

オリゴ-N-アセチルグルコサミン

Oligo-N-acetylglucosamine

定義 「キチン」を塩酸で加水分解し、分離、精製して得られたものである。N-アセチル-D-グルコサミン1~6量体の混合物からなる。

含量 本品を乾燥したものは、オリゴ-N-アセチル-D-グルコサミンとして80%以上を含む

性状 白色~淡黄褐色で無臭の粉末または結晶で、特有の甘味を有する。

確認試験 本品0.2gに、アントロン試液5mLと水1mLを加え、水浴上で加熱するとき、液は青~緑色を呈する。

純度試験 (1) 溶状 無色~淡黄褐色、ほとんど澄明(1.0g, 水50mL)

(2) 塩化物 1%以下

本品約1gを正確に量り、約30mLの水に溶解する。指示薬として5%クロム酸カリウム5滴を加え、0.1mol/L硝酸銀で滴定する。溶液が黄色から赤褐色に変化したところを終点とする。塩化物量は下の式から求める。

塩化物(%) = 滴定値(mL) x 0.3545 x 硝酸銀溶液のファクター / 試料(g)

(3) 重金属 Pbとして20μg/g以下(1.0g, 第2法, 比較液鉛標準液2.0mL)

(4) 鉛 10μg/g以下

(5) ヒ素添 As₂O₃として2μg/g以下(0.5g, 第3法, 装置B)

乾燥減量 10%以下(105℃, 3時間)

強熱残留物 1%以下(2g, 600℃, 8時間)

定量法 本品約5gを正確に量り、水に溶解して50mLとする。ろ過又は遠心分離で不溶物を除き、10μLをHPLCにて分析し、ピーク面積を求める。別にオリゴ-N-アセチルグルコサミンの標準品(生化学工業株式会社、純度97%以上)を用いて作成した検量線からオリゴ-N-アセチルグルコサミン含量を求める。

HPLC条件

カラム: Shodex Asahipak NH2P-50

移動相: アセトニトリル/水=70/30

流速: 0.8mL/min

検出器: 示差屈折計

アントロン試液: アントロン(試薬特級)0.05~0.2gを量り、硫酸100mLを加えて溶解する。用時調整する。

オリゴ-N-アセチルグルコサミン標準品：試薬（N-アセチルキトオリゴ糖混合物）

6. 結び

今般提案した定量法等についてはオリゴ-N-アセチルグルコサミンの近縁物質である、N-アセチルグルコサミン、グルコサミン、オリゴグルコサミンとともに、より科学的に高度な手法を検討しており、今後の検討課題としたい。

着色料

アカダイコン色素

1. はじめに

第7版 食品添加物公定書においては、既存添加物の着色料について、18品目が記載される予定である。これらの着色料に関しては、色素濃度をあらわす方法として、水溶液における可視部の吸収極大波長における吸光度から「色価」を求める方法が採用されている。

今般、「アカダイコン色素」に関し、自主規格策定の目的から、現在市販されている製品について、「色価」設定のため吸収極大波長の調査を行うと共に確認試験法設定のためpH による色調の変化に関する調査を行った。

これらの検討結果を踏まえ、自主規格(案)を検討したので報告する。

2. 試験方法

(1)「色価」設定に関する調査検討

現在、各社が市販している製品について、第7版 食品添加物公定書「一般試験法・色価測定法」に則り調査した。

1. 各製品に表示された色価から、検液の吸光度が0.3～0.7の範囲になるように、クエン酸緩衝液(pH3.0)を加えて溶かし、資料溶液を調製し、可視部吸収極大波長を調査した。併せて、「色価」($E_{1\text{cm}}^{10\%}$)も測定した。

なお、検体は各社(8社、A～Hの記号で表す)市販の製品を用い、それぞれ自社で測定を行った。

2. 色価測定に当たっては、第7版 食品添加物公定書記載予定の「一般試験法・色価測定法」に則り実施した。

(2)確認試験設定のための調査

確認試験法に関しては、第7版 食品添加物公定書(案)では、最大吸収波長の確認の他、pHによる色調の変化も併せて確認することとしている。従って、本品に関してもpH の変化による色調の変化を確認するため、肉眼観察のみならず色差計(L, a, b表色系及びマンセル表色系)による評価も同時に行った。

3. 試験結果(まとめ)

- 1) 最大吸収波長の測定結果並びに色価測定結果は以下のとおりである。

会社記号	最大吸収波長(nm)	色価測定結果	備考
A社	513.5～515.0	資料1	資料1
B社			資料2

C社	513.5~514.5		資料3
D社			資料4
E社	512.6~514.8	資料5	資料5
F社	512.5~513.5		資料6
G社	512.8	資料7	資料7
H社	511.0~514.0	資料8	資料8

2) 製品の表示量から、色価40に換算して1gに相当する量を取り、クエン酸緩衝液(pH3.0) 100mlに溶解した液の色調

会社記号	調査結果の色調	備考
A社	赤色 (L, a, bの値から評価)	資料1
B社	赤~赤橙色(基準溶液では濃すぎてマンセル値が測定できず) 赤橙色(色価40に換算して0.25gで測定)	資料2
C社	赤~赤橙色(セル幅1cm、3cmのセルに3mlで測定可能)	資料3
D社	赤紫色	資料4
E社	赤色 (透過光では計測不能、反射で径3cmのセル3mlで測定可能)	資料5
F社	赤~赤橙色(L, a, bの値から評価)	資料6
G社	赤~赤橙色	資料7
H社	赤~赤橙色	資料8

3) 上記1)の溶液15mlに、水酸化ナトリウム溶液(1→25)5mlを加え、アルカリ性にした液の色調

会社記号	調査結果の色調	備考
A社	紫赤色を経て黄褐色	資料1
B社	紫赤色を経て黄褐色(僅かに緑色を帯びる)	資料2
C社	黄褐色 1cmセル：黄褐色~褐色味を帯びた黄緑色 3cmセル：黄赤色を中心に褐色味を帯びた黄赤色~黄褐色 セル幅で色調が違い、肉眼との整合性(色の表現)が難しい	資料3
D社	黄色	資料4
E社	紫赤色を経て黄褐色	資料5
F社	紫赤色→黄褐色→緑褐色(20分間で変化する)	資料6
G社	紫赤色を経て黄褐色	資料7
H社	紫赤色を経て黄褐色	資料8

4. アカダイコン色素の自主規格(案)

