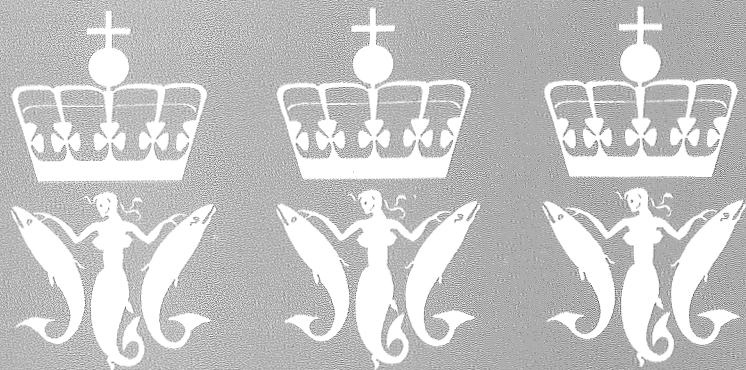


# Rapporter og meldinger

Nr. 13/84

DANNELSE AV HISTAMIN I SALTSILD

# FISKERIDIREKTORATET



FISKERIDIREKTORATET

Nr. 13/84

DANNELSE AV HISTAMIN I SALTSILD

av

Eyolf Langmyhr og Gunnar Tertnes

Sentrallaboratoriet, Fiskeridirektoratet  
Postboks 185, 5001 BERGEN

Bergen, Oktober 1984

## DANNELSE AV HISTAMIN I SALTSILD

Eyolf Langmyhr og Gunnar Tertnes,  
Sentrallaboratoriet, Fiskeridirektoratet, Bergen

## SAMMENDRAG

I saltsild blir det fra tid til annen funnet høye konsentrasjoner av histamin. For å undersøke betingelsene for dannelsen av histamin i saltsild ble sild med 3 ferskhetsgrader, 12,5, 24,5 og 47,3 mg tot.fl.N pr. 100 g skarpsaltet, sukkersaltet og kryddersaltet. Saltsilden ble lagret ved 4, 10 og 20<sup>0</sup>C i 3 måneder. Undersøkelsen viste at sildens ferskhetsgrad ved salting hadde større betydning enn lagringstemperaturen for dannelsen av histamin.

Det ble dannet mindre histamin i skarpsaltet sild enn i sukkersaltet sild og kryddersild.

I silden som ble saltet helt fersk ble det dannet små til moderate mengder av histamin, mens i bedervet sild var innholdet av histamin høyt allerede etter 1 døgn i salt.

## INNLEDNING

I saltsild kan det dannes betydelige mengder histamin. Histamin spiller en viktig rolle ved forgiftning som skyldes bedervet tunfisk og makrell, såkalt scombroid forgiftning. Betydningen av histamin ved denne forgiftningen er imidlertid ikke helt klarlagt (1). Det dannes histamin også i andre fiskeslag når de blir bedervet, uten at dette fører til forgiftning (2, 3). I sild som lagres i is er dannelsen av histamin liten, selv etter at fisken er blitt bedervet. Ved høye lagringstemperaturer kan det imidlertid dannes relativt store mengder histamin (3).

Flere faktorer kan ha betydning for dannelsen av histamin i saltsild. I det foreliggende arbeid er betydningen av sildens ferskhet, saltemetode, lagringstemperatur og tilsetning av konserveringsmidler undersøkt.

## MATERIALE OG METODER

Forsøksbetingelser.

Prøvematerialet var vårsild full av åte. Silden var fanget vest av Florø i slutten av mars 1983. Silden ble umiddelbart iset i kasser og ankom Sentrallaboratoriet 1 1/2 døgn etter fangst. En del av silden ble saltet ved ankomst til laboratoriet, mens en del ble lagret med is ved 4<sup>0</sup> C og en del ble lagret ved ca. +20<sup>0</sup> C.

Til forsøket ble det brukt sild med tre ferskhetsgrader:

Fersk sild:	1 1/2 døgn i is
Anløpen sild:	8 1/2 døgn i is
Bedervet sild:	1 1/2 døgn i is + 2 døgn ved rom- temperatur (ca. 20 <sup>0</sup> C).

Disse betegnelsene for ferskhet er brukt i rapporten.

