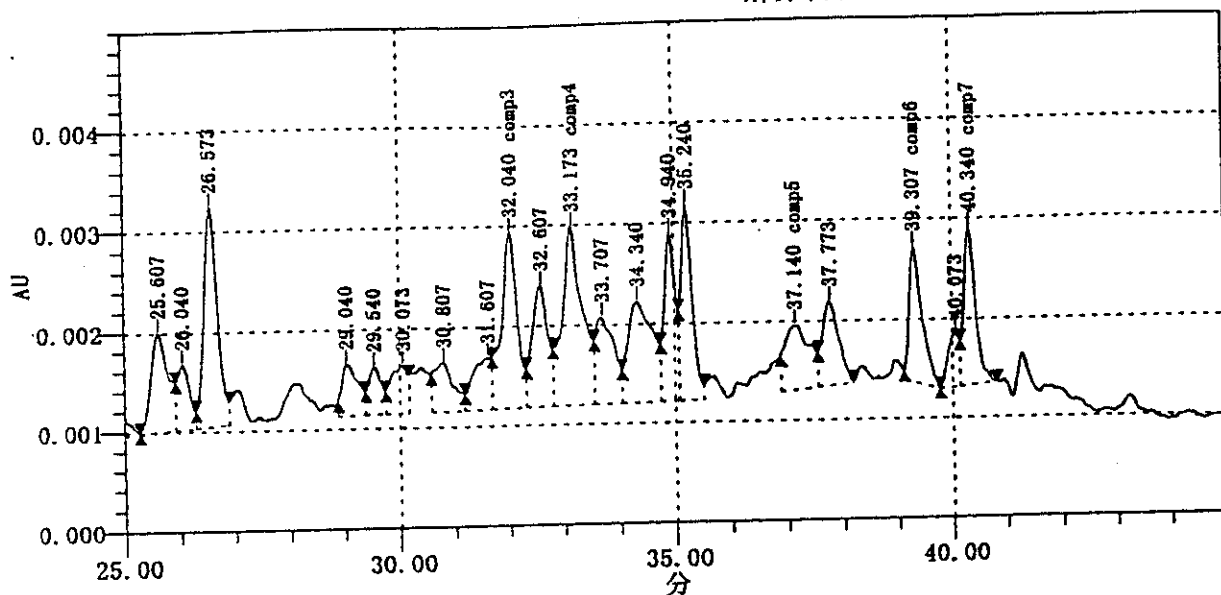


2)まぜりゃんせ 明太子

ミレニアム サンプル情報

サンプル名: まぜりゃんせ
 チャンセル: 996
 分析年月日: 00/03/08 15:28:18

サンプルタイプ: 未知試料
 注入量: 50.00
 分析時間: 80.0 min
 解析年月日: 00/03/10 04:18:31



ピークテーブル

#	名前	保持時間 (min)	面積 ($\mu V \cdot sec$)	高さ (μV)	濃度	分割方法
1	comp3	32.040	36369	1767		VV
2	comp4	33.173	45166	1791		VV
3	comp5	37.140	19964	652		VV
4	comp6	39.307	22347	1355		VB
5	comp7	40.340	23550	1578		VB

