

クチナシ青色素の確認試験(案)結果

グリコ栄養食品株式会社

試料

- クチナン青色素 (1) Lot No 030528
 (2) Lot No 030611
 (3) Lot No 030822

クチナン青色素は、グリコ栄養食品(株)製『クチナブルーカラー1250P』(賦形剤としてデキストリン含有)を用いた。

確認試験(案)

本品の表示量から色価 50 に換算して 0.2g に相当する量を取り、水を加えて 100ml とし、この溶液 5ml に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5ml を加え、40℃ で 20 分加熱するとき、明らかな色の変化は認められない。

結果

他の色素と比較のため、本確認試験(案)をスピルリナ色素・食用青色1号・食用青色2号でもそれぞれ行なった。

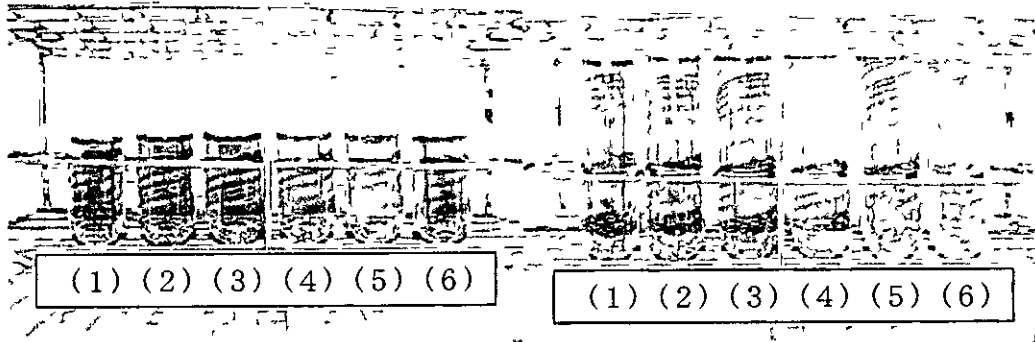
| 色素 | Lot No | 試験結果 | | | | | |
|---------|------------|------|---|-----|---|-----|---|
| | | 1回目 | | 2回目 | | 3回目 | |
| クチナシ青色素 | (1) 030528 | 適 | ○ | 適 | ○ | 適 | ○ |
| | (2) 030611 | 適 | ○ | 適 | ○ | 適 | ○ |
| | (3) 030822 | 適 | ○ | 適 | ○ | 適 | ○ |
| スピルリナ色素 | (4) — | 不適 | × | 不適 | × | 不適 | × |
| 食用青色1号 | (5) — | 不適 | × | 不適 | × | 不適 | × |
| 食用青色2号 | (6) — | 不適 | × | 不適 | × | 不適 | × |

変化なし ○ 脱色あり ×

クチナシ青色素は全ての試料について明らかな色の変化を認めなかった。また同一試料について3回繰り返したか、同様の結果となった。一方スピルリナ色素・食用青色1号 食用青色2号については脱色が見られた。また同一試料について3回繰り返したが、同様の結果となった。

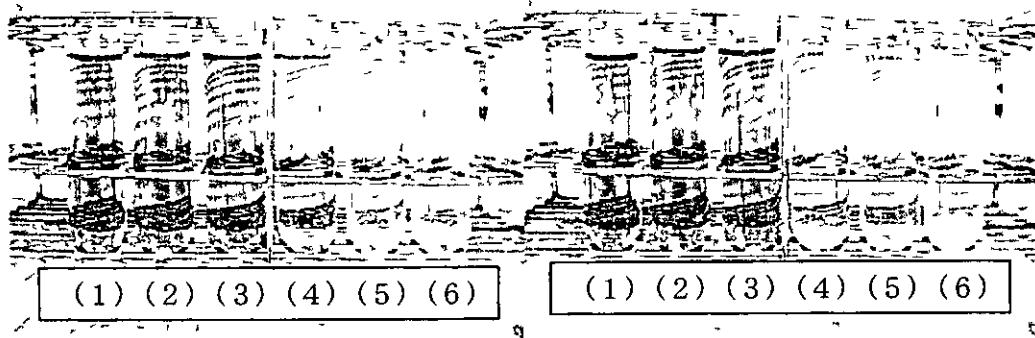
水酸化ナトリウム溶液混合前

水酸化ナトリウム溶液混合後

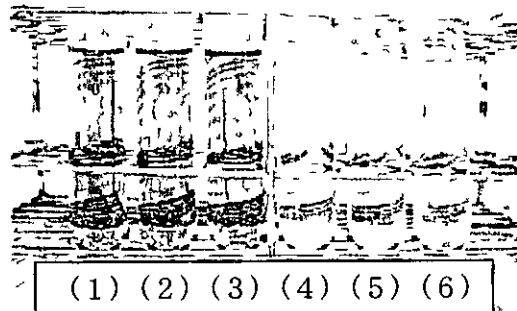


試験1回目

試験2回目



試験3回目



2003年9月26日

クチナシ青色素の確認試験

(簡易確認試験法(案)による確認試験)

三栄源エフ エフ・アイ株式会社

1 試料

青系色素

- ・青色1号
- ・青色2号
- ・スピルリナ色素
- ・クチナシ青色素(10種類)