Før salting ble silden hodekappet og magedratt. Silden ble deretter saltet i spann med 10 kg sild i hvert spann.

Tabell\_1. Tilsetninger pr. spann (10 kg)

	Salt	Sukker kg/spann	Krydder
Skarpsalting	2,1	0	0
Sukkersalting	1,5	0,6	0
Kryddersalting	1,5	0,6	0,2

De ulike variantene av saltet sild ble lagret

- på kjølerom ved 1,3 - 4,2<sup>0</sup>C
- i et rom med 8,4<sup>0</sup>C i mars økende til 16<sup>0</sup>C i juni
- ved temperatur mellom 19,1 og 27,1<sup>0</sup>C.

Lagringstemperaturene er betegnet 3<sup>0</sup>C, 10<sup>0</sup>C og 20<sup>0</sup>C i figurene.

Silden som ble lagret i romtemperatur før salting mistet mye væske under lagringen slik at det ikke var nok materiale til alle variantene. Av denne varianten var det derfor kun skarpsaltet sild som ble lagret ved romtemperatur.

Effekten av konserveringsmidler ble undersøkt ved at K-sorbat (2,5 g/kg sild), Na-benzoat (6,5 g/kg sild) og K-nitrat (0,65 g/kg sild) ble tilsatt skarpsaltet, sukkersaltet og kryddersaltet, fersk sild. Disse spannene ble lagret ved romtemperatur.

### Analysemetoder

En sild ble tatt ut for analyse, både fra kassene med sild før salting og fra spannene med saltet sild. Det ble samtidig tatt ut 15-20 ml av laken. Prøvene ble enten opparbeidet for analyse med en gang, eller de ble lagret ved  $-60^{\circ}\text{C}$  inntil analyse.

Totalt flyktig N, trimetylamin-N (TMA-N) og trimetylaminoksyd-N (TMAO-N) ble bestemt ved mikrodifusjon (4). Histamin ble bestemt fluorometrisk som beskrevet av AOAC (5). For noen prøver av lake ble histamin bestemt i Technicon AutoAnalyzer (6).

## RESULTATER OG DRØFTINGER

### Prøvematerialet

Silden som ble brukt i dette forsøket er vanligvis ikke regnet som godt egnet for salting. Forsøket burde likevel gi opplysninger om innvirkningen av de undersøkte faktorer på histamin-dannelsen.

Resultatene fra analyse av sild før salting er gitt i tabell 2.

Tabell 2. Lagring av sild

Døgn		Tot.fl.N	TMA-N	TMAO-N	Histamin	Til
i is	ved 20 <sup>0</sup> c	mg/100 g	mg/100 g	mg/100 g	mg/kg	salting
1	1/2	12,5	1,9	61,8	< 1	X
4	1/2	12,6	1,8	48,2	< 1	
8	1/2	24,4	7,7	35,1	2	X
1	1/2    1/2	13,1	1,9	31,1	5	
1	1/2    1	21,2	2,0	50,6	10	
1	1/2    2	47,3	26,0	27,4	67	X

Silden som ble saltet er betegnet fersk, anløpen og bedervet. Den anløpne silden hadde vært lagret i is og hadde et ubetydelig innhold av histamin. Den bedervete silden hadde vært lagret ved romtemperatur og hadde et moderat innhold av histamin ved salting.

#### Skarpsaltet\_sild

Resultatene i fig. 1a viser at sildens ferskhet har stor betydning for dannelsen av histamin i skarpsaltet sild.

Innholdet av histamin i saltet, fersk sild lagret ved romtemperatur nådde et maksimum på 263 mg/kg etter 7 døgn, men allerede etter 13 døgn var innholdet av histamin sunket til 23 mg/kg, og senere var det ikke over 60 mg/kg. For saltet fersk sild lagret på kjølerom og ved 10<sup>0</sup>c forble innholdet av histamin lavt i hele lagringsperioden.