和風スパゲティソース まぜりゃんせ 明太子

ミレニアム サンプル情報

サンプル名: まぜりゃんせco

サンプルタイプ: 未知試料

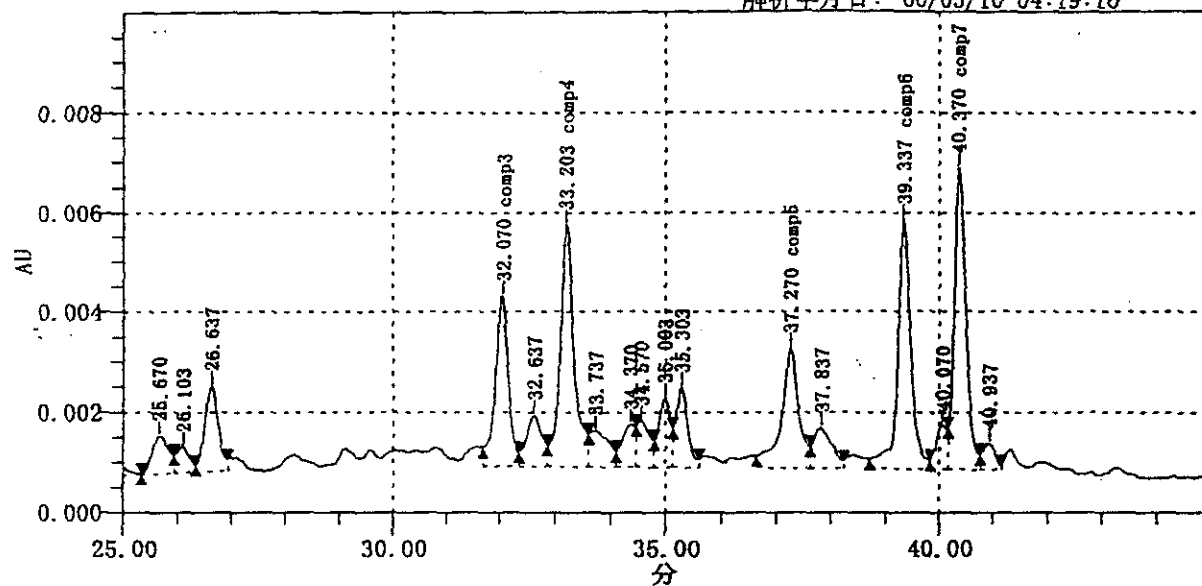
チャンネル: 996

注入量: 50.00

分析年月日: 00/03/08 19:11:08

分析時間: 80.0 min

解析年月日: 00/03/10 04:19:16

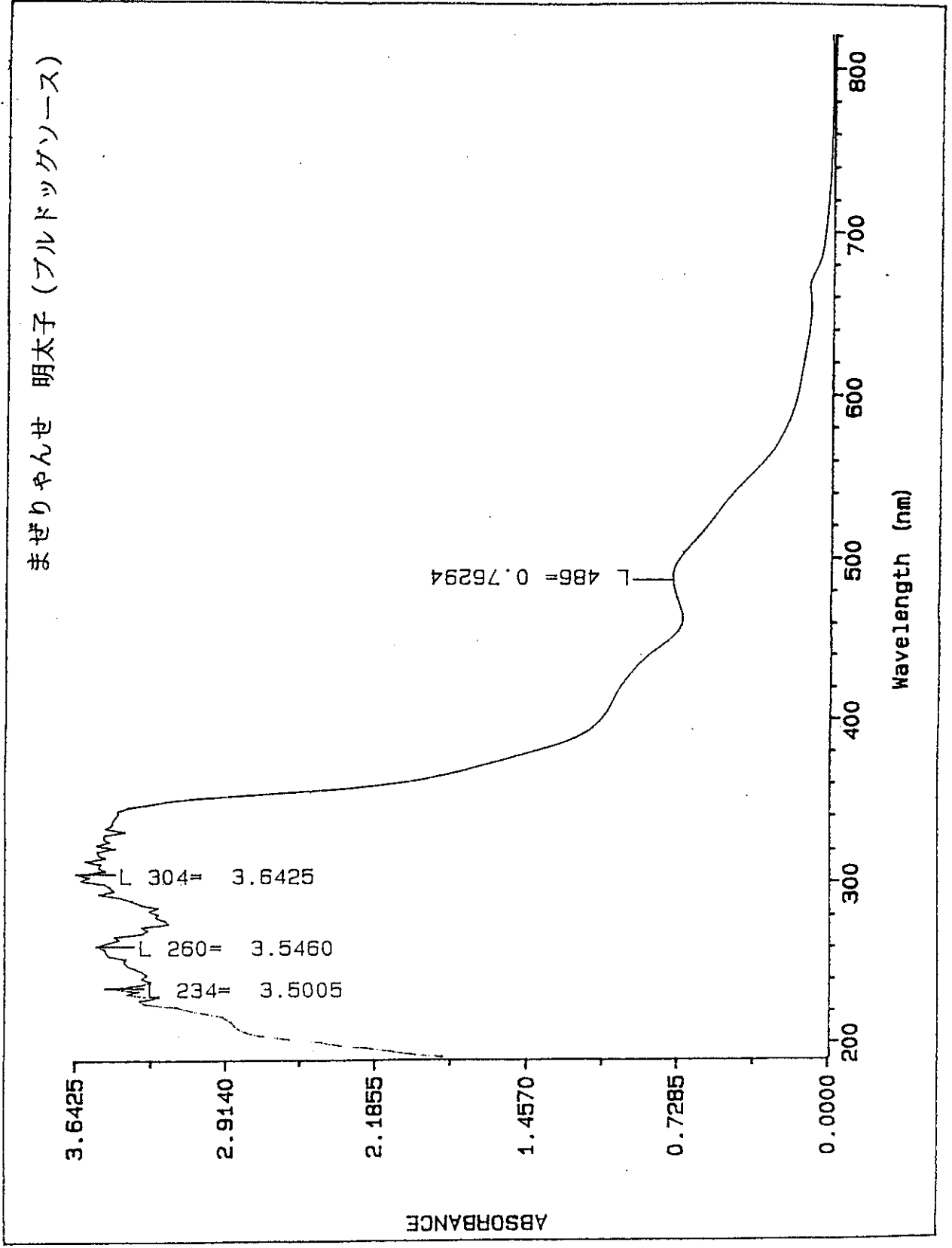


ピークテーブル

#	名前	保持時間 (min)	面積 ($\mu V \cdot sec$)	高さ (μV)	濃度	分割方法
1	comp3	32.070	56381	3359		VV
2	comp4	33.203	83260	4840		VV
3	comp5	37.270	53485	2363		VV
4	comp6	39.337	84854	4985		VV
5	comp7	40.370	90388	6009		VV

和風スパゲティソース まぜりゃんせ 明太子 + 標準試料

まぜりやんせ 明太子 (フルドッグソース)



3) 千歳飴

ミレニアム サンプル情報

サンプル名: 千歳飴

チャンネル: 996

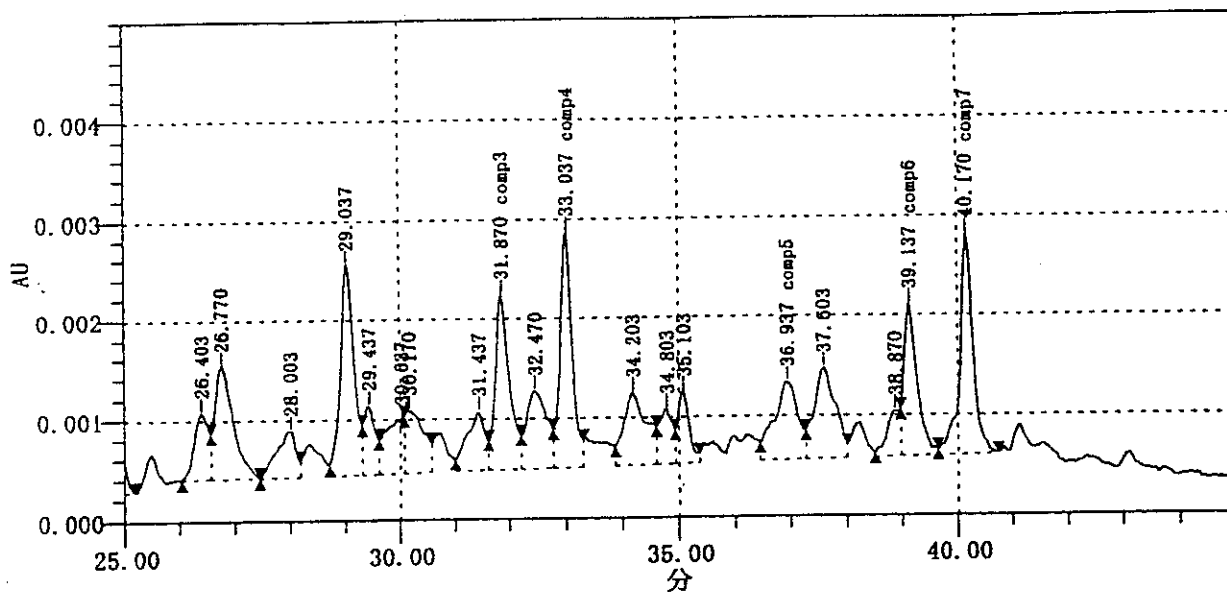
分析年月日: 00/03/08 09:54:03

サンプルタイプ: 未知試料

注入量: 50.00

分析時間: 80.0 min

解析年月日: 00/03/10 04:16:40



ピークテーブル

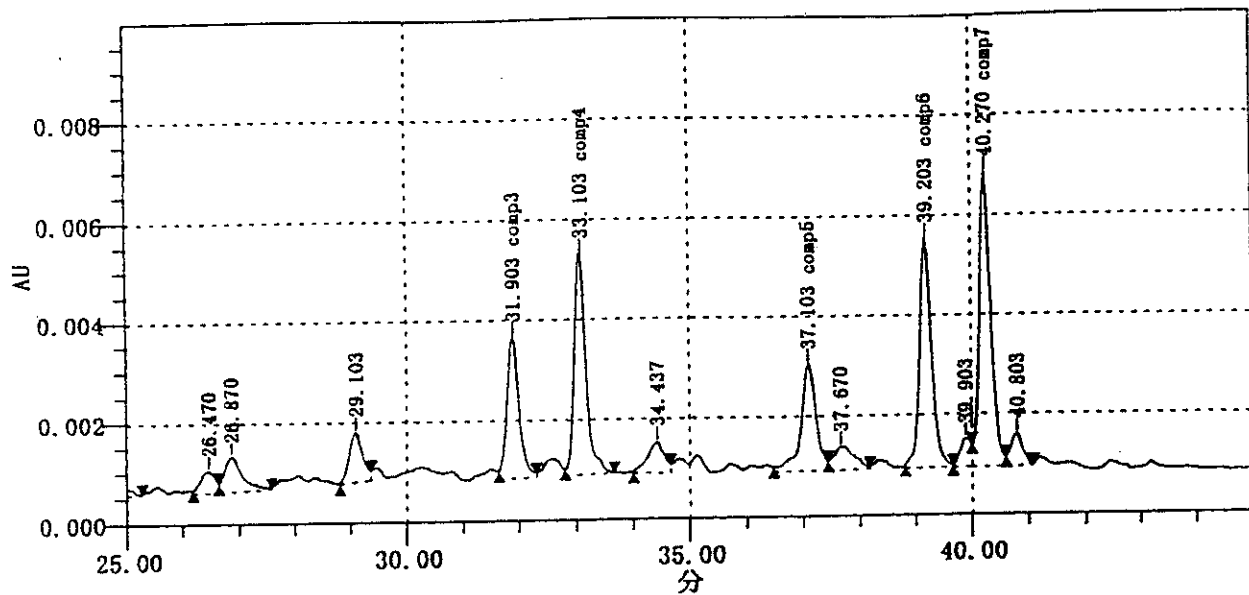
#	名前	保持時間 (min)	面積 ($\mu V \cdot sec$)	高さ (μV)	濃度	分割方法
1	comp3	31.870	31900	1755		VV
2	comp4	33.037	35338	2373		VV
3	comp5	36.937	23432	770		VV
4	comp6	39.137	25314	1515		VV
5	comp7	40.170	36516	2214		VB