添付別紙のとおり。この規格(案)に対する検討結果も併せ、資料1~8迄各社別に検討結果を添付した。

4. その他

なお、この自主規格の策定検討に参画された企業は以下のとおりである。

- 1) 長谷川香料株式会社
- 2) 株式会社 タイショーテクノス
- 3) 三栄源エフ・エフ・アイ株式会社
- 4) 理研ビタミン株式会社
- 5) 東京田辺株式会社
- 6) キリヤ化学株式会社
- 7) ヤエガキ醗酵技術研究所
- 8) 株式会社 アイゼン

別紙

アカダイコン色素 自主規格(案)

Red radish color

定義 本品は、アブラナ科ダイコン (*Raphanus sativus* LINNE) の赤紫の根 (赤ダイコン) より得られた、ベラルゴニングルコシドを主色素とするものである。デキストリンまたは乳糖を含むことがある。

色 価 本品の色価 ($E_{1\text{cm}}^{10\%}$) は40以上で、その表示量の90~110%を含む。

性 状 本品は、暗赤色~暗紫色の粉末、塊、ペースト又は液体で、わずかに特異なおいがある。

確認試験 (1) 本品の表示量から、色価40に換算して1gに相当する量を取り、クエン酸緩衝液 (pH3.0) 100mlに本品を加えて溶かした液は赤~赤橙色を呈する。

(2) (1)の溶液15mlに、水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5mlを加えてアルカリ性になるとき、紫赤色を経て黄褐色に変わる。

(3) 本品に、クエン酸緩衝液 (pH3.0) を加えて溶かした液は、波長505~520nmに極大吸収部がある。

純度試験 (1) 重金属 Pbとして40 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.5g、第2法、比較液 鉛標準液 2.0ml)

(2) 鉛 Pbとして10 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (1.0g、第1法)

(3) ヒ素 As₂O₃として4.0 $\mu\text{g}/\text{g}$ 以下 (0.5g、第3法、装置B)

色価測定法 色価測定法により次の操作条件で試験を行う。

操作条件

測定溶液 クエン酸緩衝液 (pH 3.0)

測定波長 波長505~520 nm の極大吸収部

資料 1

A社検討結果

アカダイコン色素の自主規格(案)による実測値

LOT No.		A			B			C		
色価	1回目	513.6			554.8			560.3		
	2回目	511.2			560.5			555.2		
	3回目	512.5			556.8			559.2		
確認	(1)	L	a	b	L	a	b	L	a	b
	1回目	49.8	63.6	30.8	41.1	56.8	25.5	49.3	64.6	30.3
	2回目	49.8	63.9	30.9	42.0	57.6	26.0	49.4	64.9	30.4
試験	(2)	紫赤色系を経て黄褐色			紫赤色系を経て黄褐色			紫赤色系を経て黄褐色		
	(3)	514.0nm			515.0nm			514.0nm		
	1回目	514.0nm			515.0nm			514.0nm		
	2回目	513.5nm			514.5nm			515.0nm		
	3回目	514.0nm			514.5nm			514.5nm		

資料 2

B社検討結果

確認試験

(1) 本品の表示量から、色価40に換算して1gに相当する量を取り、クエン酸緩衝液

(ph3.0) 100mlに本品を加えて溶かした液は赤～赤橙色を呈する。

ロット	1	2
L	49.62	49.82
a	64.43	64.58
b	32.34	32.43
マンセル表示	この濃度では値はでませんでした	
肉眼	赤～赤橙色	赤～赤橙色

試料を取る量を色価40に換算して0.25gに相当する量に変換するとマンセル値が測定できるようになりました。

(2) (1)の溶液15mlに水酸化ナトリウム(1→25)を5ml 加えてアルカリ性にするとき、紫赤

色を経て黄褐色に変わる。←この液は僅かに緑みをおびていました。

また、試料を取る量を色価40に換算して0.25gに相当する量に変更した場合は、青紫色を経て黄褐色となりました。

2ロットの分ですが同じ傾向を示しました。

資料 3

C社検討結果(1)

確認試験

- 1) 本品の表示量に従い、色価 50 に換算して 0.1g に相当する量の本品又はその溶液をとり、クエン酸緩衝液(pH3.0)100ml を加えて溶かした液は、赤色～だいたい色を呈する。
- 2) (1)の溶液に、水酸化ナトリウム溶液(1→25)を加えてアルカリ性にするとき、暗青色に変わる。
- 3) 本品にクエン酸緩衝液(pH3.0)を加えて溶かした液は、波長 510～520nm に極大吸収部がある。

結果

1)

赤ダイコン色素

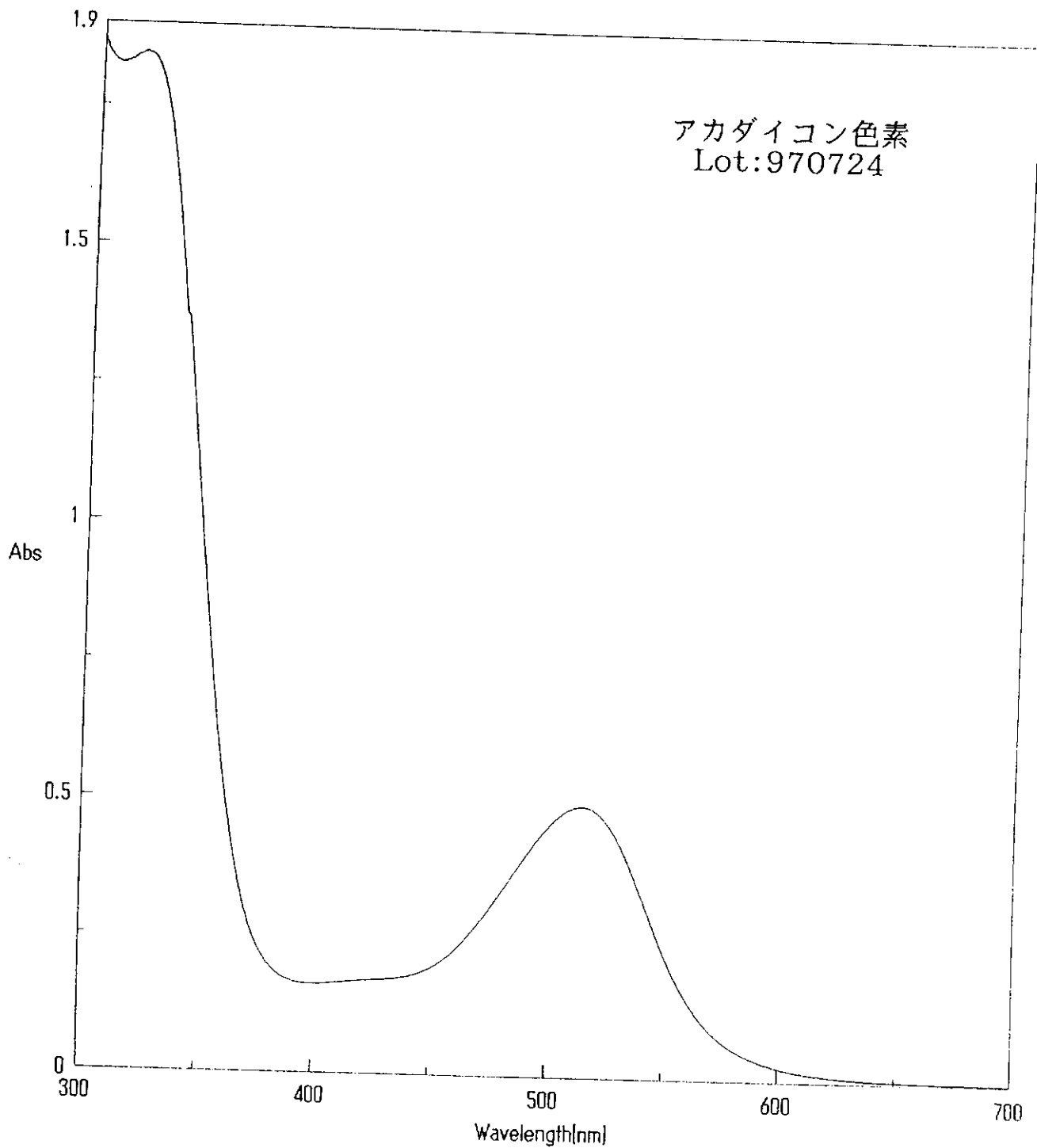
LOT.NO	1	2	3
970724	赤だいたい色	赤だいたい色	赤だいたい色
980311	赤だいたい色	赤だいたい色	赤だいたい色
980831	赤だいたい色	赤だいたい色	赤だいたい色