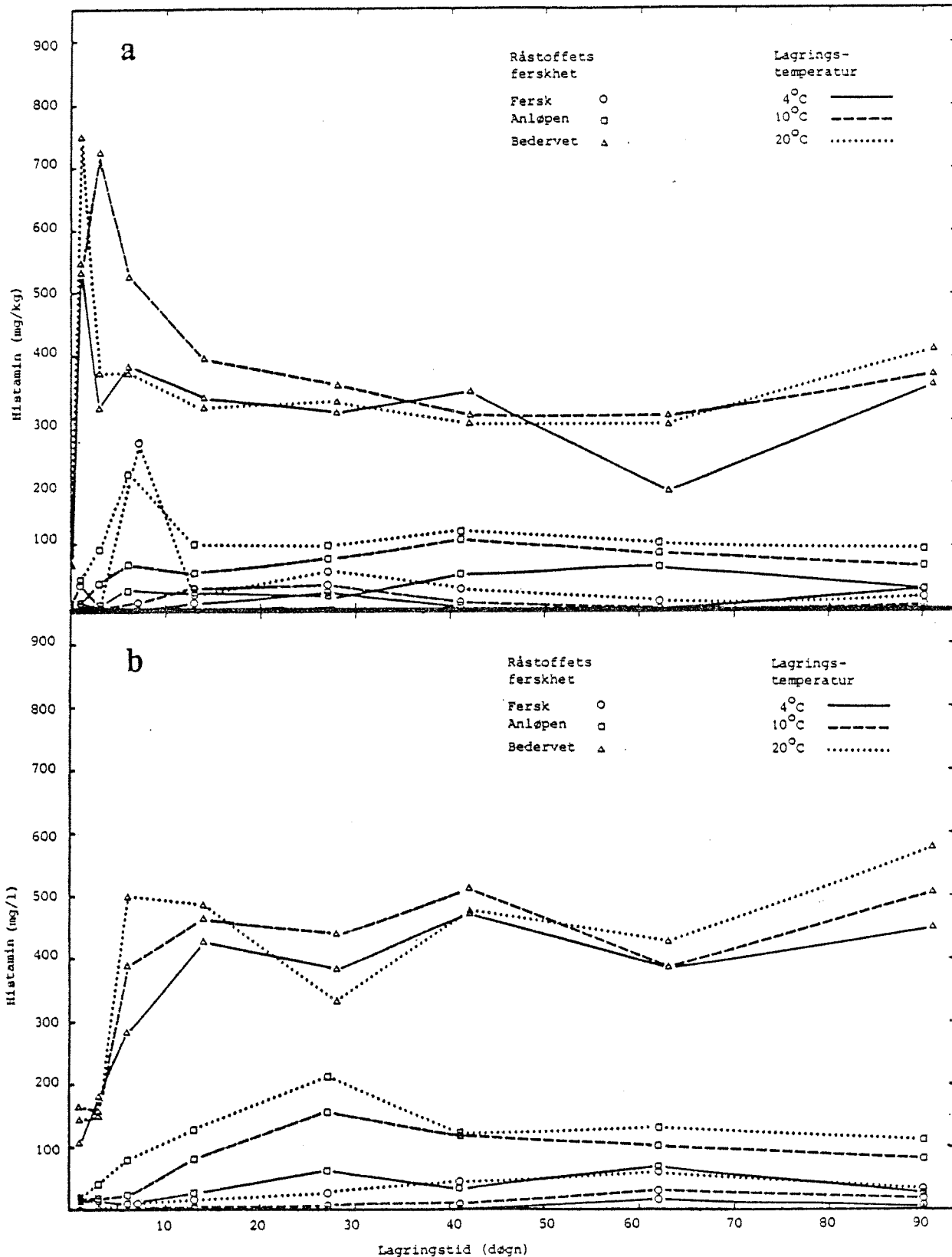


Fig. 1. Histamin i (a) skarpsaltet sild og (b) lake ved skarpsalting.

Fersk anløpen og bedervet sild ble skarpsaltet og lagret ved 4°C, 10°C og ved romtemperatur.



Skarpsaltet anløpen sild lagret ved romtemperatur hadde også over 200 mg histamin pr. kg etter 7 døgn. Innholdet av histamin sank i løpet av den andre uken og holdt seg deretter på vel 100 mg/kg resten av lagringsperioden. Saltet anløpen sild lagret på kjølerom og ved 10<sup>0</sup> C hadde et moderat innhold av histamin i hele lagringsperioden.

Skarpsaltet, bedervet sild hadde mer enn 500 mg histamin pr. kg allerede etter 1 døgn i salt. Innholdet av histamin avtok imidlertid raskt, men var over 200 mg/kg for hele lagringsperioden. Det var forholdsvis liten forskjell mellom sild lagret ved ulike temperaturer.