不二家ミルクイー赤

ミレニアム サンプル情報

サンプル名: 千歳鮫co
 チャンネル: 996
 分析年月日: 00/03/08 13:36:53

サンプル名: 未知試料
 注入量: 50.00
 分析時間: 80.0 min
 解析年月日: 00/03/10 04:17:45

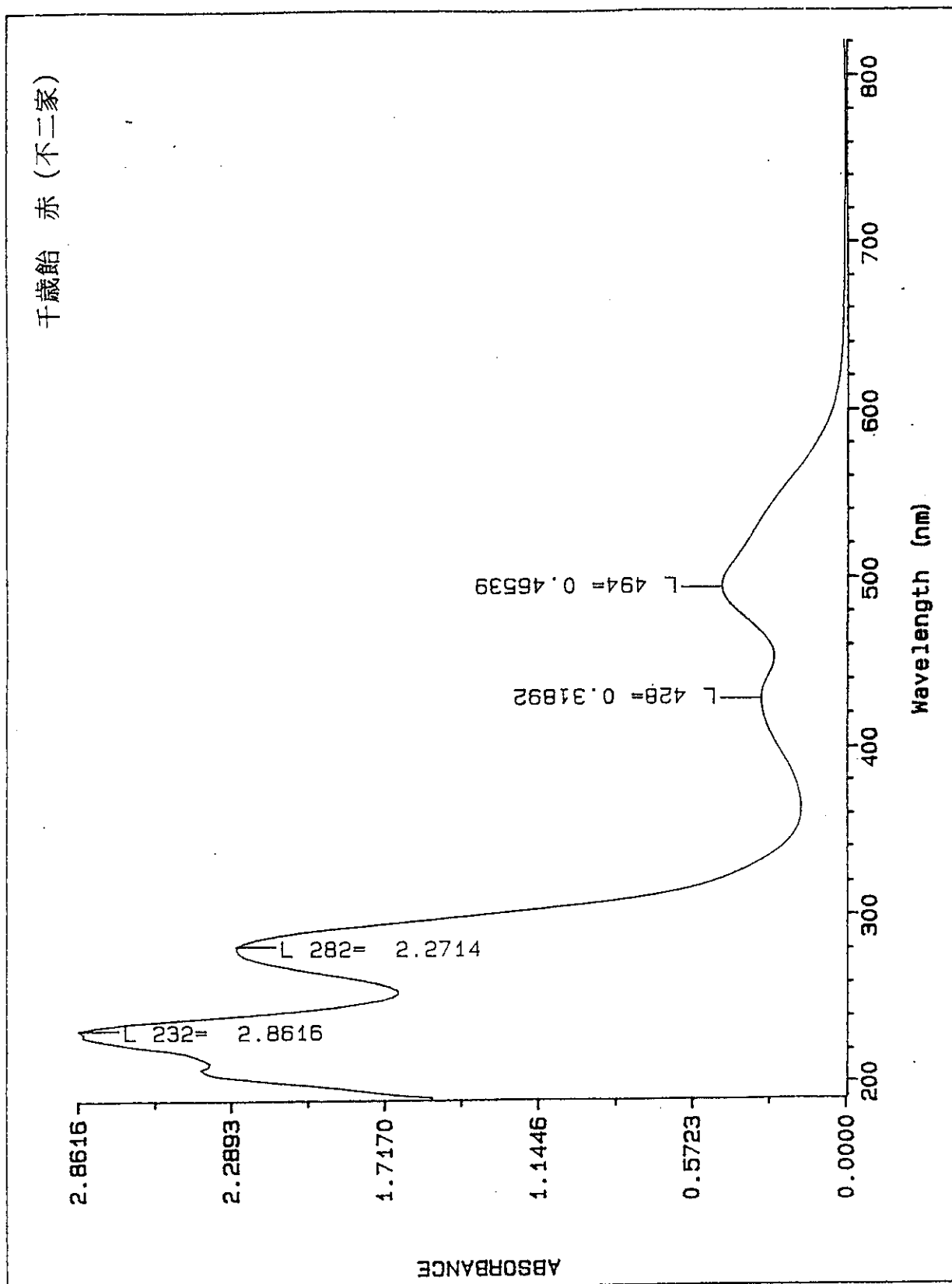


ピークテーブル

#	名前	保持時間 (min)	面積 ($\mu V \cdot sec$)	高さ (μV)	濃度	分割方法
1	comp3	31.903	41609	2825		VV
2	comp4	33.103	62606	4432		VB
3	comp5	37.103	39765	2121		VV
4	comp6	39.203	68643	4614		VV
5	comp7	40.270	83026	5898		VV

不二家ミルクー赤 + 標準試料

千歲鉛 赤 (不二家)



4) HPLCによる市販食品中のベニコウジ色素の分析 4.

<目的>

ベニコウジ色素が使用されている市販食品中に、今回我々が単離構造決定した5つの色素成分が含まれていることを確認する。

<方法>

I. 試料

着色料としてベニコウジ色素が表示してある市販食品。

No.	商品名	製造元	種類別
1	赤飯の素	ブンセン株式会社	釜飯の素
2	完熟いちごのヨーグルト	チチヤス乳業株式会社	発酵乳
3	カニチップ	株式会社 ハル屋	油菓子
4	オホーツク	一正蒲鉾株式会社	風味かまぼこ

II. 抽出方法

1. 赤飯の素

小豆と煮汁が別々に入っており、煮汁 50g を凍結乾燥し、乾燥物に 50%EtOH 200ml を加えて、20 時間攪拌抽出後、濾過助剤にケイソウ土を用いて吸引濾過を行い 150ml の抽出液を得た。

2. 完熟いちごのヨーグルト

ヨーグルトといちごソースが2段に分かれており、いちごソース部分を凍結乾燥し、乾燥物 10g に 50%EtOH 100ml を加えて、20 時間攪拌抽出後、濾過助剤にケイソウ土を用いて吸引濾過を行い 80ml の抽出液を得た。

3. カニチップ

65g をミキサーで粉碎後、50%EtOH 700ml を加えて、20 時間攪拌抽出後、濾過助剤にケイソウ土を用いて吸引濾過を行い 650ml の抽出液を得た。

4. オホーツク

着色部分の蒲鉾を選別し、160g を凍結乾燥し、乾燥物に 50%EtOH 800ml を加えて 20 時間攪拌抽出後、濾過助剤にケイソウ土を用いて吸引濾過を行い 750ml の抽出液を得た。

III. HPLC 用検液の調整

<蒲鉾以外の食品抽出液>

脱脂

それぞれ得られた抽出液に対して、1:1 になるよう Hexane を加え振とう後、抽出液層と Hexane 層に分け、抽出層を 1/2 以下まで減圧濃縮した。

カートリッジカラム

ボンドエリート C18 (size 5cc) に得られた濃縮液を注入し、色素成分を吸着させ水で洗浄後、少量の MeOH を用いて溶出した。得られた色素画分を減圧乾固した。

乾固物

MeOH 2ml を加えて溶解し、0.45 μm のフィルターで濾過した。

可視部吸収スペクトル, HPLC 用検液

<蒲鉾抽出液>

脱脂

それぞれ得られた抽出液に対して、1:1になるよう Hexane を加え振とう後、抽出液層と Hexane 層に分け、抽出層を 1/2 以下まで減圧濃縮した。

カートリッジカラム

ボンドエリート C18 (size 5cc) に得られた濃縮液を注入し、色素成分を吸着させ水で洗浄後、少量の MeOH を用いて溶出した。得られた色素画分を減圧乾固した。

シリカゲルカラム

少量の $\text{CHCl}_3 \cdot \text{MeOH} \cdot \text{AcOH} (8:2:0.1)$ 混液で懸濁し、Silicagel カラム(内径 1.0cm × 長さ 20cm)に注入し、 $\text{CHCl}_3 \cdot \text{MeOH} \cdot \text{AcOH} (8:2:0.1)$ 混液で溶出した。得られた溶出液を減圧乾固した。

乾固物

MeOH 2ml を加えて溶解し、 $0.45 \mu\text{m}$ のフィルターで濾過した。

可視部吸収スペクトル, HPLC 用検液

<結果>

可視部吸収スペクトルは、いずれの食品も得られた検液はベニコウジ色素特有の吸収曲線を描いた。また、HPLC の結果は、赤飯の素・ヨーグルト・カニチップについては、標準品との Co-HPLC で5種の化合物を確認できそうである。しかし、蒲鉾については、複数のピークが検出されており、Co-HPLC での確認は難しいと思われる。