青色1号、青色2号、スピルリナ色素及びクチナシ青色素1~7は3LOT、クチナシ青色素8~10は1LOTのサンプルを用意し以下の方法で確認試験を行った。なお確認試験は1LOTにつき2回実施した。

2 方法

当社のクチナシ青色素(10種類)の確認試験を台糖株式会社か提案された簡易確認試験法(案)の方法に従って実施した。なお各サンプルの確認試験は2回ずつ行った。

各色素をそれぞれの極大吸収波長において $E(10\%)=0.1$ になるようRO水にて希釈したものを検液として試験に用いた。この検液5mlに水酸化ナトリウム溶液(1→25)5mlを加え攪拌混合し、40℃-20分または50℃-10分の各条件で静置した後の検液の色を比較した。

3 結果

各色素の加熱後の外観色の結果を表1に、加熱前の様子を写真1に、50℃-10分加熱後の様子を写真2に示した。

40℃-20分または50℃-10分で加熱後の検液の外観色は、クチナシ青色素はいずれの加熱条件とも外観色に変化がみられず青色を呈していた。青色1号、青色2号、スピルリナ色素はいずれの加熱条件とも退色し無色となった(写真2参照)。

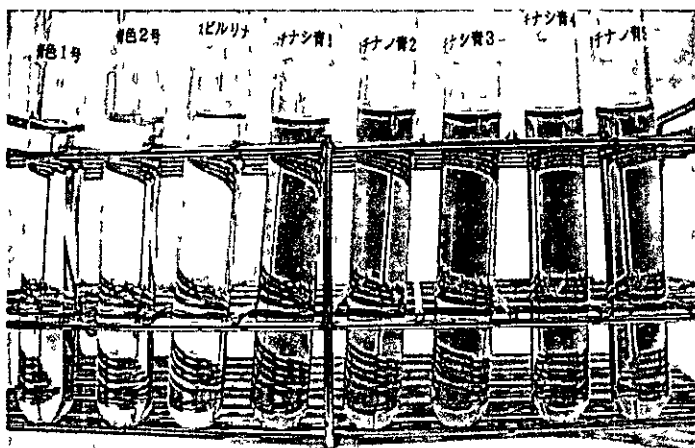
簡易確認試験法にて、当社のクチナシ青色素と他の青系色素を区別することが可能であることが確認出来た。

表1 簡易確認試験法(案)による結果

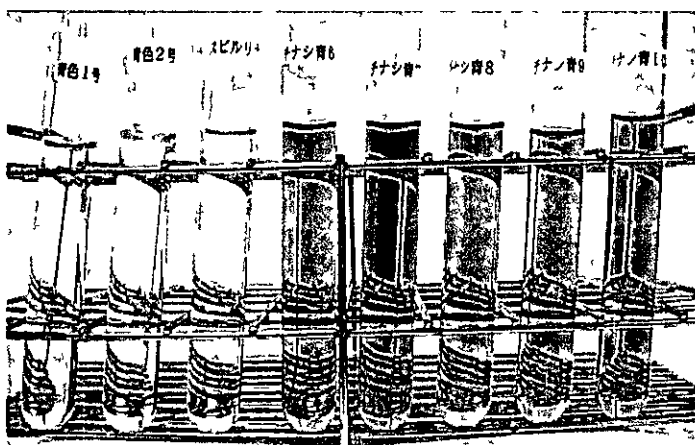
| 品名 | LOT | 40℃-20分 加熱後 | | 50℃-10分 加熱後 | |
|-----------|-----|-------------|--------|-------------|--------|
| | | 測定回数 | | 測定回数 | |
| | | 1回目 | 2回目 | 1回目 | 2回目 |
| 青色1号 | ① | 退色(無色) | 退色(無色) | 退色(無色) | 退色(無色) |
| | ② | " | " | " | " |
| | ③ | " | " | " | " |
| 青色2号 | ① | 退色(無色) | 退色(無色) | 退色(無色) | 退色(無色) |
| | ② | " | " | " | " |
| | ③ | " | " | " | " |
| スピルリナ色素 | ① | 退色(無色) | 退色(無色) | 退色(無色) | 退色(無色) |
| | ② | " | " | " | " |
| | ③ | " | " | " | " |
| クチナシ青色素1 | ① | 変化無し | 変化無し | 変化無し | 変化無し |
| | ② | " | " | " | " |
| | ③ | " | " | " | " |
| クチナシ青色素2 | ① | 変化無し | 変化無し | 変化無し | 変化無し |
| | ② | " | " | " | " |
| | ③ | " | " | " | " |
| クチナシ青色素3 | ① | 変化無し | 変化無し | 変化無し | 変化無し |
| | ② | " | " | " | " |
| | ③ | " | " | " | " |
| クチナシ青色素4 | ① | 変化無し | 変化無し | 変化無し | 変化無し |
| | ② | " | " | " | " |
| | ③ | " | " | " | " |
| クチナシ青色素5 | ① | 変化無し | 変化無し | 変化無し | 変化無し |
| | ② | " | " | " | " |
| | ③ | " | " | " | " |
| クチナシ青色素6 | ① | 変化無し | 変化無し | 変化無し | 変化無し |
| | ② | " | " | " | " |
| | ③ | " | " | " | " |
| クチナシ青色素7 | ① | 変化無し | 変化無し | 変化無し | 変化無し |
| | ② | " | " | " | " |
| | ③ | " | " | " | " |
| クチナシ青色素8 | ① | 変化無し | 変化無し | 変化無し | 変化無し |
| クチナシ青色素9 | ① | 変化無し | 変化無し | 変化無し | 変化無し |
| クチナシ青色素10 | ① | 変化無し | 変化無し | 変化無し | 変化無し |

