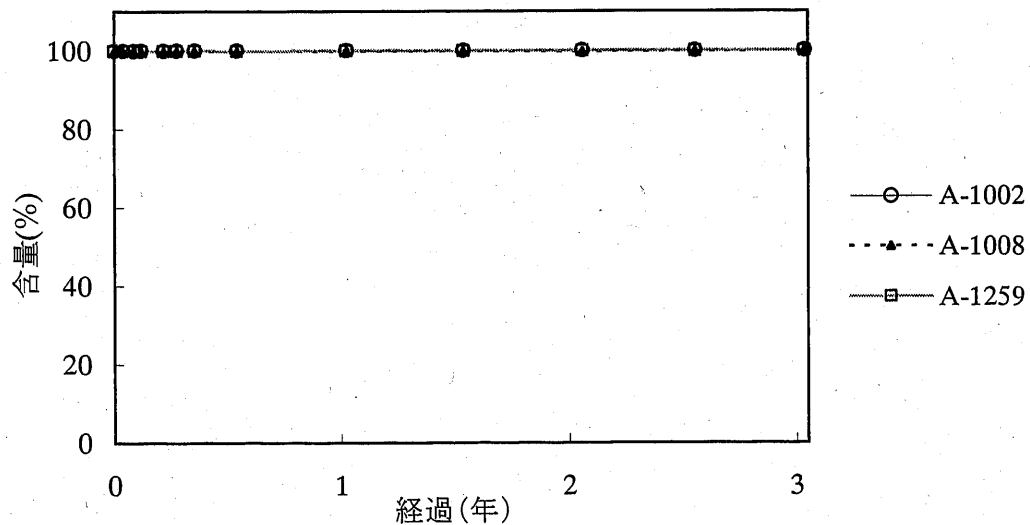
ロット間平均含量は製造時（0日）で99.88（±0.07）%、3年後（1107日後）で99.98（±0.01）%となり、亜酸化窒素含量は3年間でほとんど変化しなかった。

以上のことより、亜酸化窒素はアルミ容器中で少なくとも3年間は安定である。

結果：

(単位：%)

Lot.No	経過	(日)	0	14	31	43	79	100	129	197	374	561	751	932	1107
	(年)	0.0	0.0	0.1	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	1.0	1.5	2.1	2.6	3.0	
A-1002	平均値 (S.D.)	99.92 (0.00)	99.94 (0.01)	99.94 (0.01)	99.97 (0.01)	99.90 (0.01)	99.97 (0.00)	99.98 (0.01)	99.98 (0.00)	99.98 (0.00)	99.98 (0.01)	99.98 (0.00)	99.98 (0.01)	99.98 (0.01)	
A-1008	平均値 (S.D.)	99.80 (0.00)	99.83 (0.00)	99.84 (0.01)	99.86 (0.02)	99.85 (0.03)	99.95 (0.03)	99.93 (0.01)	99.92 (0.00)	99.94 (0.00)	99.95 (0.00)	99.77 (0.04)	99.95 (0.00)	99.97 (0.00)	
A-1259	平均値 (S.D.)	99.93 (0.04)	99.94 (0.01)	99.94 (0.01)	99.95 (0.01)	99.95 (0.01)	99.97 (0.00)	99.97 (0.00)	99.95 (0.00)	99.97 (0.00)	99.98 (0.01)	99.99 (0.01)	99.97 (0.01)	99.98 (0.01)	
ロット間	平均値 (S.D.)	99.88 (0.07)	99.90 (0.06)	99.91 (0.06)	99.93 (0.06)	99.90 (0.05)	99.96 (0.01)	99.96 (0.03)	99.95 (0.03)	99.96 (0.02)	99.97 (0.02)	99.91 (0.12)	99.97 (0.02)	99.98 (0.01)	



アルミ容器に保存した亜酸化窒素における3年間含量経時変化(%)