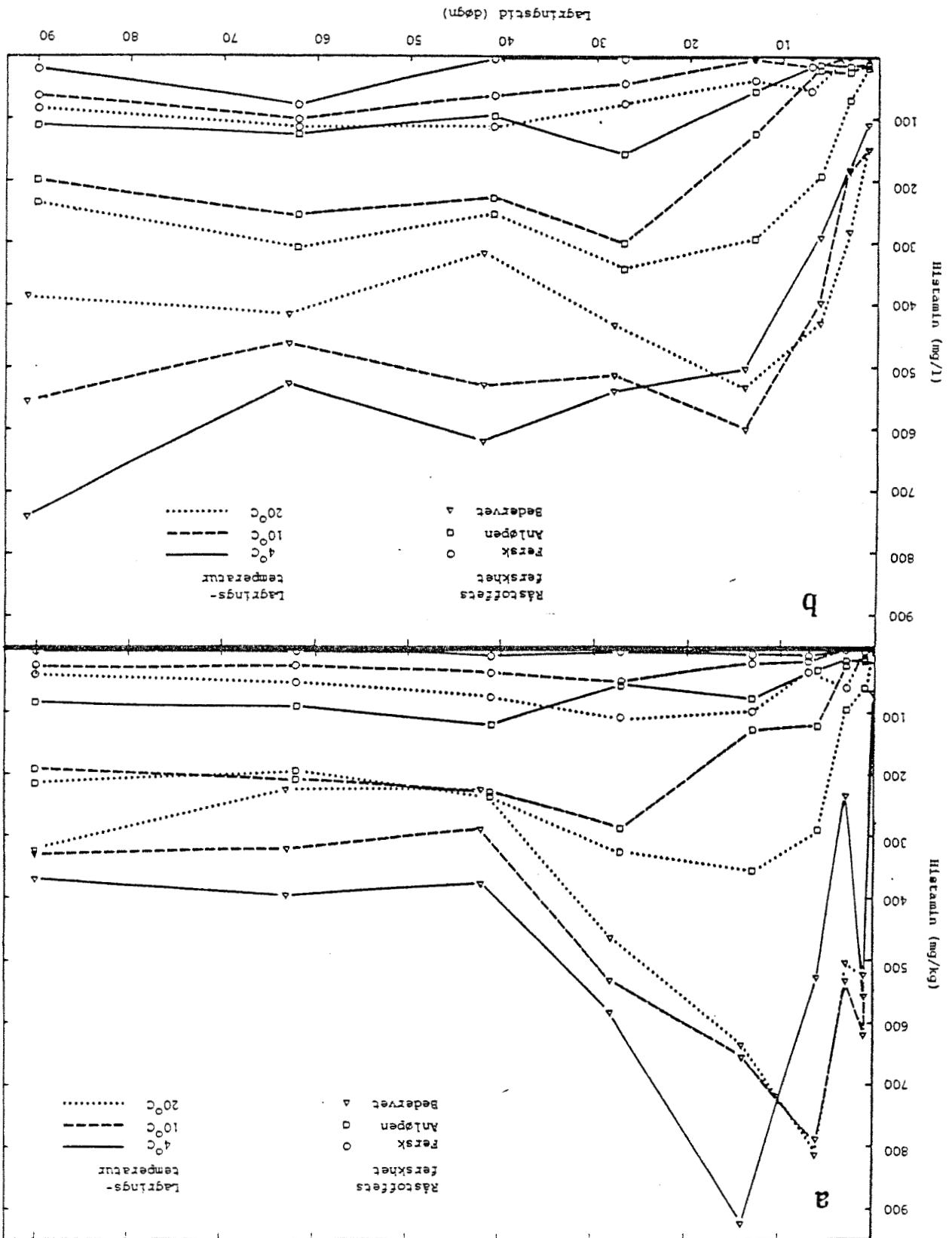
Konsentrasjonen av histamin i laken steg langsommere enn i silden som vist i fig. 1b. Resultatene tyder på at histamin dannes i silden og deretter lekker ut i laken. Ved lagring utover 4 uker endret histaminkonsentrasjonen i sild seg lite, og det synes å bli likevekt mellom histaminkonsentrasjonen i sild og lake.