添付資料

写真1 水酸化ナトリウム添加直後(加熱前)

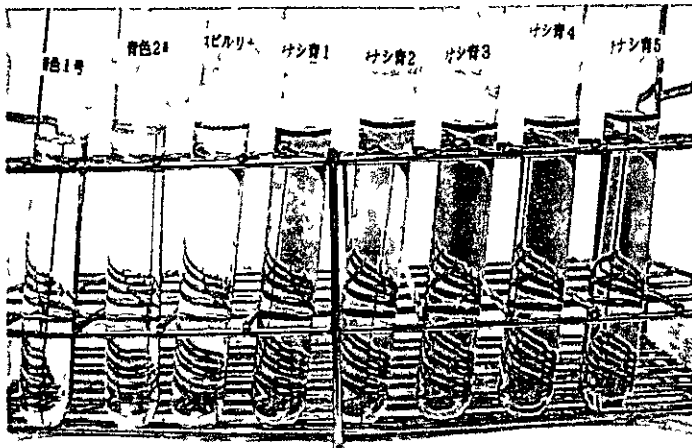


写真左より、青色1号、青色2号、スピルリナ、クチナシ青1、2、3、4、5の順

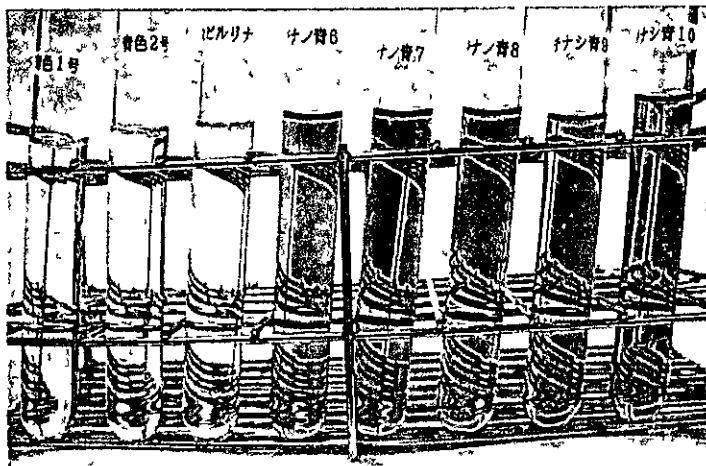


写真左より、青色1号、青色2号、スピルリナ、クチナシ青6、7、8、9、10の順

写真2 50℃-10分加熱後



写真左より、青色1号、青色2号、スピルリナ、クチナシ青1、2、3、4、5の順



写真左より、青色1号、青色2号、スピルリナ、クチナシ青6、7、8、9、10の順

クチナシ青色素の確認試験

(クチナシ青色素の簡易確認試験法 (案))

台糖株式会社

1 試料

青系色素

青色1号

青色2号

・スピルリナ色素

・クチナシ青色素 (3種類)

2 方法

各色素をそれぞれの極大吸収波長において $E\% = 0.1$ になるようRO水にて希釈したものを検液として試験に用いた。この検液5mlに水酸化ナトリウム溶液(1→25)5mlを加え攪拌混合し、室温(28℃)、40℃、50℃、95℃の各温度で、適当な時間静置した後の検液の色を比較した。

3 結果

各色素の反応結果を表1および写真1～9に示した。

青色2号およびスピルリナ色素は、水酸化ナトリウム溶液を添加すると直ちに色調変化または退色が認められるため、クチナシ青色素との区別は容易であるが、青色1号はクチナシ青色素同様、ほとんど変化しない(写真1、2)。しかし、この検液を室温(28℃)で60分間静置すると、青色1号も退色が認められ、クチナシ青色素と他の青系色素を区別することか可能である(写真4)。なお、60分間静置後の検液をさらに60分間(合計120分間)静置したが、検液の色に変化はなかった。

また、40℃で加熱した場合は、10分間では青色1号の退色がいまひとつである(写真5)か、20分間では明らかな退色が認められた(写真6)。したがって、40℃-20分の加熱条件によれば、より短時間でクチナシ青色素と他の青系色素を区別することか可能である。なお、20分間加熱後の検液をさらに20分間(合計40分間)加熱したか、検液の色に変化はなかった。

また、50℃で加熱した場合は、10分間で40℃-20分と同様の結果になった(写真7)。したがって50℃-10分の加熱条件によれば、さらに試験時間を短縮できるものと思われる。ただし、30分以上加熱すると、退色したスピルリナ色素が薄く再着色するため、必要以上に長い時間を設定すべきではないと考えられる(写真8)。

なお、95℃で加熱した場合は、クチナシ青色素3(写真9)に見られるように、一部のクチナシ青色素において色調変化が認められる可能性があることから、必要以上に高い温度を設定すべきではなく、クチナシ青色素の確認試験方法の条件(案)としては、水酸化ナトリウム溶液添加後、40℃-20分または50℃-10分か適当であると考えられる。