詳細については、別紙のデータを参照して下さい。

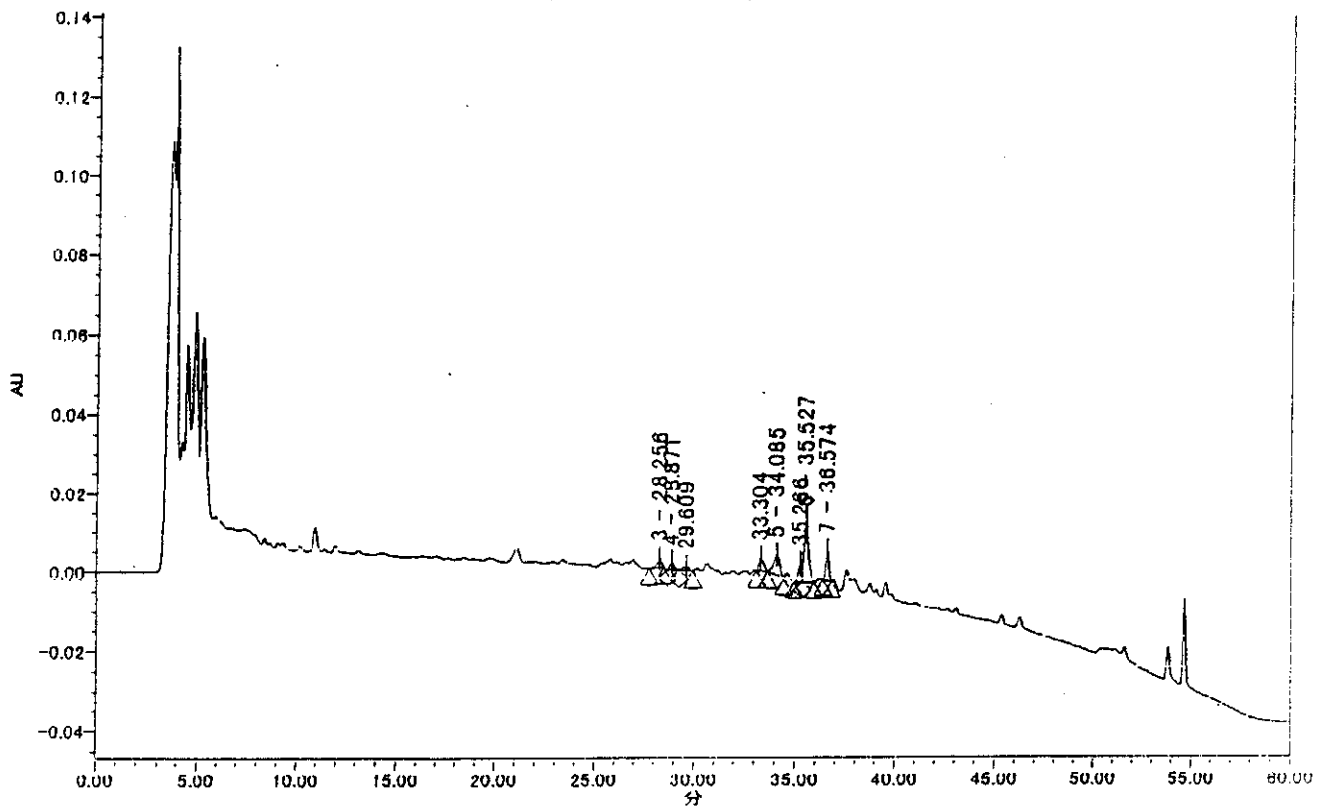
1) 小豆煮汁

サンプル情報

サンプル名 小豆煮汁
 バイアル 12
 注入 #1
 注入量 10.00 ul
 チャンネル 486
 分析時間 60.00 分

サンプルの種類 未知試料
 取り込みキットセット 紅麹
 分析日 2000/02/25 16:26:14
 解析メソッド 紅麹標準品
 解析日 2000/02/25 17:35:36

オートスケールクロマトグラム



ピークテーブル

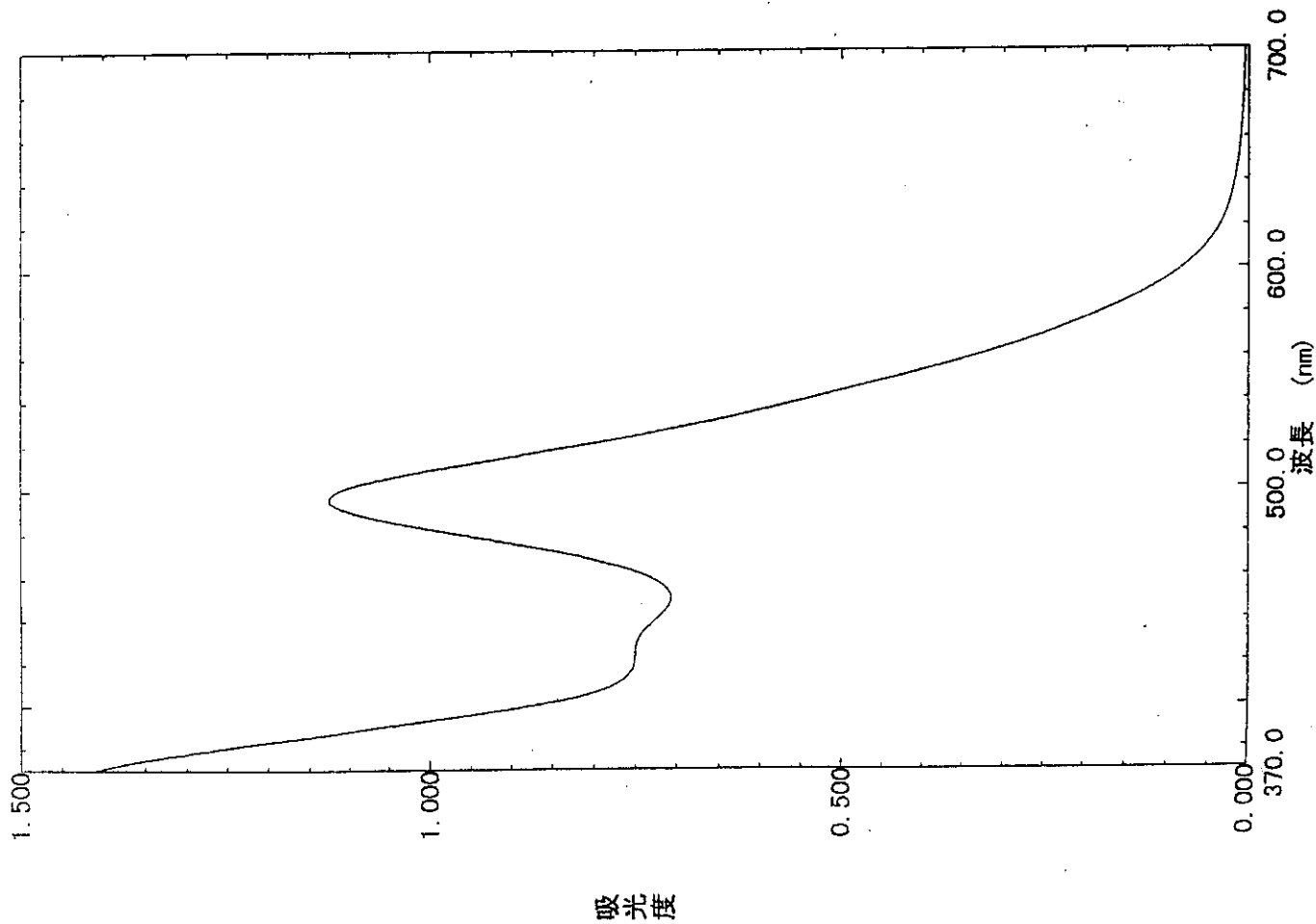
名前	保持時間	面積	高さ	%面積
1 3	28.256	34358	2307	5.80
2 4	29.971	29395	1863	4.46
3	29.609	20845	887	3.52
4	33.304	53634	3389	9.04
5 5	34.085	108677	5206	18.35
6	35.266	53569	4549	9.05
7 6	35.527	221828	14836	37.46
8 7	36.574	72917	7439	12.31