2)

赤ダイコン色素

LOT.NO	1	2	3
970724	暗青色	暗青色	暗青色
980311	暗青色	暗青色	暗青色
980831	暗青色	暗青色	暗青色

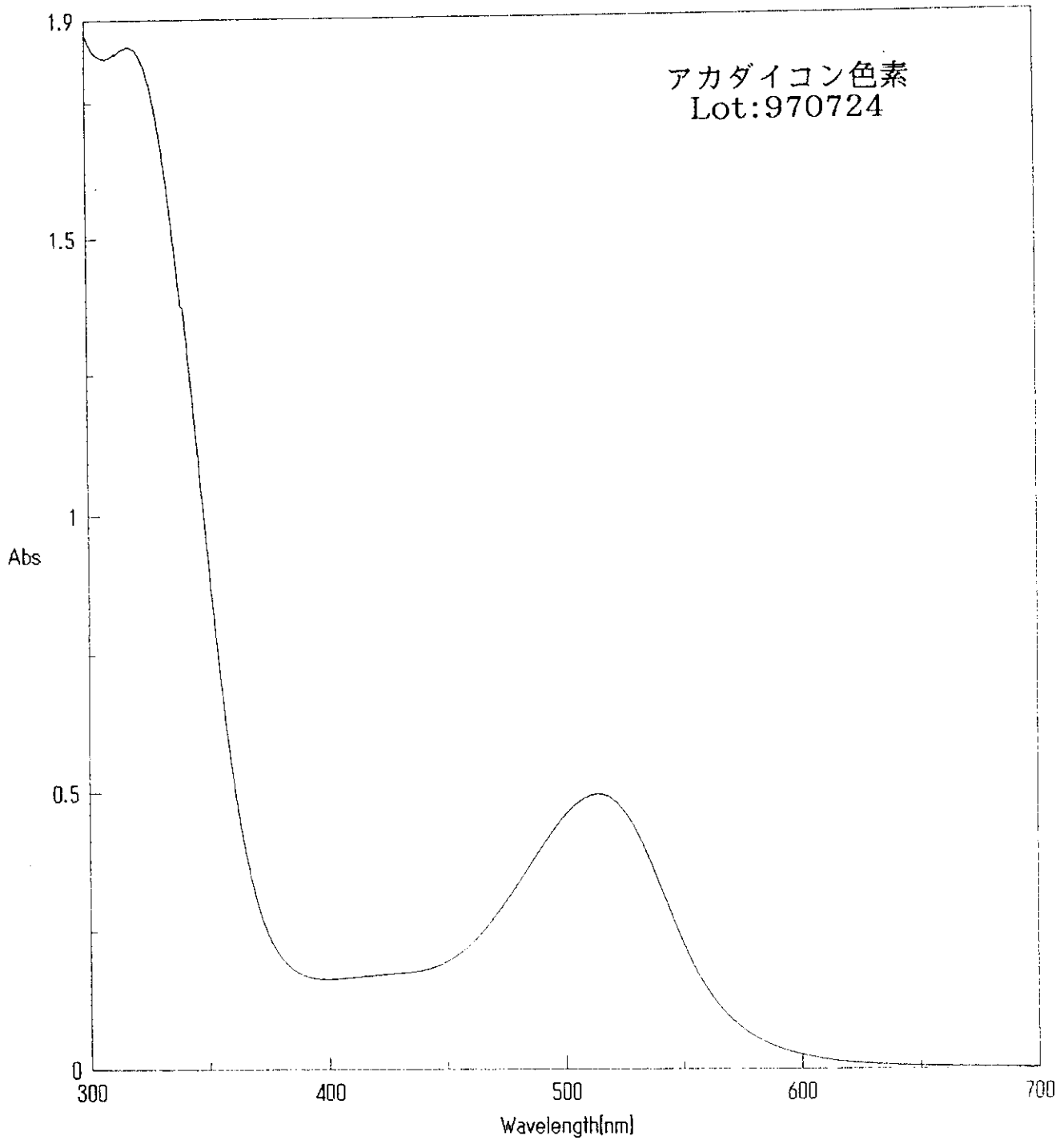
3) 吸収曲線は別紙参照



日時	98/10/07 15:34
ファイル名	Memory#1
機種名	V-560
シリアル番号	C294189
バンド幅	5.0 nm
レスポンス	Quick
測定範囲	700 - 300 nm
データ取込間隔	0.5nm
走査速度	400nm/min
試料番号	490
繰返し回数	1

0.4946Abs
(514.0nm)