表1 各色素の反応結果

| | NaOH 添加直後 | 28℃-30分 | 28℃-60分 | 40℃-10分 | 40℃-20分 | 50℃-10分 | 50℃-30分 | 95℃-5分 |
|---------|-----------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|--------|
| 青色1号 | 変化なし | 薄い水色 | 退色 | 薄い水色 | 極薄い紫 | 極薄い紫 | 極薄い紫 | 薄い紫 |
| 青色2号 | 淡黄色 | 退色 | 退色 | 極薄い黄色 | 退色 | 退色 | 退色 | 退色 |
| スピリリナ色素 | 退色 | 退色 | 退色 | 退色 | 退色 | 退色 | 極薄い黄色 | 炭黄色 |
| クワノ青色素1 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| クワノ青色素2 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| クワノ青色素3 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 薄い赤紫 |

4 他の同系青色素との区別を明確にするための確認試験法 (案)

第三版 既存添加物 目上規格のクチナシ青色素確認試験法は以下のとおりである。

- (1) 本品の表示量から色価 50 に換算して 0.2g に相当する量を取り、クエン酸緩衝液 (pH7.0) 100ml を加えてとこした液は、青～青紫色を呈する。
- (2) 本品にクエン酸緩衝液 (pH7.0) を加えて溶かした液は、波長 570～610nm に極大吸収部がある。
- (3) 本品の表示量から色価 50 に換算して 0.2g に相当する量を取り、水を加えて 100ml とし、この溶液 5ml に塩酸 1～2 滴を加えた後、久

塩硫酸ナトリウム 1～3 滴加えるとき、速やかに脱色される。

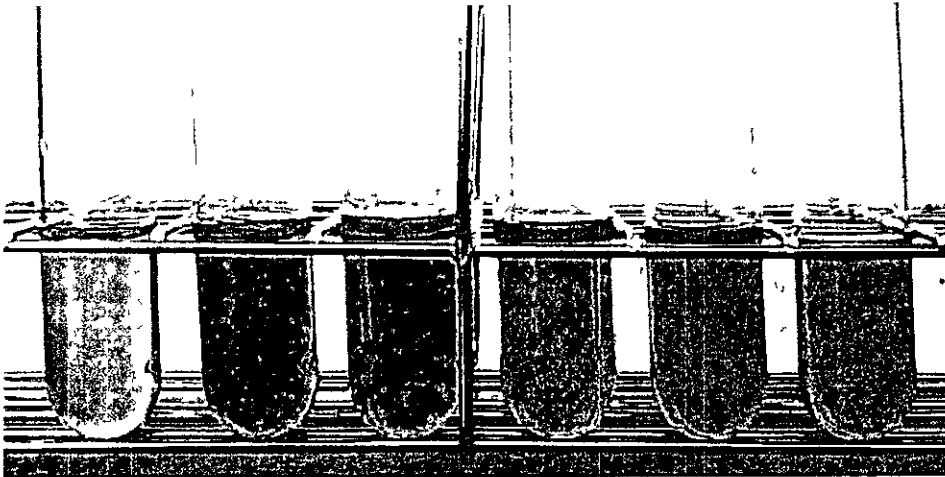
上記の現状確認試験法に、他の同系青色素との区別を明確にするため、以下を追加する。

- (4) 本品の表示量から色価 50 に換算して 0.2g に相当する量を取り、水を加えて 100ml とし、この溶液 5ml に水酸化ナトリウム溶液 (1→25) 5ml を加え、40℃-20分 (または 50℃-10分) 加熱するとき、明らかな色の変化は認められない。

以下

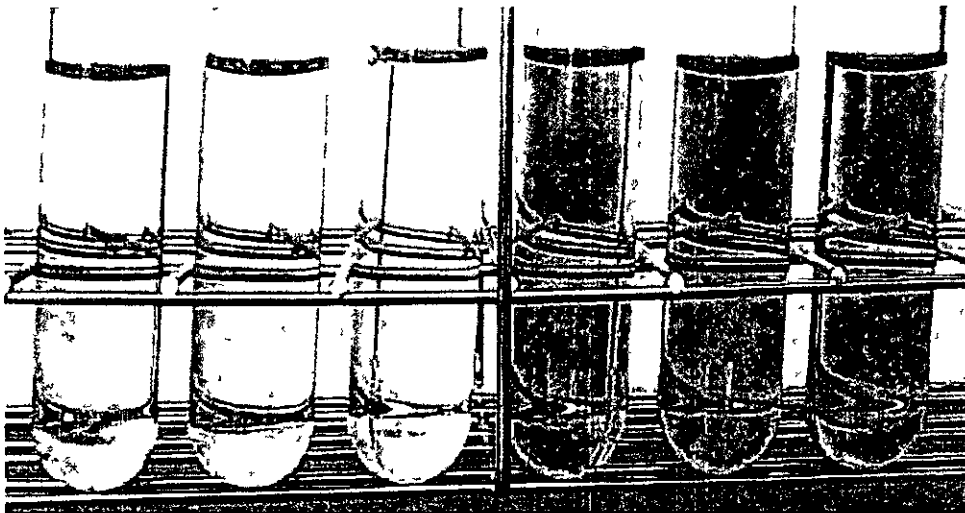
添付資料

写真1 水酸化ナトリウム添加前 (28℃)