③ 結論

亜酸化窒素を鉄及びアルミ容器中で室温保存し含量を測定した。その結果、鉄及びアルミ容器中の製造時の含量はそれぞれ99.73（±0.36）%、99.98（±0.07）%で、3年後の含量はそれぞれ99.89（±0.09）%、99.98（±0.01）%であった。

以上のことより、亜酸化窒素は一般に使用されている鉄及びアルミ容器中で少なくとも3年間は全く変化がなく安定である。

(12) 食品中の亜酸化窒素の分析法

ホイップクリーム中の亜酸化窒素量を測定した報告は少なく、生クリーム中の亜酸化窒素をバーナーの炎に作用させることで検出可能な亜硝酸にして、アゾ染料の生成に基づく反応により検出する方法は報告されているが(28)、この方法は定性分析法である。ホイップクリーム中の亜酸化窒素を直接定量することはきわめて困難であることから、ホイップクリーム吐出後の亜酸化窒素の空気中への放出量の分析方法を以下に示した。

ホイップクリームを缶から吐出する際にクリームと一緒に缶から放出される亜酸化窒素には、①ホイップクリームを吐出した際、瞬時に大気に放出される亜酸化窒素(拡散 N_2O)、②吐出されたホイップクリーム中に含有され、徐々に大気中に放出される亜酸化窒素(泡中 N_2O)、③ホイップクリーム中に溶解している亜酸化窒素(溶解 N_2O)の3種類があると考えられる。クリームに残存する溶解亜酸化窒素(溶解 N_2O)は放出量(拡散 N_2O と泡中 N_2O の総計)に比べ含量が少ない及び定量が困難であることより文献値から推定した。

食品中の亜酸化窒素量は、実測放出量(拡散 N_2O と泡中 N_2O)とクリームへの溶解度(溶解 N_2O)から算出される濃度の和とする。

1) 密封容器中ホイップクリームのガスクロマトグラフィーによる亜酸化窒素放出量分析⁽²⁹⁾

密封容器中ホイップクリームをバイアル瓶に吐出し、ヘッドスペースガス中の亜酸化窒素量をガスクロマトグラフィーで測定することにより、ホイップクリーム中からの亜酸化窒素の放出量(拡散 N_2O と泡中 N_2O の総計)を定量することができる。吐出後の経過時間と試料採取バイアル瓶容量を変えて亜酸化窒素放出量を測定し、分析条件を検討した。

使用したホイップクリームのロット番号及び製造年月日は、以下に示すとおりである。

試料明細

試料	商品名	Lot.No	賞味期限	製造年月日*
1	Reddi wip EXTRA CREAMY Ultra-Pasteurized Sweetened Whipped Heavy Cream	2191149AB	2001.11.25	2001.05.26
2		2191115BA	2001.10.25	2001.04.26

* 製造年月日は容器に記載されていないが、賞味期間が6ヶ月であることから推定した。

① ホイップクリーム吐出後の経過時間と亜酸化窒素放出量の関係

ア. 目的

吐出されたホイップクリームの亜酸化窒素放出量が測定用密封容器中のヘッドスペース内で一定になるまでの経過時間を検討する。

イ. 方法

ホイップクリーム缶が室温になるまで放置し、十分に内容物を混和した後、密封容器中のホイップクリーム約 1 g を容量 21.3 ml のバイアルに吐出し、直ちにラバーセプタムで密封する。1 分後、ガスタイトシリンジでヘッドスペースを 30 μ l 採取し、ガスクロマトグラフに注入し、ヘッドスペース中の亜酸化窒素容積パーセント濃度 (v/v%) を絶対検量線法により求める。別のバイアルにクリームを吐出し、同様にそれぞれ 5、10、15、20 分後のヘッドスペース中の亜酸化窒素容積パーセント濃度 (v/v%) を求める。

検量線は、亜酸化窒素標準ガスを用いて、任意の濃度の N₂O/Air 混合ガスを調製して作成する。

検量線より求まるヘッドスペースガス中の亜酸化窒素容積パーセント濃度 (v/v%) から、理想気体の状態方程式 $PV=nRT$ を用いて、亜酸化窒素重量を算出する (実験条件: 常圧、24°C)。結果は、試料 1 g 当たりの亜酸化窒素放出量 (mg) に換算する。