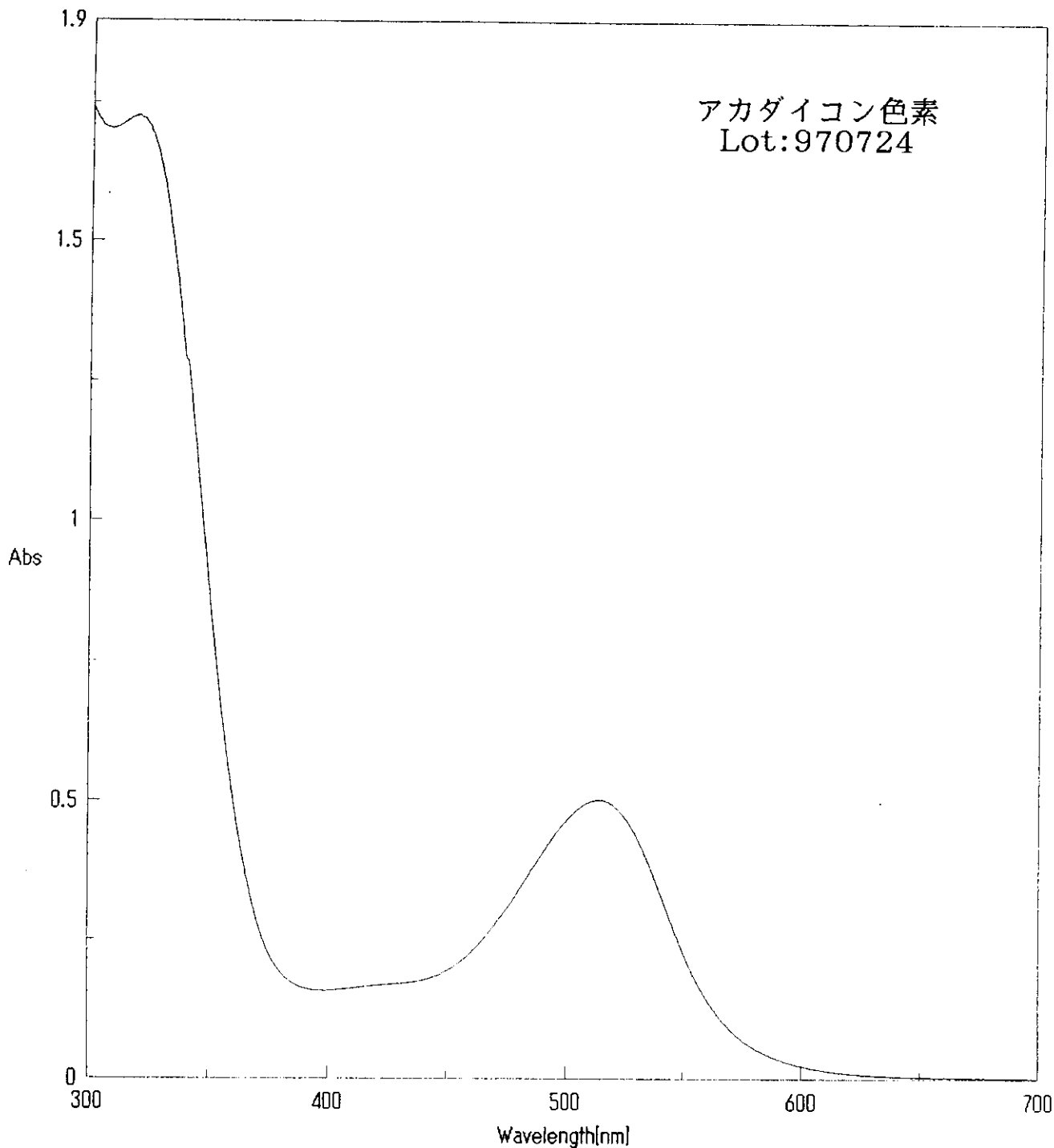
サンプル名
測定者
コメント



日時 98/10/07 15:55
 ファイル名 X2. JWS
 機種名 V-560
 シリアル番号 C294189
 バンド幅 5.0 nm
 レスポンス Quick
 測定範囲 700 - 300 nm
 データ取込間隔 0.5nm
 走査速度 400nm/min
 試料番号 491
 繰返し回数 1

0.4952Abs
(514.0nm)