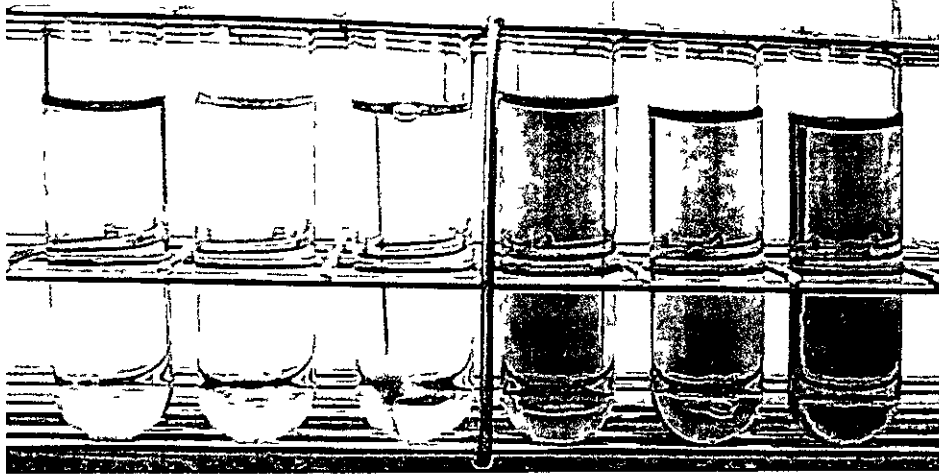
青色1号 青色2号 スピルリナ クチナシ膏1 クチナシ膏2 クチナシ膏3

写真2 水酸化ナトリウム添加直後 (28℃)



