

国立衛生試験所標準品（色素試験用標準品）ファストグリーン
FCF 標準品について

石光 進・三島 郁子・辻 澄子・柴田 正

Studies on "Fast Green FCF Standard" for the Dye Standard on the
National Institute of Health Sciences

Susumu Ishimitsu, Ikuko Mishima, Sumiko Tsuji and Tadashi Shibata

The raw material for Fast Green FCF was tested for preparation of the "Fast Green FCF Standard (C.I. 42053)". Analytical data obtained were as follows: paper chromatography, only one spot is observed; arsenic content, 0.38 $\mu\text{g/g}$; chloride content, 0.11%; sulfate content, 3.30%; heavy metals, lead, 8.0 $\mu\text{g/g}$, manganese, 28.1 $\mu\text{g/g}$, and chromium, 1.6 $\mu\text{g/g}$; infrared spectra, 1575 cm^{-1} , 1169 cm^{-1} , and 1033 cm^{-1} ; loss on drying, 2.39%; assay, 93.0% by the titanium trichloride titration.

Based on the above results, the raw material was authorized as the Dye Standard of National Institute of Health Sciences.

Keywords : fast green FCF, dye, standard, titanium trichloride titration method

(Received May 31, 1996)

食品, 医薬品, 化粧品および製剤中のファストグリーン FCF の確認試験に用いられる国立衛生試験所標準品（色素試験用標準品）ファストグリーン FCF 標準品を製造したので, それらの試験結果を報告する。

実験装置

本標準品原料の品質評価試験にあたり, 以下の測定装置を用いた: 自記分光光度計 (日立, U-3210), 高周波誘導結合プラズマ発光分析計 (京都光研, UOP-1 Mark II), 赤外分光光度計 (日本分光, FT-IR VALOR-III), イオンクロマトグラフ (Dionex, 4500i), また, 液体クロマトグラフ (HPLC) 装置は日本分光製の 880-PU 型ポンプおよび 870-UV 型インテリジェント紫外可視分光検出器を用いた。

原 料

癸巳化成(株)より購入した。

試験方法

特に記するものの他は, 食品添加物公定書食用緑 3 号の試験項目¹⁾を準用した。

塩化物および硫酸塩: 山田らのイオンクロマトグラフィ²⁾を準用した。

HPLC 分析条件

検出波長: 254 nm (AT: 256 mV) および 624 nm (AT: 64 mV)

カラム: L-Column ODS (4.6 mm ϕ ×250 mmL)

移動相: A 0.02 M 酢酸アンモニウム溶液, B アセトニトリル

濃度勾配: A 100% から 60% までの直線濃度勾配を 50 分間行う。

流 速: 1.0 ml/min

赤外吸収スペクトル

本品を硫酸デシケーター (減圧 2.0 kPa 以下) 中で 24 時間以上乾燥し, その約 1 mg を量り, 赤外吸収スペクトル測定用臭化カリウム約 0.2 g と混合, 磨砕した後, 打錠する。この臭化カリウム錠剤につき, 空気を対照に 4000 ~ 400 cm^{-1} の範囲で赤外吸収スペクトルを測定する。