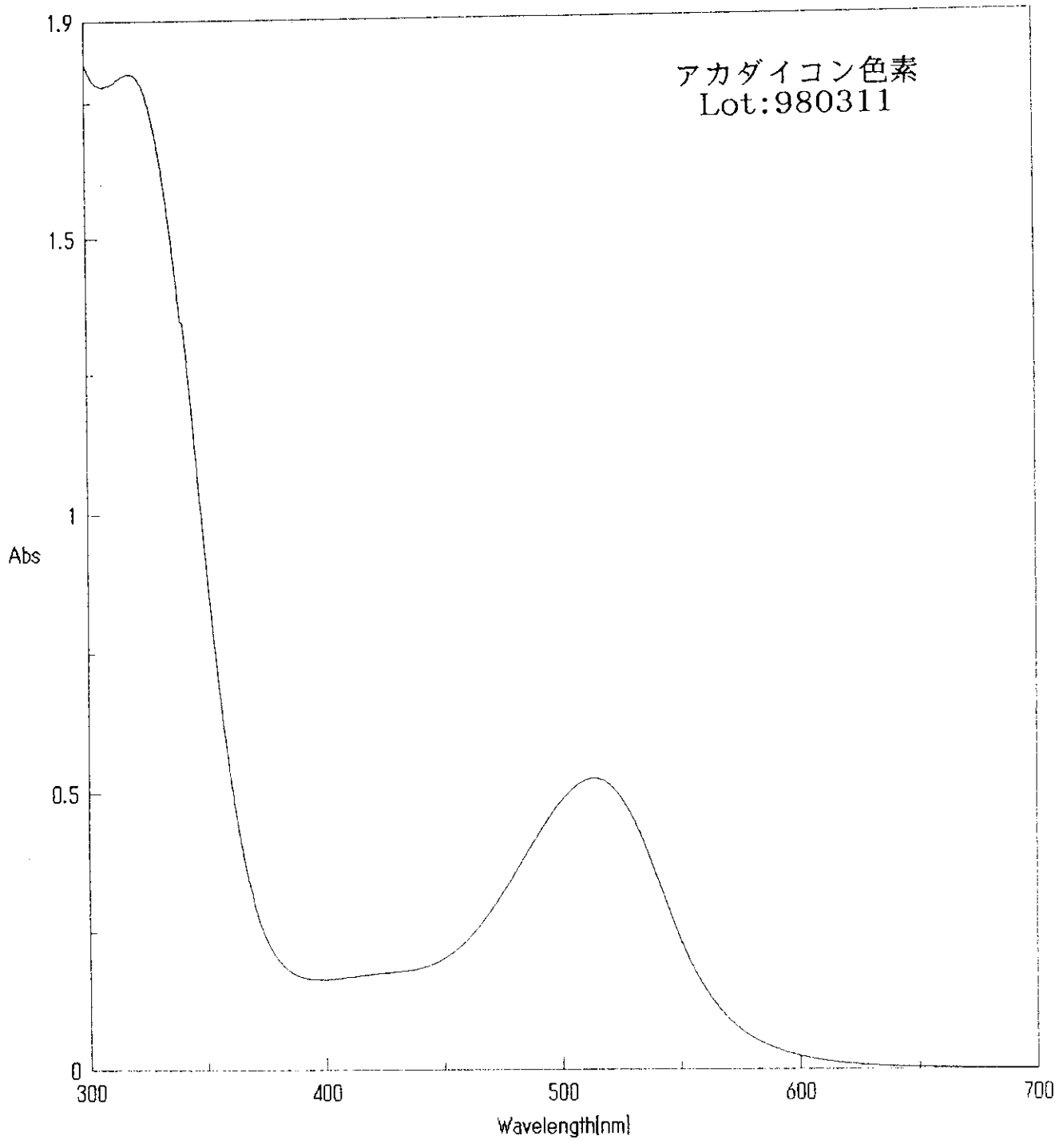
サンプル名
 測定者
 コメント



日時 98/10/07 16:20
 ファイル名 Memory#6
 機種名 V-560
 シリアル番号 C294189
 バンド幅 5.0 nm
 レスポンス Quick
 測定範囲 700 - 300 nm
 データ取込間隔 0.5nm
 走査速度 400nm/min
 試料番号 495
 繰返し回数 1

0.5017Abs
(514.0nm)

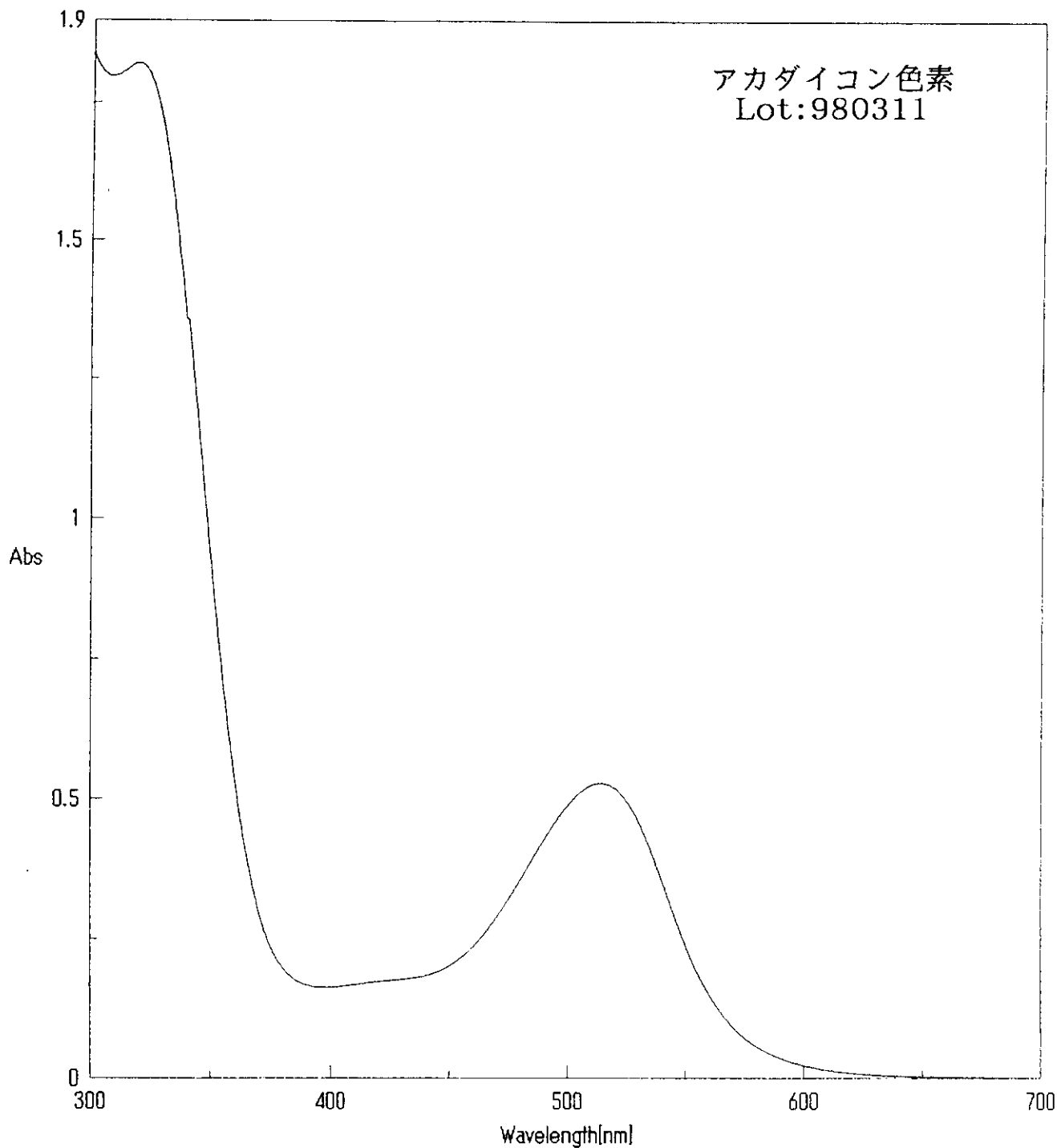
サンプル名
 測定者
 コメント



日時	98/10/07 16:17
ファイル名	X5. JWS
機種名	V-560
シリアル番号	C294189
バンド幅	5.0 nm
レスポンス	Quick
測定範囲	700 - 300 nm
データ取込間隔	0.5nm
走査速度	400nm/min
試料番号	494
繰返し回数	1

0.5243Abs
(514.5nm)