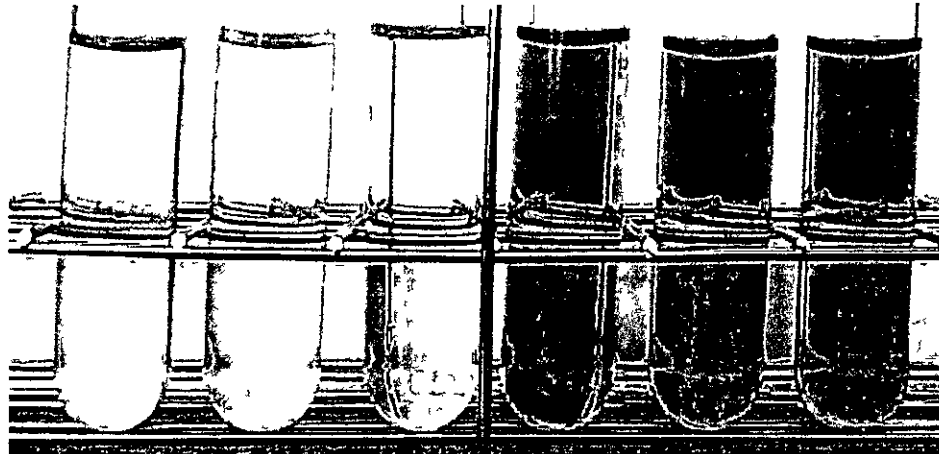
青色1号 青色2号 スピルリナ クチナシ膏1 クチナシ膏2 クチナシ膏3

写真3 水酸化ナトリウム添加後、室温(28℃) - 30分



青色1号 青色2号 スピルリナ クチナシ膏1 クチナシ膏2 クチナシ膏3

写真4 水酸化ナトリウム添加後、室温(28℃) - 60分



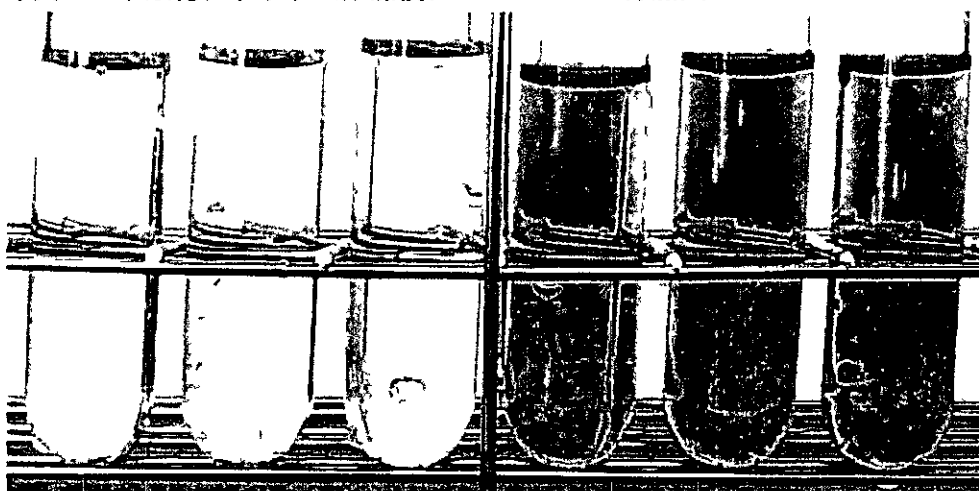
青色1号 青色2号 スピルリナ クチナシ膏1 クチナシ膏2 クチナシ膏3

写真5 水酸化ナトリウム添加後、40℃-10分加熱



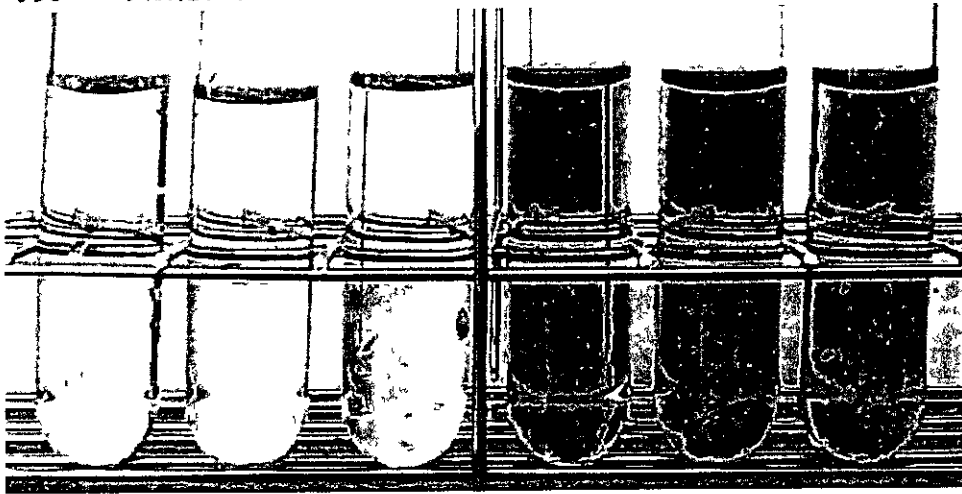
青色1号 青色2号 スピルリナ クチナシ青1 クチナシ青2 クチナシ青3

写真6 水酸化ナトリウム添加後、40℃-20分加熱



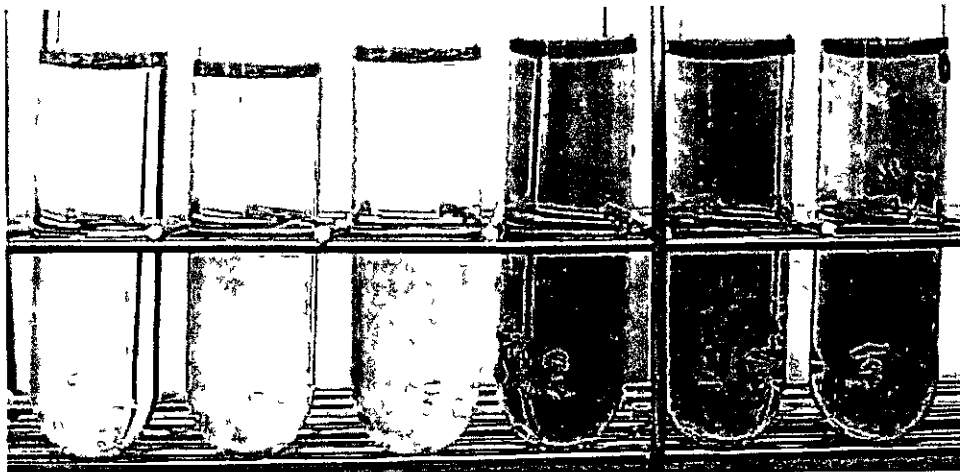
青色1号 青色2号 スピルリナ クチナシ青1 クチナシ青2 クチナン青3

写真7 水酸化ナトリウム添加後、50℃-10分加熱



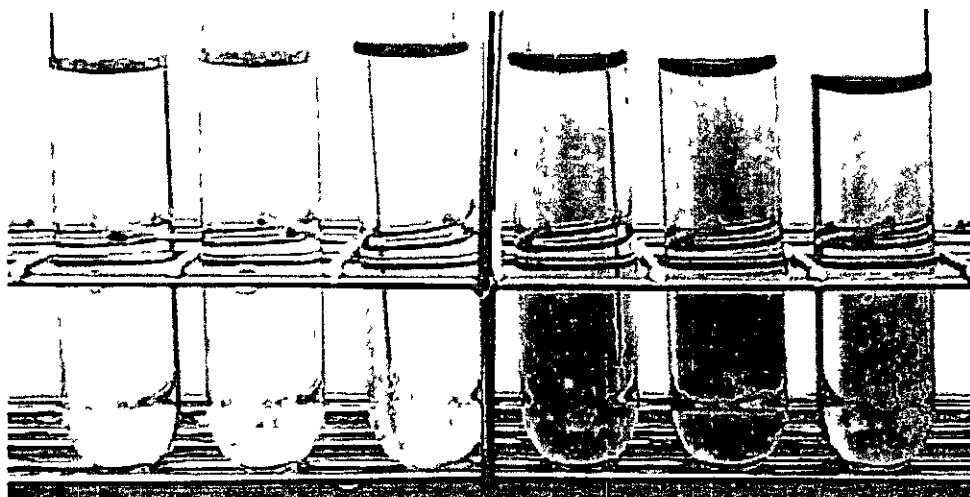
青色1号 青色2号 スピルリナ クチナシ膏1 クチナシ膏2 クチナシ膏3

写真8 水酸化ナトリウム添加後、50℃-30分加熱



青色1号 青色2号 スピルリナ クチナシ膏1 クチナシ膏2 クチナシ膏3

写真9 水酸化ナトリウム添加後、95℃-5分加熱



青色1号 青色2号 スピルリナ クチナシ膏1 クチナシ膏2 クチナシ膏3

クチナシ青色素確認試験

【試料】

- ・青色1号
- ・青色2号
- ・スピルリナ色素
- ・クチナシ青色素5種（日農品 各3Lot）

【試薬】

- ・水酸化ナトリウム（FW=40.00）
（関東化学 鹿1級）

【器具】

- ・分光光度計（島津UV-2400）
- ・石英セル（光路長1cm）
- ・ホールピペット（5ml）
- ・試験管（20ml）
- ・試験管立て
- ・

【方法】

各色素をそれぞれ極大吸収波長において $E_{10\%cm} = 0.1$ になるよう蒸留水にて希釈したものを試験液とし、この溶液5mlに水酸化ナトリウム水溶液（1⇒25）5mlを加えて攪拌・混合し、50℃、10分間加熱したときの色の変化を見る。