試 験 結 果

性 状 暗緑色の粉末。

確認試験 極大吸収波長 623.7 nm (0.02 M 酢酸アンモニウム溶液)。

純度試験 (1) 水不溶物 0% (1%水溶液)。

(2) 塩化物 0.11%。

(3) 硫酸塩 3.30%。

(4) 重金属 1.6 $\mu\text{g/g}$ (Cr として)。

28.1 $\mu\text{g/g}$ (Mn として)。

8.0 $\mu\text{g/g}$ (Pb として)。

(5) ヒ素 0.38 $\mu\text{g/g}$ (As_2O_3 として)。

(6) 他の色素 0.1%水溶液 2 μl について食品添加物公定書に規定する PC 法で測定するときファストグリーン FCF 以外のスポットを認めない。

乾燥減量 2.39% (1 g, 135°, 6 時間)。

含量 93.0% (0.96 g, 硫酸デシケーター, 2.0 kPa 以

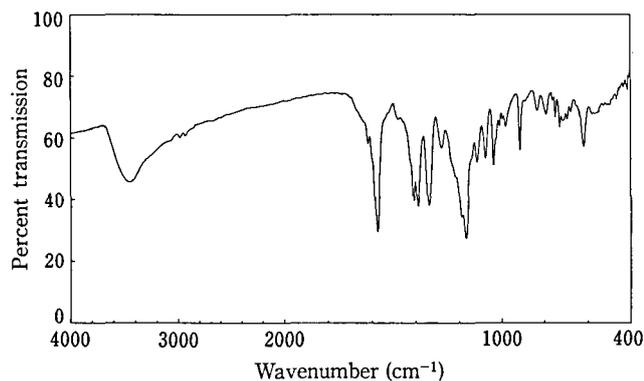


Fig. 1. Infrared absorption spectrum for the candidate Fast Green FCF Standard

下，24時間乾燥後三塩化チタン法）。

赤外吸収スペクトル

Fig. 1に赤外吸収スペクトルの一例を示した。1575 cm^{-1} 付近は芳香環の $\nu_{\text{C}=\text{C}}$ ，1169 cm^{-1} および 1033 cm^{-1} 付近はスルホン酸基の $\nu_{\text{S}=\text{O}}$ のファストグリーン FCF に特有な吸収が認められた³⁾。本試験が他の機関によって確認され，かつ各特性吸収波長の帰属が明らかにされることにより，本法を確認試験に採用する道が開かれる。

HPLC法

本試験法は，純度試験として食用赤色40号中の未反応原料，反応中間体および付随色素に適用されている方法を準用したものである。試料溶液の液体クロマトグラムをFig. 2に示した。総夾雑物の推定値は624 nmで1.9%および254 nmで0.8%以下と推定された。

結 論

標準品原料として入手したファストグリーン FCF の品質を検討した。その結果は良好であった。これらの試験成績により今回入手した標準品原料は，国立衛生試験所標準品（色素試験用標準品）に適した品質を有することを認められた。

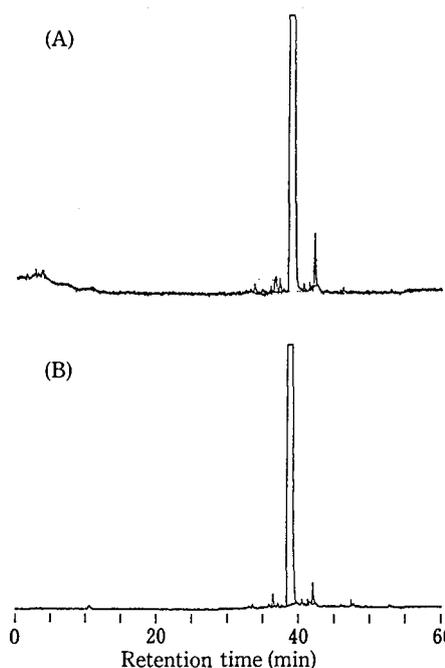


Fig. 2. High-performance liquid chromatograms for the candidate Fast Green FCF Standard

HPLC conditions: column, L-column ODS (4.6 mm ϕ \times 250 mmL); column temp., 30°C; eluent, A: 0.02 M ammonium acetate, B: acetonitrile; gradient condition, 0 \rightarrow 50 min (A: 100 \rightarrow 60%); detection, (A) 624 nm, (B) 254 nm; flow rate, 1.0 ml/min, injection volume, 5 μ l; concentration of sample, 0.3%

終わりに，本標準品を製造するに当たり多大のご協力をいただいた癸巳化成(株)に感謝致します。

文 献

- 厚生省：第六版食品添加物公定書，p. 327～328 (1992)
- 山田真記子，宮田政明，中村幹雄，柴田 正，伊藤誉志男：イオンクロマトグラフィーによる各種食用タール色素中の塩化物，硫酸塩，臭化物およびヨウ化物の同時定量，食衛誌，32, 548～552 (1991)
- 日本化粧品工業連合会：“法定色素ハンドブック”，p. 25～27 (1988)，薬事日報社