ファイル名 : 小豆煮汁

作成日時 : 13:35 00/02/25
操作者 : 村田

測定モード : 吸光度
スキャンスピード : 高速
スキャン幅 : 2.0
サンプリング間隔 : 0.2

番号 : 1
波長 (nm) : 495.00
吸光度 : 1.126



吸光度

2) 完熟いちごのヨーグルト

サンプル情報

サンプル名 ヨーグルト

バイアル 10

注入 # 1

注入量 10.00 ul

チャンネル 488

分析時間 80.00 分

サンプルの種類 未知試料

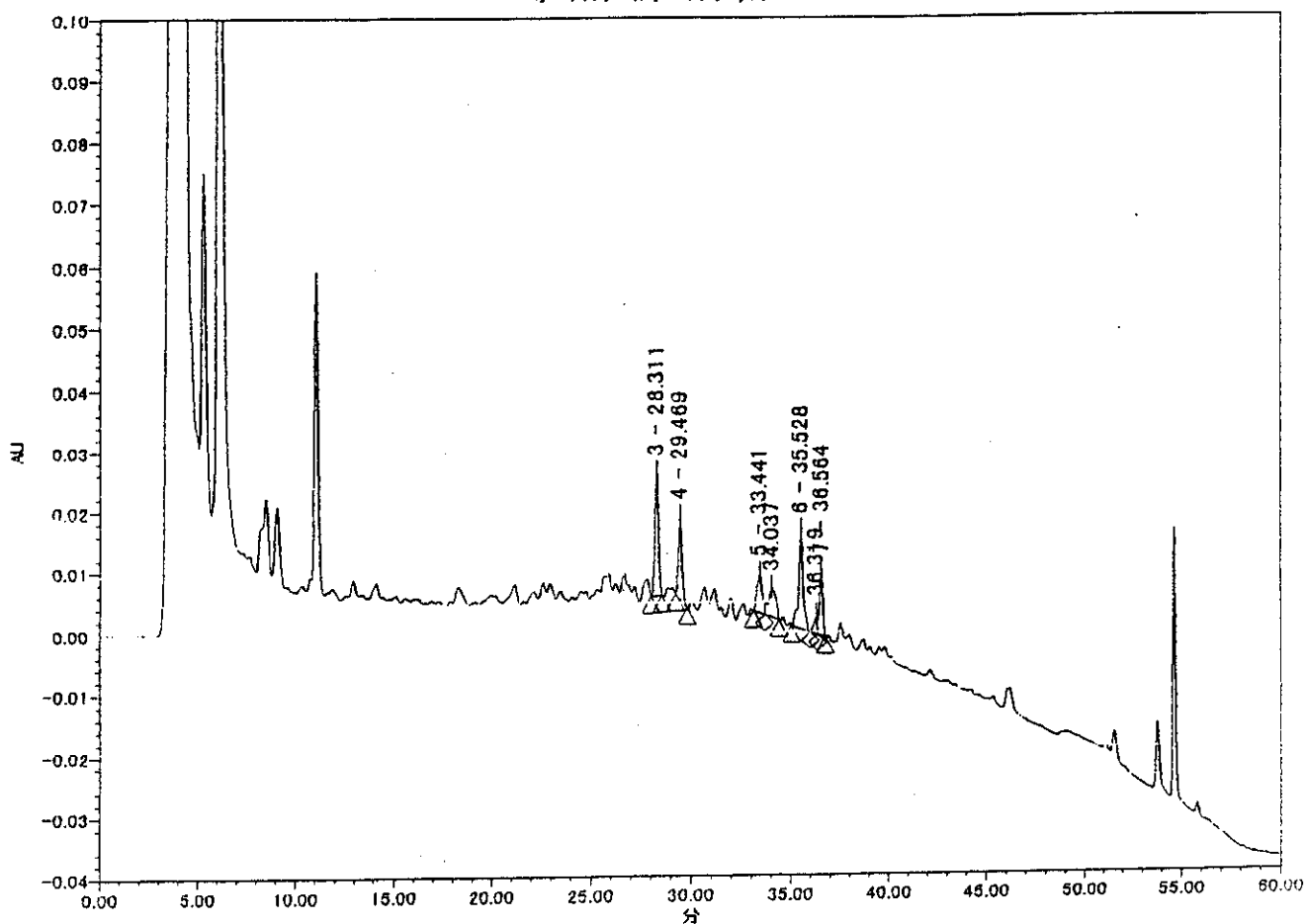
取り込みキットセット 紅麴

分析日 2000/02/25 13:06:24

解析キット 紅麴標準品

解析日 2000/02/25 14:14:29

オートスケールクロマトグラム



ピークテーブル

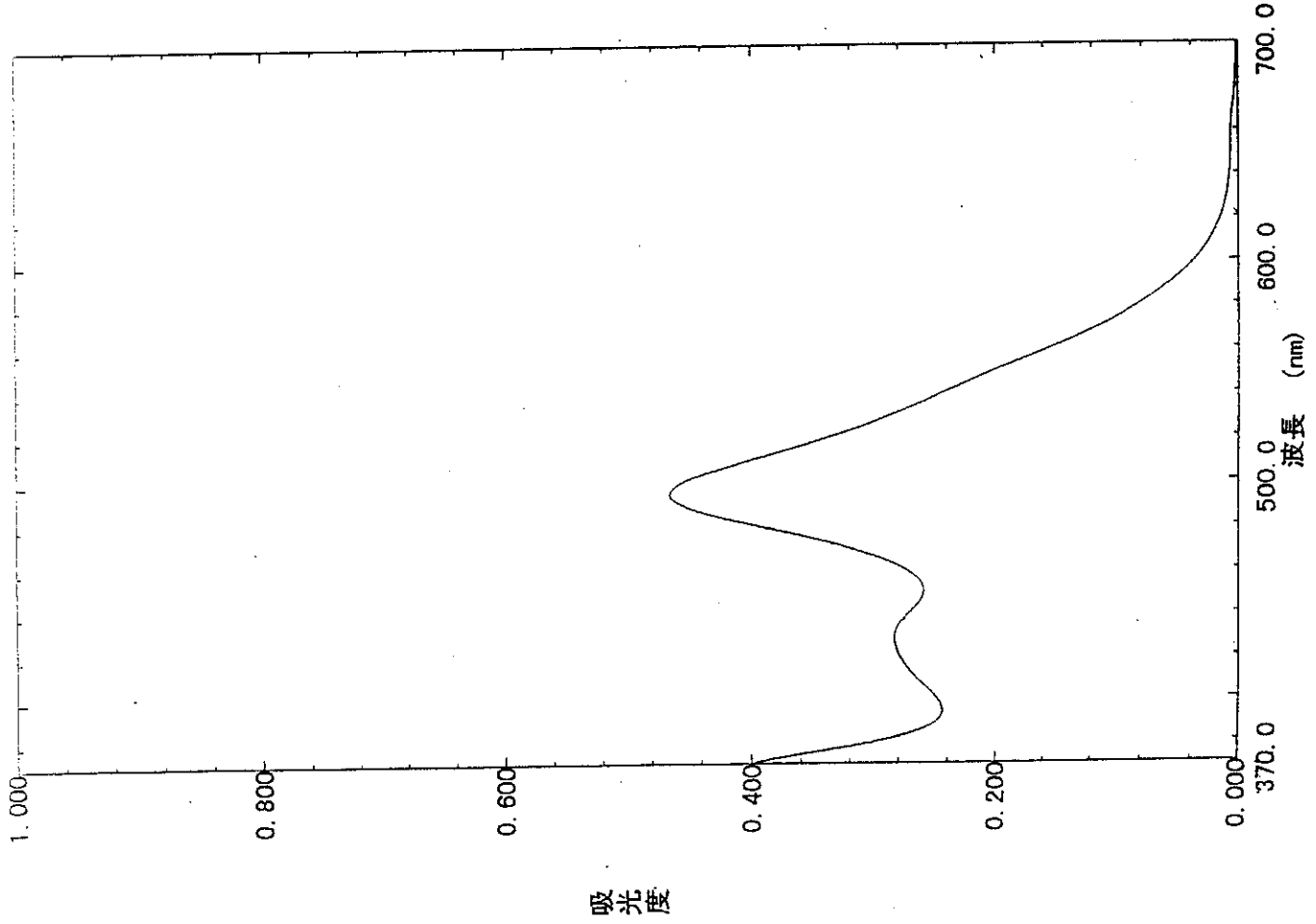
名前	保持時間	面積	高さ	%面積	%高さ
1 3	28.311	257844	20585	23.90	27.17
2 4	29.469	169293	13659	15.89	18.03
3 5	33.441	118761	8559	10.82	8.66
4	34.037	126049	4871	11.69	6.43
5 6	35.528	250275	16144	23.20	21.31
6	36.319	37402	3244	3.47	4.28
7 7	36.564	121086	10698	11.23	14.12