【結果】

上記方法にて各色素について試験したところ、青色2号、スピルリナ色素においては水酸化ナトリウム水溶液を添加した瞬間に変色または褪色、青色1号及びクチナシ青色素各色素には変化がみられなかった。
加熱後は青色1号は褪色、各クチナシ青色素においては変化が見られなかった。

各色素のNaOH水溶液添加後及び加熱処理後の変化

| | Lot | NaOH soln 添加直後 | | | 50℃, 10min 加熱後 | | |
|--------------------------|--------|----------------|------|------|----------------|------|------|
| | | 回数 | | | 回数 | | |
| | | 1 | 2 | 3 | 1 | 2 | 3 |
| クチナシ青色素 a | 030908 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | 030626 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | 030526 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| クチナシ青色素 a' (デキストリン含有) | 030818 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | 030623 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | 030220 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| クチナシ青色素 b | 030820 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | 030714 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | 030627 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| クチナシ青色素 c | 030904 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | 030724 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | 030716 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| クチナシ青色素 d | 030804 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | 030318 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | 021107 | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| 青色 1 号 | — | 変化なし | | | 極薄い紫色 | | |
| 青色 2 号 | — | 淡黄色 | | | 褪色 | | |
| スピルリナ色素 | — | 褪色 | | | 褪色 | | |

平成15年11月19日

クチナシ青色素の確認試験

長谷川香料株式会社

1 試料

- ・クチナシ青色素 A
- ・クチナシ青色素 B
- ・青色1号
- ・青色2号
- ・スピルリナ色素

2. 方法

各色素をそれぞれの極大吸収波長においてE10%=0.1になるよう水にて希釈したものを検液として試験に用いた。この検液5mlに水酸化ナトリウム溶液（1→25）5mlを加え攪拌混合し、40℃、20分間静置した後の検液の色を比較した。

3 結果

以下に各色素の確認試験結果を示した。

クチナシ青色素 A

LOT. A

| | | 1回目 | 2回目 | 3回目 |
|------------|--------------------|----------------------|---------|---------|
| 色 価 | | 518 | 517 | 514 |
| 性 状 | | 暗青色の液体でわずかに特異なおいがある。 | | |
| 確 認 試 験 | (1)クエン酸緩衝液中の色調 | 青色を呈する。 | 青色を呈する。 | 青色を呈する。 |
| | (2)極大吸収部 | 587nm | 587nm | 587nm |
| | (3)次亜塩素酸 Na を加えたとき | 脱色される | 脱色される | 脱色される |
| | (4)NaOH を加えたとき | 変化なし | 変化なし | 変化なし |

LOT. B

| | | 1回目 | 2回目 | 3回目 |
|------------|--------------------|----------------------|---------|---------|
| 色 価 | | 517 | 520 | 515 |
| 性 状 | | 暗青色の液体でわずかに特異なおいがある。 | | |
| 確 認 試 験 | (1)クエン酸緩衝液中の色調 | 青色を呈する。 | 青色を呈する。 | 青色を呈する。 |
| | (2)極大吸収部 | 587nm | 587nm | 587nm |
| | (3)次亜塩素酸 Na を加えたとき | 脱色される | 脱色される | 脱色される |
| | (4)NaOH を加えたとき | 変化なし | 変化なし | 変化なし |

LOT. C

| | | 1回目 | 2回目 | 3回目 |
|------------|--------------------|----------------------|---------|---------|
| 色 価 | | 516 | 517 | 517 |
| 性 状 | | 暗青色の液体でわずかに特異なおいがある。 | | |
| 確 認 試 験 | (1)クエン酸緩衝液中の色調 | 青色を呈する。 | 青色を呈する。 | 青色を呈する。 |
| | (2)極大吸収部 | 587nm | 587nm | 587nm |
| | (3)次亜塩素酸 Na を加えたとき | 脱色される | 脱色される | 脱色される |
| | (4)NaOH を加えたとき | 変化なし | 変化なし | 変化なし |