#### Sukkersaltet\_sild

Sildens ferskhet har, som for skarpsaltet sild, stor betydning for dannelsen av histamin i sukkersaltet sild (Fig. 2a). Betydningen av lagringstemperaturen er imidlertid større for sukkersaltet sild.

Sukkersaltet, fersk sild lagret på kjølerom hadde et ubetydelig innhold av histamin gjennom hele lagringsperioden. Innholdet av histamin i sukkersaltet, fersk sild lagret ved 10<sup>0</sup> C og i romtemperatur nådde et maksimum etter 4 uker, men innholdet var moderat i hele lagringsperioden.

Fig. 2. Histamin i (a) sukkersaltet sild og (b) lake ved sukker-salting.



Fersk, anløpen og bedervet sild ble sukkersaltet og lagret ved 4°C, 10°C og ved romtemperatur.

For sukkersaltet, anløpen sild var det tydelig forskjell i utviklingen av histamin mellom de tre lagringstemperaturene. Silden som ble lagret på kjølerom hadde et moderat innhold av histamin, omkring 100 mg/kg, det meste av lagringsperioden. Innholdet av histamin i silden som ble lagret ved 10<sup>0</sup> C økte til 290 mg/kg i løpet av 4 uker, hvorefter det langsomt avtok til ca. 200 mg/kg. Histamin ble dannet hurtigst i silden som ble lagret ved romtemperatur. Innholdet av histamin steg til 355 mg/kg i løpet av 2 uker, hvorefter det sank til samme nivå som for sild lagret ved 10<sup>0</sup> C.

Det ble dannet betydelige mengder histamin det første døgnet etter sukkersalting av bedervet sild. Innholdet av histamin gikk deretter litt ned, hvorefter maksimum ble nådd etter 2 uker. Det er trolig at en del av denne variasjonen skyldes individuelle forskjeller, hvilke sannsynligvis er størst den første tiden etter salting. Prøven, som ble lagret på kjølerom, hadde det høyeste innholdet av histamin, 920 mg/kg. Ved lagring utover 2 uker avtok innholdet av histamin, men det holdt seg over 200 mg/kg gjennom hele forsøksperioden. Innholdet av histamin var høyest i sild lagret på kjølerom og lavest i sild lagret ved romtemperatur.

Konsentrasjonen av histamin i lake steg langsommere enn den i sild (Fig. 2b) slik tilfellet også var ved skarpsalting. Stort sett var det samsvar mellom konsentrasjonen av histamin i sild og lake. Etter 62 døgn ble det imidlertid funnet 79 mg histamin pr. liter lake fra fersk sild lagret ved 4<sup>0</sup> C, mens innholdet i silden var ubetydelig i hele forsøksperioden. For lakeprøvene var det ikke restprøver slik at unormale verdier kunne sjekkes ved ny analyse.

#### Kryddersild

Innholdet av histamin i kryddersaltet fersk sild var lavt og omtrent på samme nivå som for skarpsaltet sild, men med maksimum på et senere tidspunkt (Fig. 5a).