サンプル名
測定者
コメント

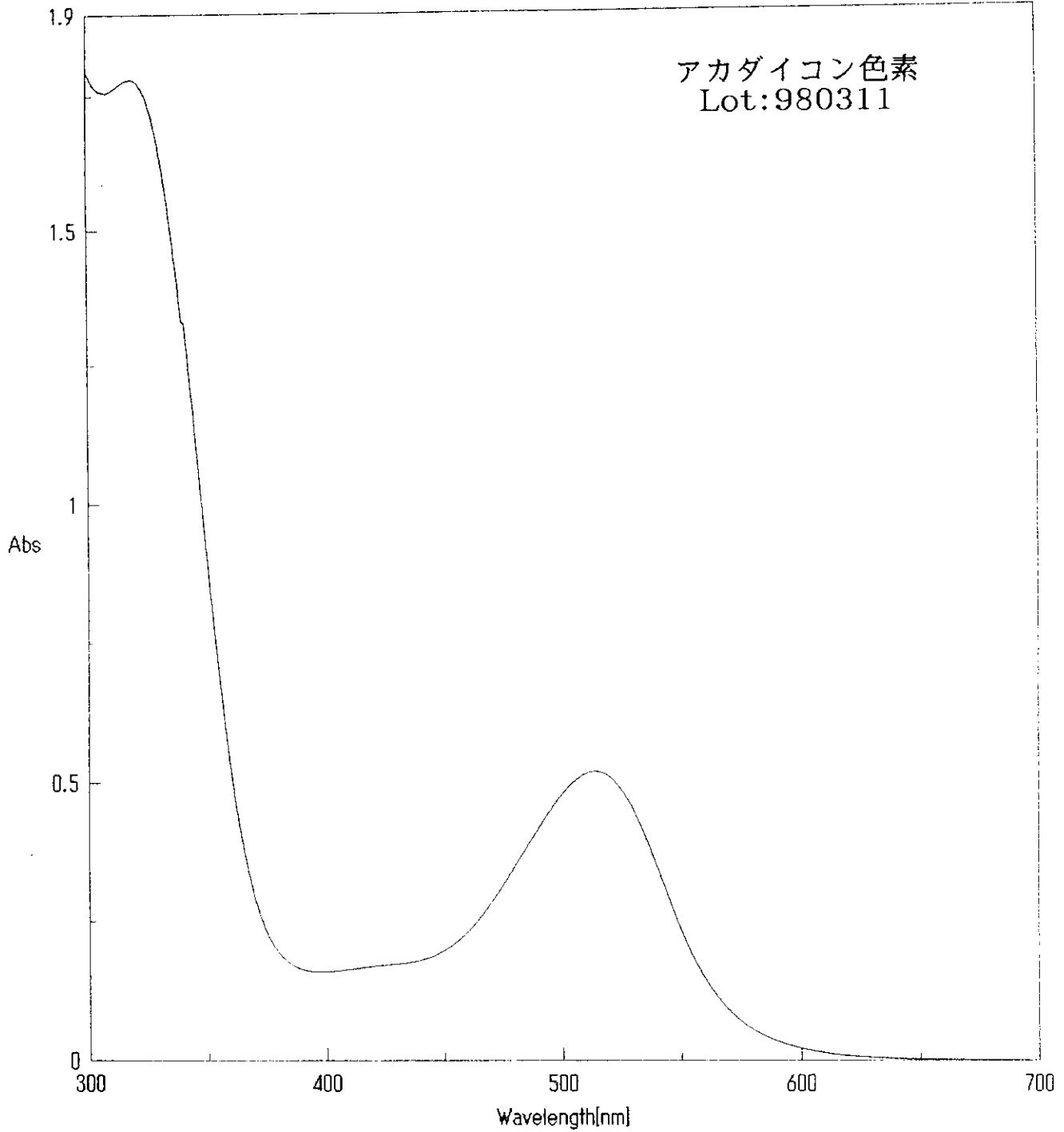


日時	98/10/07 16:59
ファイル名	Memory#1
機種名	V-560
シリアル番号	C294189
バンド幅	5.0 nm
レスポンス	Quick
測定範囲	700 - 300 nm
データ取込間隔	0.5nm
走査速度	400nm/min
試料番号	506
繰返し回数	1

0.5269Abs
(514.5nm)