クチナシ青色素 B

LOT . A

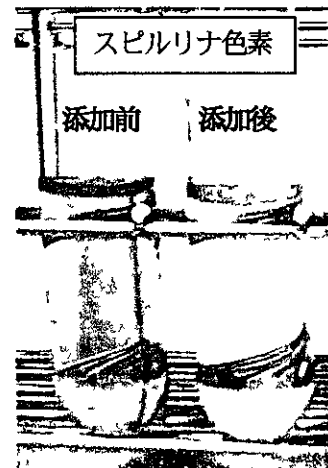
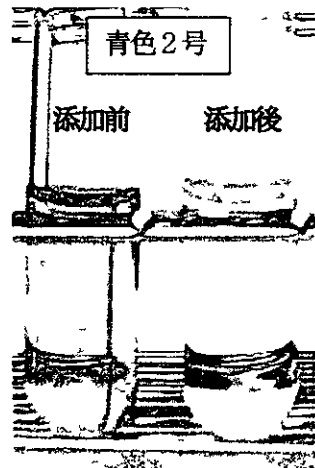
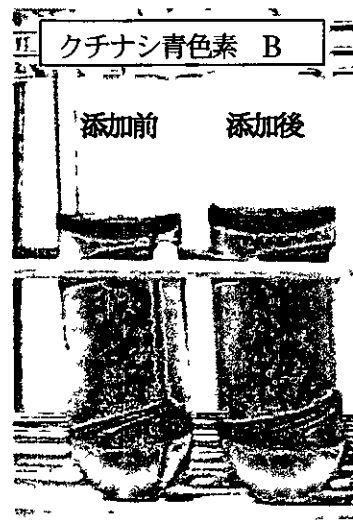
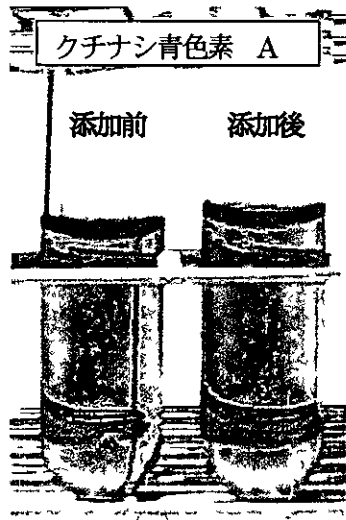
| | | 1回目 | 2回目 | 3回目 |
|---------|--------------------|----------------------|---------|---------|
| 色 価 | | 522 | 524 | 519 |
| 性 状 | | 暗青色の液体でわずかに特異なおいがある。 | | |
| 確 認 試 験 | (1)クエン酸緩衝液中の色調 | 青色を呈する。 | 青色を呈する。 | 青色を呈する。 |
| | (2)極大吸収部 | 593nm | 593nm | 593nm |
| | (3)次亜塩素酸 Na を加えたとき | 脱色される | 脱色される | 脱色される |
| | (4)NaOH を加えたとき | 変化なし | 変化なし | 変化なし |

LOT . B

| | | 1回目 | 2回目 | 3回目 |
|---------|--------------------|----------------------|---------|---------|
| 色 価 | | 522 | 524 | 519 |
| 性 状 | | 暗青色の液体でわずかに特異なおいがある。 | | |
| 確 認 試 験 | (1)クエン酸緩衝液中の色調 | 青色を呈する。 | 青色を呈する。 | 青色を呈する。 |
| | (2)極大吸収部 | 593nm | 593nm | 593nm |
| | (3)次亜塩素酸 Na を加えたとき | 脱色される | 脱色される | 脱色される |
| | (4)NaOH を加えたとき | 変化なし | 変化なし | 変化なし |

LOT . C

| | | 1回目 | 2回目 | 3回目 |
|---------|--------------------|----------------------|---------|---------|
| 色 価 | | 522 | 524 | 519 |
| 性 状 | | 暗青色の液体でわずかに特異なおいがある。 | | |
| 確 認 試 験 | (1)クエン酸緩衝液中の色調 | 青色を呈する。 | 青色を呈する。 | 青色を呈する。 |
| | (2)極大吸収部 | 593nm | 593nm | 593nm |
| | (3)次亜塩素酸 Na を加えたとき | 脱色される | 脱色される | 脱色される |
| | (4)NaOH を加えたとき | 変化なし | 変化なし | 変化なし |



平成15年9月11日

クチナシ青色素の確認試験結果

ヤエガキ醸酵技研株式会社

【試験項目、方法】

第三版 既存添加物 自主規格のクチナシ青色素確認試験方法に下記の試験方法の追加を検討した。

確認試験（4）として

「本品の表示量から、色価 50 に換算して 0.2g に相当する量を取り、水を加えて溶かし全量を 100ml とする。この溶液 5ml に水酸化ナトリウム溶液（1→25）5ml を加え、40℃-20分（または 50℃-10分）加熱するとき、明らかな色の変化は認められない。」

各クチナシ青色素サンプルにつき、それぞれ 3 Lot、3 回分析を行った。
対照色素として青色 1 号、青色 2 号ならびにスピルリナ色素も同様に行った。

【試験結果】（別紙 1、別紙 2、別紙 3）

| | Lot | 試験回数 | | |
|----------|-----|------|------|------|
| | | 1回目 | 2回目 | 3回目 |
| クチナシ青色素A | ① | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | ② | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | ③ | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| クチナシ青色素B | ① | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | ② | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | ③ | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| クチナシ青色素C | ① | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | ② | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | ③ | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| クチナシ青色素D | ① | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | ② | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | ③ | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| クチナシ青色素E | ① | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | ② | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| | ③ | 変化なし | 変化なし | 変化なし |
| 青色1号 | | 退色した | 退色した | 退色した |
| 青色2号 | | 退色した | 退色した | 退色した |
| スピルリナ色素 | | 退色した | 退色した | 退色した |

全てのクチナシ青色素において、色の変化が生じないことが確認された。
また、青色 1 号、青色 2 号ならびにスピルリナ色素は色が退色した。