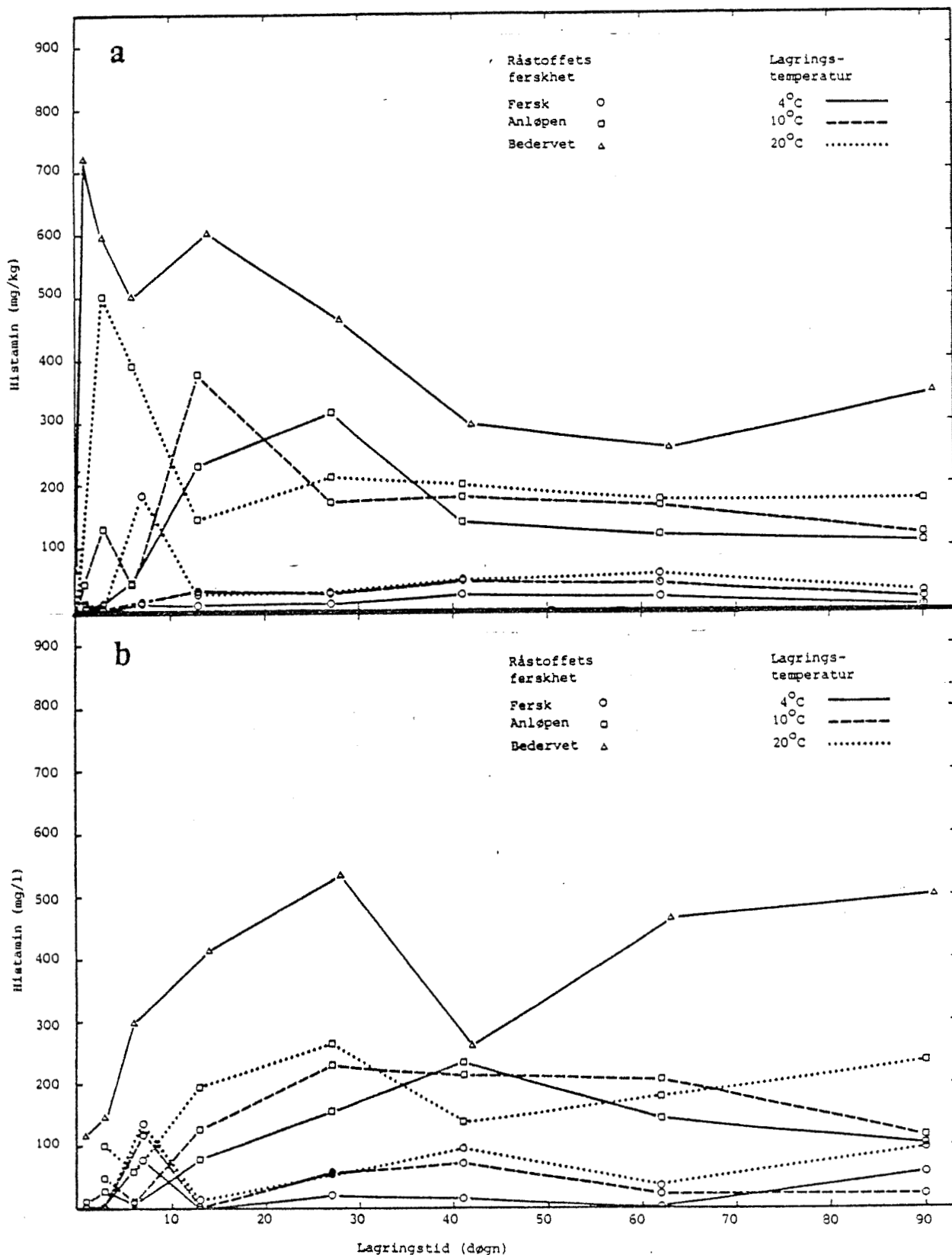


Fig. 3. Histamin i (a) kryddersaltet sild og (b) lake ved kryddersalting.

Fersk, anløpen og bedervet sild ble kryddersaltet og lagret ved 4°C, 10°C og ved romtemperatur.

Dannelsen av histamin i kryddersaltet, anløpen sild var svært avhengig av lagringstemperaturen. Innholdet av histamin nådde et høyere maksimum ved høyere lagringstemperatur. Silden, som ble lagret på kjølerom, hadde 317 mg histamin pr. kg etter 4 uker, silden som ble lagret ved 10<sup>0</sup> C hadde 376 mg/kg etter 2 uker, og silden som ble lagret ved romtemperatur hadde 500 mg/kg etter bare 3 døgn. For sild som var lagret mer enn 6 uker var forskjellen mindre, og innholdet av histamin falt under 200 mg/kg.

Kryddersaltet, bedervet sild hadde høyere innhold av histamin enn kryddersaltet, fersk og anløpen sild, slik tilfellet også var for skarpsaltet og sukkersaltet sild. Som nevnt under Materiale og metoder, ble ikke kryddersaltet, bedervet sild lagret ved 10<sup>0</sup> C og ved romtemperatur.

Også ved kryddersalting steg konsentrasjonen av histamin langsommere i lake enn i sild (Fig. 3b). Det var for det meste samsvar mellom histaminkonsentrasjonen i sild og lake.

#### Sammenligning av saltemetoder

Som vist i Fig. 1, 3 og 5 er betydningen av ulike saltemetoder på dannelsen av histamin liten sammenlignet med betydningen av råstoffets ferskhetsgrad. Effekten av saltemetoden er av samme størrelse som effekten av lagringstemperaturen.