操作条件

検出器: 熱伝導検出器 (200°C)

カラム: Chrompack 社製 PoraPLOT Q

内径 0.53mm、長さ 25 m、膜厚 20 μ m

キャリアーガス: ヘリウム

カラム温度: 40°C 一定

注入口温度: 250°C

ウ. 結果

試料 1:

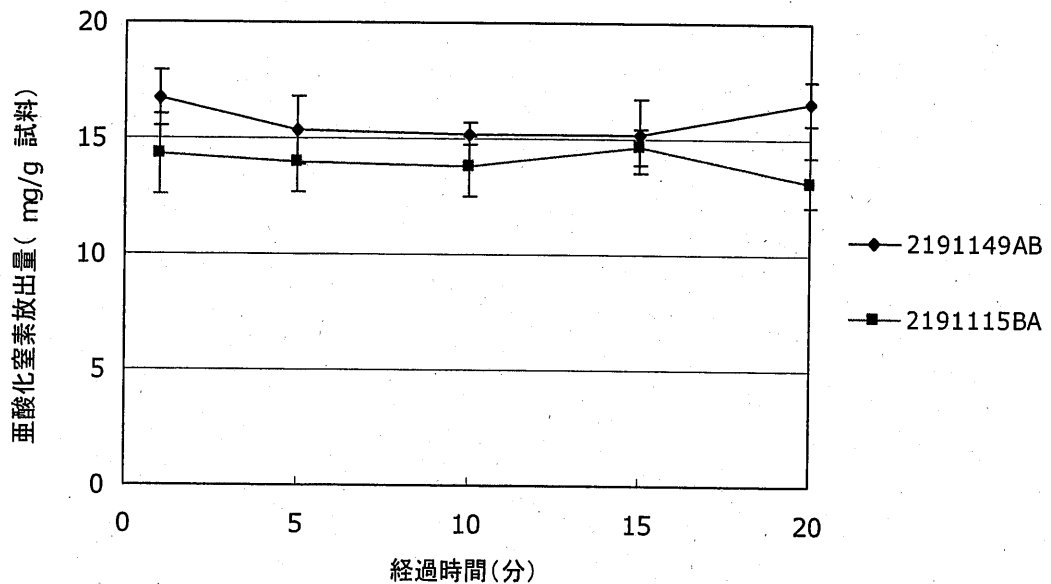
(単位: mg/g 試料)

測定回数 経過時間(分)	1	2	3	4	5	平均値	標準偏差
1	17.9	14.9	17.7	15.7	17.4	16.71	1.22
5	16.8	15.1	16.4	12.6	15.6	15.32	1.47
10	15.5	15.3	14.8	15.9	14.6	15.20	0.47
15	17.3	16.8	13.3	14.1	14.3	15.15	1.58
20	16.7	18.2	16.2	16.3	15.4	16.55	0.91
						総平均値 15.79	総標準偏差 1.42

試料 2 :

(単位 : mg/g 試料)

測定回数 経過時間(分)	1	2	3	4	5	平均値	標準偏差
1	16.6	11.4	15.2	14.1	14.3	14.31	1.71
5	16.1	12.6	12.5	14.7	14.7	13.98	1.34
10	14.8	11.2	14.2	14.7	13.9	13.77	1.30
15	13.5	14.6	15.5	15.5	14.3	14.67	0.76
20	14.2	13.3	11.4	12.5	14.3	13.14	1.08
						総平均値 13.98	総標準偏差 1.41



経過時間(1、5、10、15、20分)と放出量の関係

試料 1 及び 2 の両ロットにおいて、吐出 1~20 分後までに放出亜酸化窒素量の増加傾向はなく、ほぼ一定の放出量を示した。

以上より、ホイップクリーム中からの亜酸化窒素放出量は、密封容器容量 21.3 ml のバイアルを用いて、吐出後 1~20 分の範囲で定量できると考えられる。