サンプル名
測定者
コメント

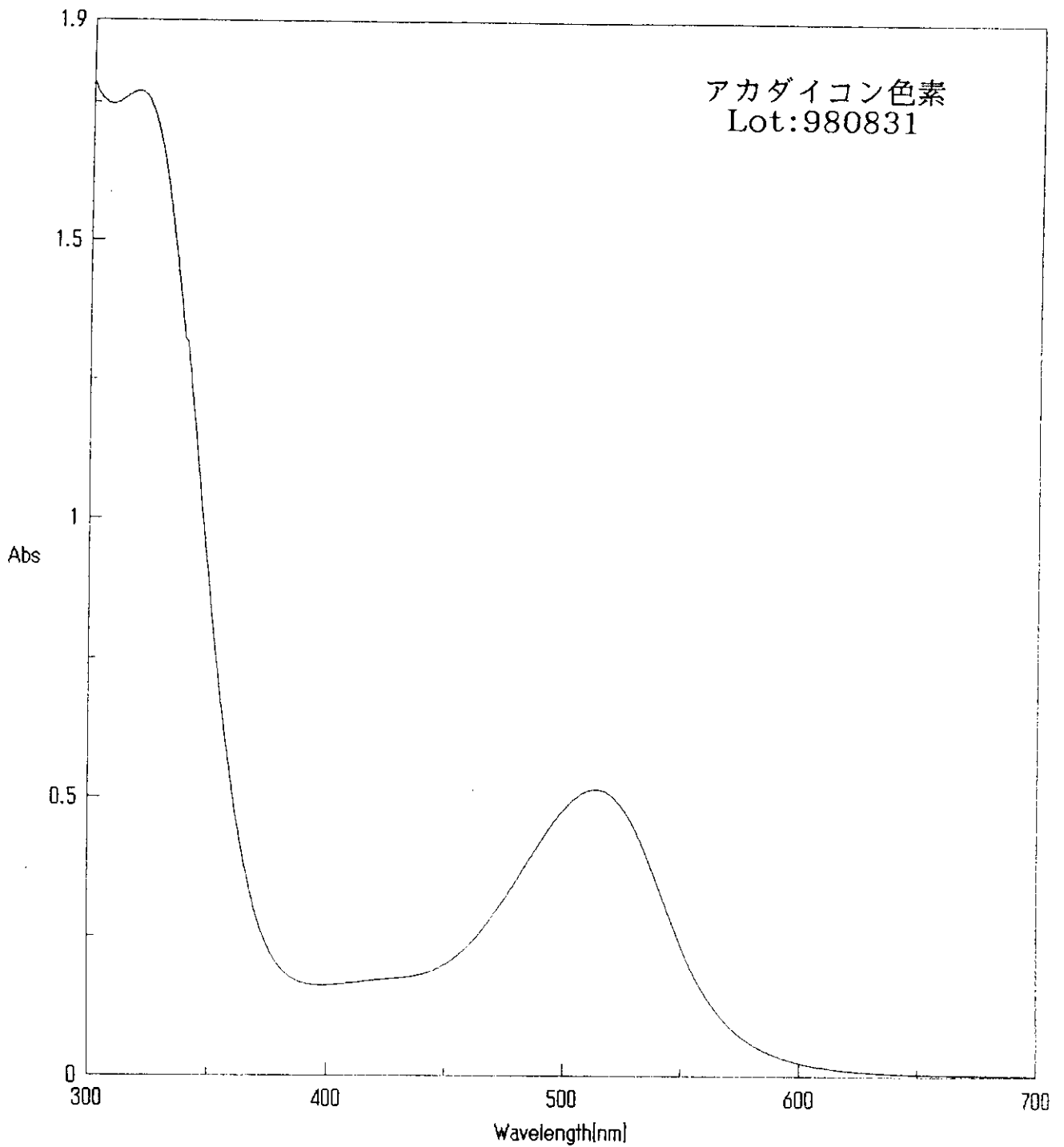
アカダイコン色素
Lot:980311



日時 98/10/07 17:01
ファイル名 Memory#2
機種名 V-560
シリアル番号 C294189
バンド幅 5.0 nm
レスポンス Quick
測定範囲 700 - 300 nm
データ取込間隔 0.5nm
走査速度 400nm/min
試料番号 507
繰返し回数 1

0.5184Abs
(513.5nm)

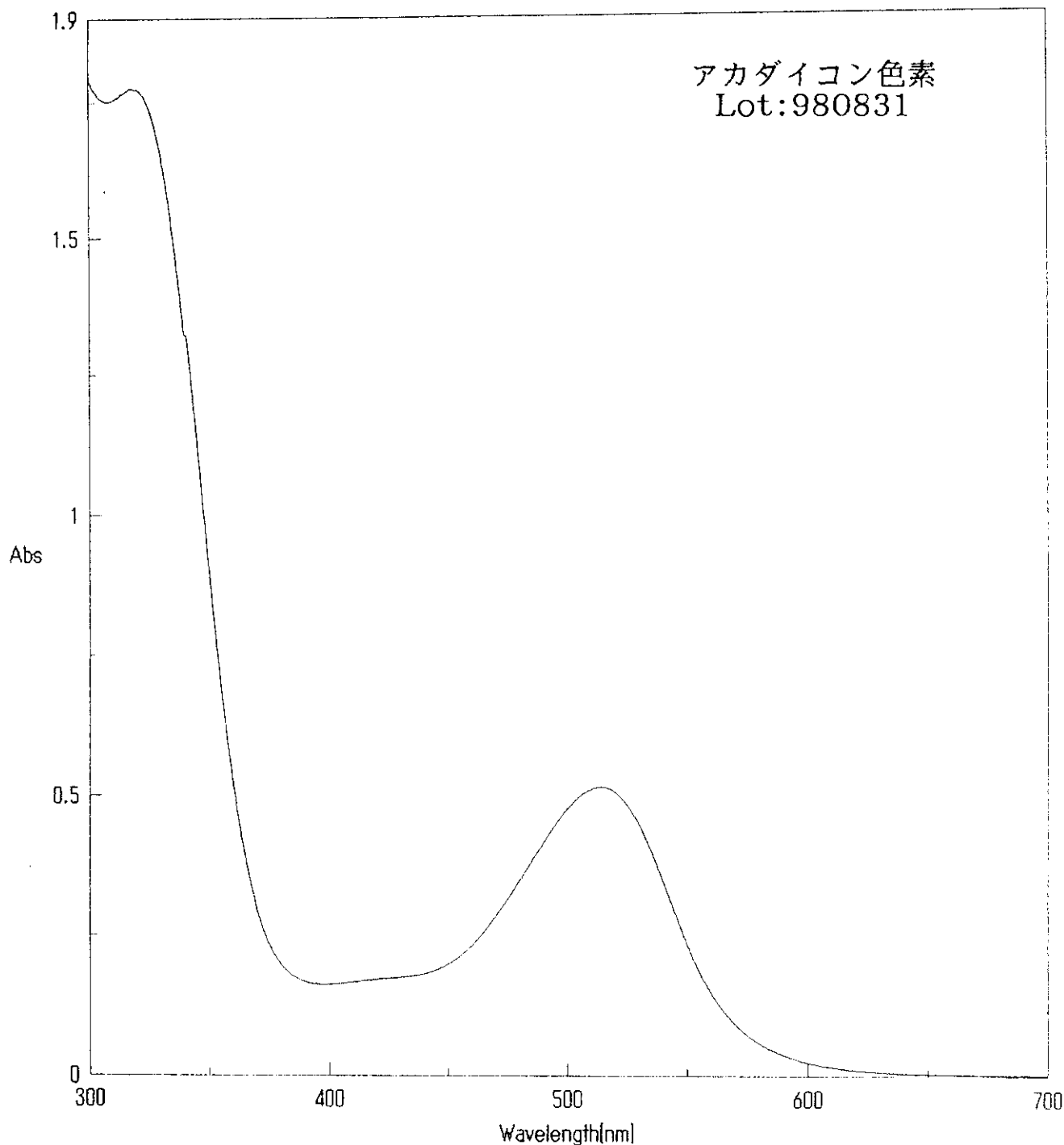
サンプル名
測定者
コメント



日時 98/10/07 16:25
 ファイル名 X7.JWS
 機種名 V-560
 シリアル番号 C294189
 バンド幅 5.0 nm
 レスポンス Quick
 測定範囲 700 - 300 nm
 データ取込間隔 0.5nm
 走査速度 400nm/min
 試料番号 496
 繰返し回数 1

0.5151Abs
(514.0nm)