Stort sett ble det dannet mer histamin i sukkersaltet og kryddersaltet sild enn i skarpsaltet sild for sild med lik ferskhetsgrad og lik lagringstemperatur.

Effekten av lagringstemperaturen var størst for sukkersaltet og kryddersaltet sild, og forskjellen mellom saltemetodene var størst ved salting av anløpen sild.

Salting\_av\_sild\_med\_konserveringsmidler

Betydningen av konserveringsmidler på dannelsen av histamin ble undersøkt i en serie forsøk der K-sorbat, Na-benzoat og K-nitrat ble satt til skarpsaltet, sukkersaltet og kryddersaltet fersk sild. Saltsilden ble lagret ved romtemperatur. Resultatene er vist i Fig. 4a.

Prøvene hadde moderate konsentrasjoner av histamin, og de skilte seg ikke ut fra tilsvarende forsøk uten konserveringsmidler.

Tre prøver hadde over 100 mg histamin pr. kg i begynnelsen av forsøket, skarpsaltet sild konserverert med nitrat og sukkersaltet og kryddersaltet sild konserverert med sorbat. Så kortvarig som det første maksimum av histaminkonsentrasjonen synes å være, kan tidspunktet for uttak av prøver ha stor betydning for resultatet, og det er umulig å si noe om forskjellen mellom konserveringsmidler. For sild lagret i 42 døgn og mer var det en tendens til at for samme konserveringsmiddel er histaminkonsentrasjonen høyest i kryddersaltet sild og lavest i skarpsaltet sild, mens for samme type sild er histaminkonsentrasjonen høyest for sild konserverert med nitrat og lavest for sild konserverert med benzoat.

Histaminkonsentrasjonen i laken hadde et nokså spesielt forløp, spesielt for kryddersaltet sild, hvor den var tildels klart høyere enn for de andre variantene etter 7 og 27 døgn, mens etter 13 døgn var det forholdsvis liten forskjell i histaminkonsentrasjonen mellom prøvene (Fig. 4b). Det er nærliggende å anta at dette kan skyldes forhold ved analysen, men som tidligere nevnt var det ikke gjenparter av lakeprøvene.

Tilsetningen av konserveringsmidler synes ikke å ha betydning for dannelsen av histamin i saltsild ved salting av helt fersk sild.