ファイル名 : ヨーグurt

作成日時 : 13:33 00/02/25
データ : オリジナル

測定モード : 吸光度
スキャン幅 : 2.0
サンプリング間隔 : 0.2

番号 波長 (nm) 吸光度
1 495.00 0.466
2 427.60 0.283



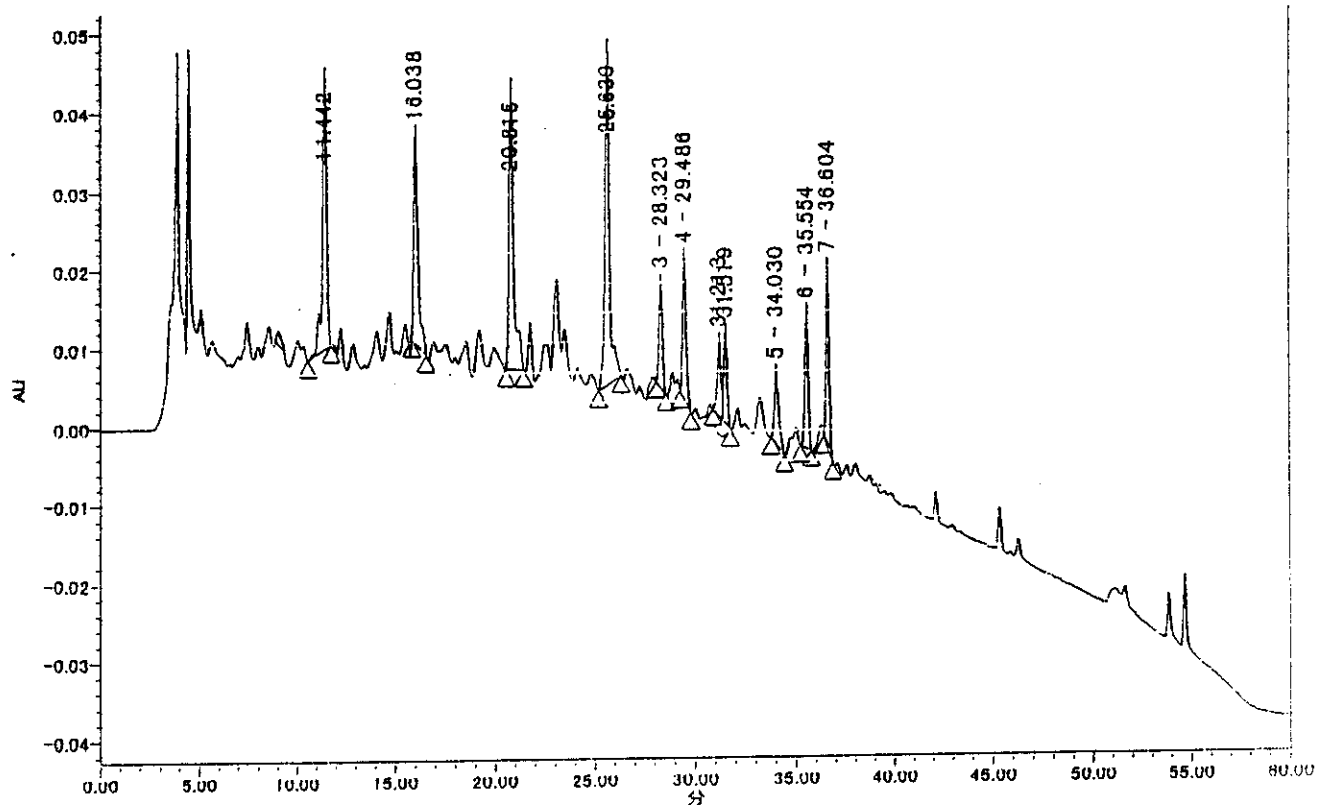
3) カニチップ

サンプル情報

サンプル名 カニチップ(油菓子)
 バイアル 11
 注入 # 1
 注入量 10.00 ul
 チャンネル 488
 分析時間 60.00 分

サンプルの種類 未知試料
 取り込みメソッドセット 紅麹
 分析日 2000/02/25 14:37:30
 解析メソッド 紅麹標準品
 解析日 2000/02/25 15:44:57

オートスケールクロマトグラム



ピークテーブル

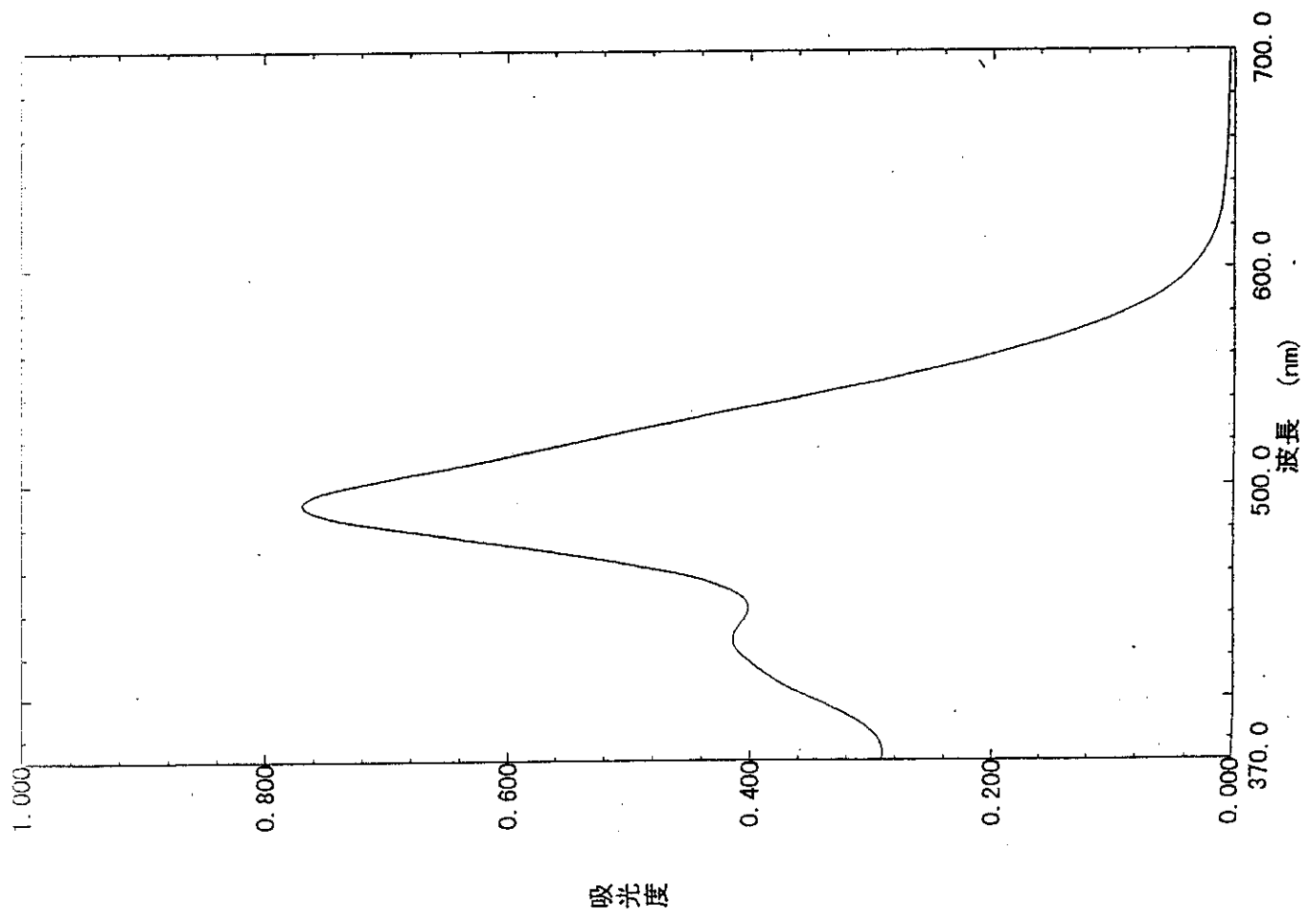
名前	保持時間	面積	高さ	%面積	
1	11.442	530379	34474	15.71	
2	16.038	406096	26387	12.03	
3	20.815	575923	35603	17.00	
4	25.639	672913	42399	19.93	
5	3	28.323	154473	12852	4.58
6	4	29.488	210559	17643	6.24
7		31.213	120138	9166	3.56
8		31.519	132813	11274	3.93
9	5	34.030	135401	8844	4.01
10	6	35.554	196888	17026	5.83
11	7	36.604	240451	22701	7.12