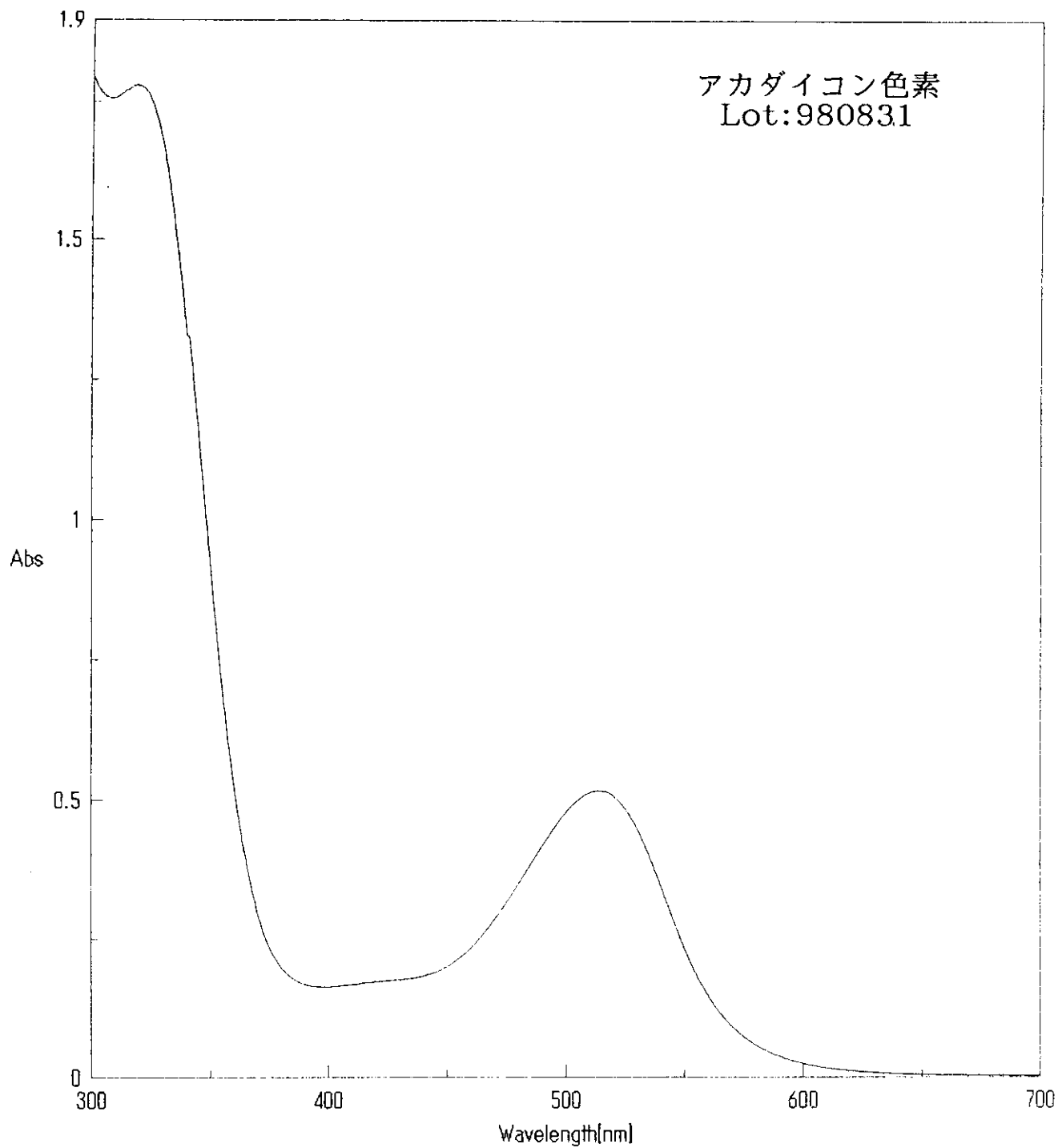
サンプル名
 測定者
 コメント



日時 98/10/07 16:28
 ファイル名 X8.JWS
 機種名 V-560
 シリアル番号 C294189
 バンド幅 5.0 nm
 レスポンス Quick
 測定範囲 700 - 300 nm
 データ取込間隔 0.5nm
 走査速度 400nm/min
 試料番号 497
 繰返し回数 1

0.5143Abs
(514.0nm)

サンプル名
 測定者
 コメント



日時	98/10/07 16:31
ファイル名	X9. JWS
機種名	V-560
シリアル番号	C294189
バンド幅	5.0 nm
レスポンス	Quick
測定範囲	700 - 300 nm
データ取込間隔	0.5nm
走査速度	400nm/min
試料番号	498
繰返し回数	1

0.5162Abs
(513.5nm)

サンプル名
測定者
コメント

赤ダイコン色素

LOT.NO	1	2	3
970724	514.0	514.0	514.0
980311	514.5	514.5	513.5
980831	514.0	514.0	513.5

純度試験

- 1) 重金属 Pbとして $40 \mu\text{g/g}$ 以下(0.5g, 第2法, 比較液 鉛標準液 2.0ml)
- 2) 鉛として $10 \mu\text{g/g}$ 以下(1.0g, 第一法)
- 3) ヒ素 As_2O_3 として $4.0 \mu\text{g/g}$ 以下(0.5g, 第3法, 装置 B)

結果

1)

赤ダイコン色素

LOT.NO	1	2	3	平均
970724	$40 \mu\text{g/g}$ 以下	$40 \mu\text{g/g}$ 以下	$40 \mu\text{g/g}$ 以下	$40 \mu\text{g/g}$ 以下
980311	$40 \mu\text{g/g}$ 以下	$40 \mu\text{g/g}$ 以下	$40 \mu\text{g/g}$ 以下	$40 \mu\text{g/g}$ 以下
980831	$40 \mu\text{g/g}$ 以下	$40 \mu\text{g/g}$ 以下	$40 \mu\text{g/g}$ 以下	$40 \mu\text{g/g}$ 以下

2)

赤ダイコン色素

LOT.NO	1	2	3	平均
970724	$10 \mu\text{g/g}$ 以下	$10 \mu\text{g/g}$ 以下	$10 \mu\text{g/g}$ 以下	$10 \mu\text{g/g}$ 以下
980311	$10 \mu\text{g/g}$ 以下	$10 \mu\text{g/g}$ 以下	$10 \mu\text{g/g}$ 以下	$10 \mu\text{g/g}$ 以下
980831	$10 \mu\text{g/g}$ 以下	$10 \mu\text{g/g}$ 以下	$10 \mu\text{g/g}$ 以下	$10 \mu\text{g/g}$ 以下

3)

赤ダイコン色素

LOT.NO	1	2	3	平均
970724	$4.0 \mu\text{g/g}$ 以下	$4.0 \mu\text{g/g}$ 以下	$4.0 \mu\text{g/g}$ 以下	$4.0 \mu\text{g/g}$ 以下
980311	$4.0 \mu\text{g/g}$ 以下	$4.0 \mu\text{g/g}$ 以下	$4.0 \mu\text{g/g}$ 以下	$4.0 \mu\text{g/g}$ 以下
980831	$4.0 \mu\text{g/g}$ 以下	$4.0 \mu\text{g/g}$ 以下	$4.0 \mu\text{g/g}$ 以下	$4.0 \mu\text{g/g}$ 以下