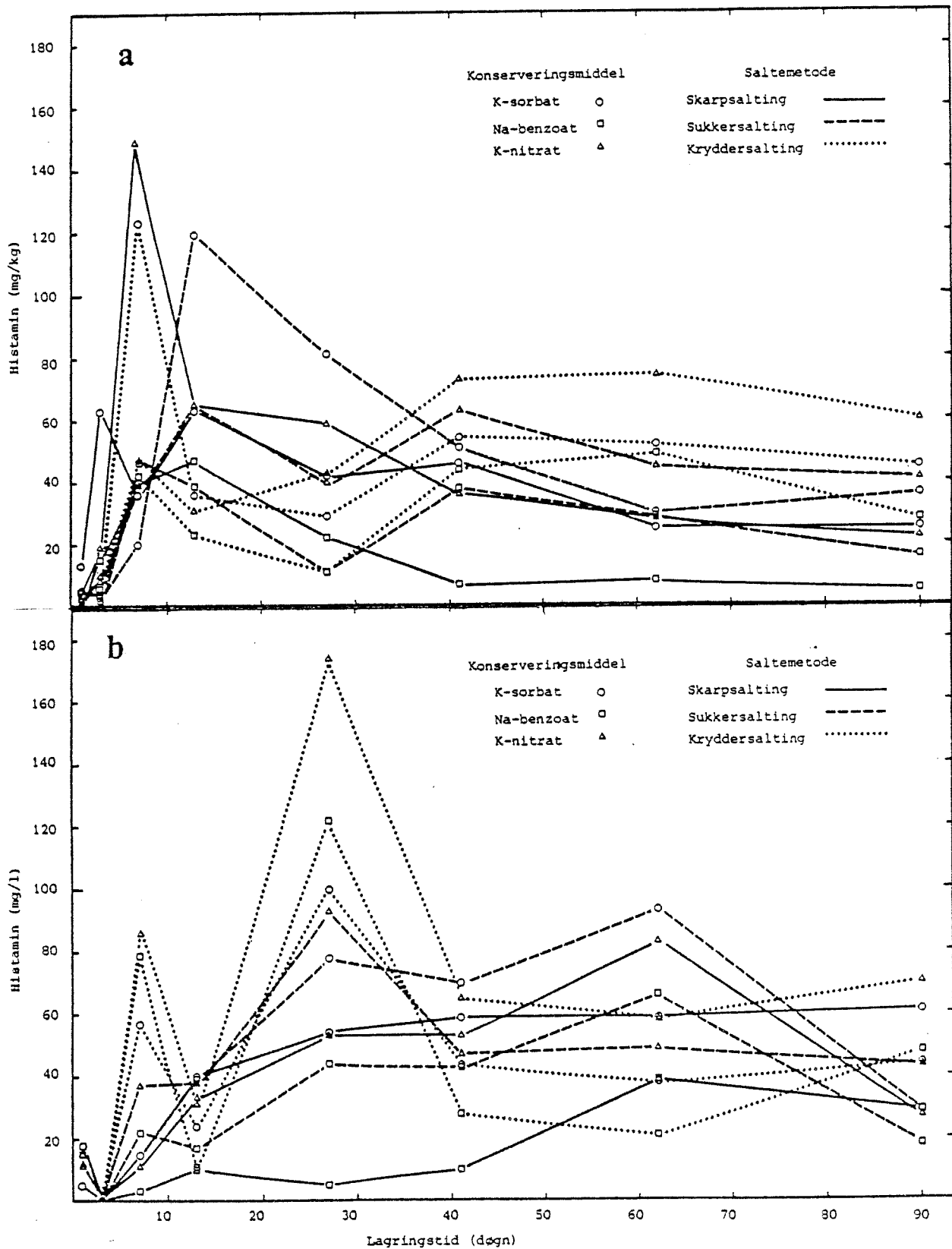


Fig. 4. Histamin i (a) saltsild med konserveringsmidler og (b) lake ved salting med konserveringsmidler.

Fersk sild ble skarpsaltet, sukkersaltet og kryddersaltet og konserveret med K-sorbat, Na-benzoat eller K-nitrat og lagret ved romtemperatur.

Den sensoriske kvaliteten

Dette forsøket ble utført for å undersøke dannelsen av histamin i saltsild. Det ble således ikke foretatt en systematisk undersøkelse av den sensoriske kvaliteten. Forsøket viste imidlertid at kun saltet fersk sild lagret på kjølerom kunne aksepteres som folkemat. Silden som ble lagret ved 10<sup>0</sup> C ble harsk og dårlig, og silden som ble lagret ved romtemperatur begynte å gå i oppløsning etter omkring 6 uker. Tilsetning av konserveringsmidler ga kun beskjeden utsettelse av tidspunktet for sildens oppløsning.

## KONKLUSJON

Dannelsen av histamin i saltsild øker med avtagende ferskhetsgrad av råmaterialet og med økende lagringstemperatur, og den er større i sukkersaltet enn i skarpsaltet sild. Den viktigste faktor for dannelsen av histamin er råmaterialets ferskhetsgrad. Konserveringsmidler har ingen betydning når det brukes på ferskt råstoff.

For å unngå dannelse av histamin i problematiske mengder bør silden holdes nedkjølt før salting. Den saltede silden bør lagres ved lave temperaturer.



## LITTERATURHENVISNING

1. R.R. Eitenmillar, J.H. Orr og W.W. Wallis i R.E. Martin, G.J. Flich, C.E. Herbard and D.R. Ward (eds.), Chemistry and biochemistry of marine food products., s. 39-50 Avi Publ. Co., 1982.
2. R.B. Hughes, J. Sci. Fd. Agric., 10, 558 - 564 (1959).
3. A.H. Ritchie og I.M. Mackie i J.J. Connell (ed.) Advances in fish science and technology. p. 489-484, Fishing News Books Ltd., Farnham, Surrey 1980.
4. E.I. Conway og A. Byrne, Biochem. J. 27, 419-429 (1933).
5. Horwich (ed.). Association of official Analytical Chemists - Methods of analysis. 13th. ed. AOAC. Washington, 1980.
6. J.B. Luten, J. Food Sci. 46, 958-959 (1981).