ファイル名 : カニツツ

作成日時 : 13:30 00/02/25
データ : リジナル

測定モード : 吸光度
スキャンスピード : 高速
スリット幅 : 2.0
サンプリング間隔 : 0.2

番号	波長 (nm)	吸光度
1	491.00	0.770
2	427.80	0.415



4) オホーツク

サンプル情報

サンプル名 カニカマ(オホーツク)

バイアル 1

注入 # 1

注入量 20.00 ul

チャンネル 486

分析時間 60.00 分

サンプルの種類 未知試料

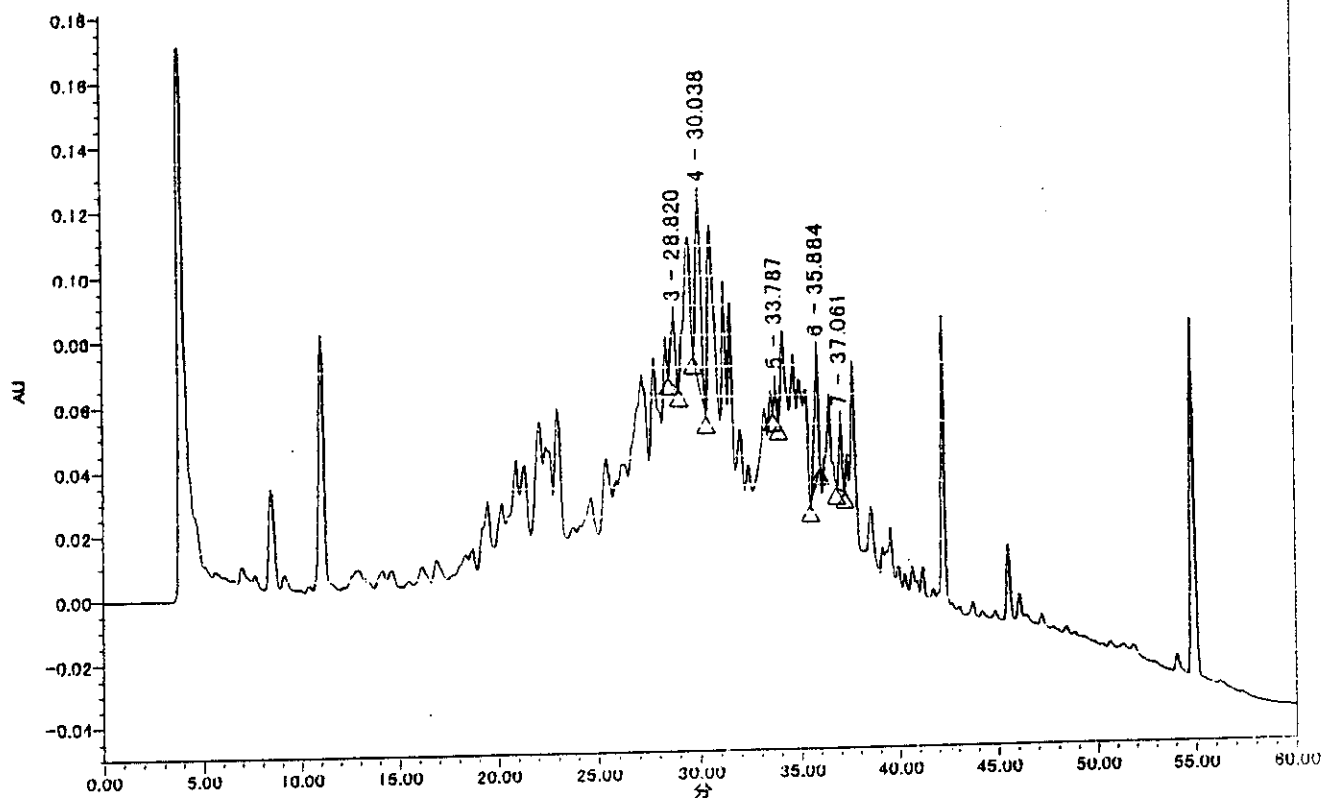
取り込みメソッドセット 紅麹

分析日 2000/02/24 10:08:33

解析メソッド 紅麹標準品

解析日 2000/02/24 11:55:56

オートスケールクロマトグラム



ピークテーブル

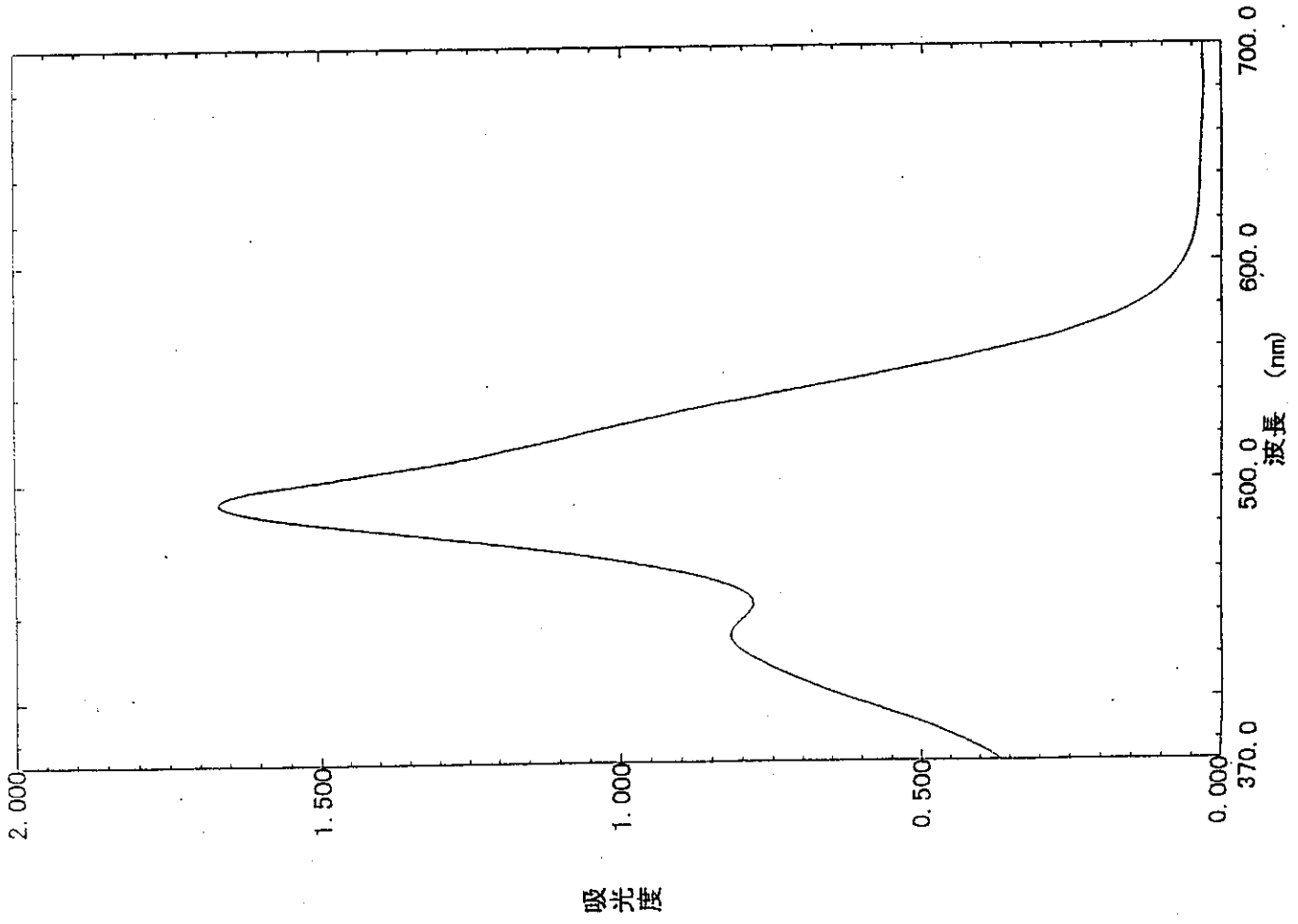
名前	保持時間	面積	高さ	%面積	
1	3	28.820	302407	19822	14.12
2	4	30.038	978429	56802	45.89
3	5	33.787	85779	10088	4.01
4	6	35.884	553029	38407	25.83
5	7	37.061	221689	21065	10.35

ファイル名 : カニガマ

作成日時 : 13:37 00/02/25
操作者 : 柳澤 伸

測定モード : 吸光度
スキップ幅 : 2.0
サンプリング間隔 : 0.2

番号	波長 (nm)	吸光度
1	490.60	1.668
2	429.20	0.820



紅麹菌に関する文献調査研究

分担研究者
東亜大学大学院
義平邦利

研究協力者
三栄源 F F I (株) 学術部
井上健夫

1. 研究目的

Monascus 属の安全性を確保するために、DIALOG を用い文献調査を行った。

2. 研究方法

Monascus 属菌は分類が確立されていないため、*Monascus purpureus* 以外の種のみならず、同族の菌び *Monascus* を対象としてキーワードを選び、DIALOG を用い、食品に関連あるファイルを選び文献調査を行った。

1) キーワード

Monascus 属菌は分類が確立されていないため、*Monascus purpureus* 以外の種のみならず、同族の菌び *Monascus* を対象として表 1 に示すキーワード選び文献調査を行った。

表 1. キーワード

キーワード
<i>Monascus ruber</i>
<i>Monascus Ruber</i>
<i>Monascus anka</i>
<i>Monascus Anka</i>
<i>Monascus paxii</i>
<i>Monascus Paxii</i>
<i>Monascus purpureus</i>
<i>Monascus Purpureus</i>
<i>Monascus rubigionosus</i>
<i>Monascus Rubigionosus</i>
<i>Monascus rubropunctatus</i>
<i>Monascus Rubropunctatus</i>
<i>Monascus Rubigionosus</i>
<i>Monascus</i>

2) DIALOG による検索に使用するファイル (原著) の選択

DIALOG には、624のファイルがあることから、食品に関係すると思われるファイルを選択するために予備的調査を行い、検討を重ねた結果、次に示すファイルで十分に、本目的に即することが判明したので、表2にしめたファイルを用いた。

DIALOG ファイル No.	ファイル (原著)
File 2:	Inspec 1969-1999/Mar W2
File 5:	Biosis Previews (R) 1969-1999/Mar W4
File 6:	Ntis 64-1999/Apr W3
File 10:	Agricola 70-1999/Mar
File 34:	Scisearch (R) Cited Ref Sci 1990-1999/Mar W2
File 35:	Dissertation Abstracts Online 1861-1999/Mar
File 50:	Cab Abstracts 1972-1999/Feb
File 51:	Food Sci.&Tech.Abs 1969-1999/Feb
File 53:	Foodline (R) : Food Science & Technology 1972-1999/Mar 17
File 60:	Cris/Usda 1998/Sep
File 65:	Inside Conferences 1993-1999/Mar W3
File 77:	Conference Papers Index 1973-1999/Mar
File 79:	Foods Adlibra (tm) 1974-1999/Jan
File 94:	JICST-eplus 1985-1999/Dec W4
File 98:	General Sci Abs/Full-Text 1984-1999/Feb
File 99:	Wilson Appl. Sci & Tech Abs 1983-1999/Feb
File 144:	Pascal 1973-1999/Jan
File 203:	Agris 1974-1999/Feb
File 266:	Fedrip 1999/Jan
File 305:	Analytical Abstracts 1980-1999/Apr
File 317:	Chemical Safety NewsBase 1981-1999/Apr
File 354:	Apilit (R) 1965-1999/Mar W3
File 370:	Science 1996-1999/Feb W2
File 399:	Ca Search (R) 1967-1999/Ud=13012
File 434:	Scisearch (R) Cited Ref Sci 1974-1989/Dec

3. 調査研究結果

DIALOG を用い文献調査を行った結果、*Monascus* 属に関係がある文献数は、295件であった。

Monascus 属で、文献が存在した種は、*Monascus albidus*、*Monascus albus*、*Monascus anka*、*Monascus araneosus*、*Monascus barkeri*、*Monascus bisporus*、*Monascus fuliginosus*、*Monascus kaoliang*、*Monascus luteus*、*Monascus paxii*、*Monascus pilosus*、*Monascus pubigerus*、*Monascus purpureus*、*Monascus ruber*、*Monascus rubigionosus*、*Monascus rubropunctatus*、*Monascus serorubescens*、*Monascus vitreus* の18種であった。

各、*Monascus* 属における文献数は、表3に示すように *Monascus purpureus* が最も多く、ついで、*Monascus anka* と *Monascus ruber* の順であった。

その他に、色素等の生産に関する文献が55件、色素に関する文献が80件、醗酵に関する文献が34件、液体培養に関する文献が25件、固体培養に関するが文献11件であった。コメに関する文献は21件でシトリニンに関する文献が8検あった。

表 3. キーワード

調査対象菌種	文献数
<i>Monascus albidus</i>	1
<i>Monascus albus</i>	1
<i>Monascus anka</i>	1 4 9
<i>Monascus araneosus</i>	2
<i>Monascus barkeri</i>	0
<i>Monascus bisporus</i>	1
<i>Monascus fuliginosus</i>	1
<i>Monascus kaoliang</i>	2
<i>Monascus luteus</i>	1
<i>Monascus paxii</i>	5
<i>Monascus pilosus</i>	7
<i>Monascus pubigerus</i>	2
<i>Monascus purpureus</i>	2 0 9
<i>Monascus ruber</i>	9 0
<i>Monascus rubiginosus</i>	6
<i>Monascus rubropunctatus</i>	2
<i>Monascus serorubescens</i>	2
<i>Monascus vitreus</i>	7
<i>Monascus</i> (紅麴菌)	4 2
紅麴色素	5 3

(但し、重複した文献を含む)