

## 輸入チューインガム中の不許可着色料の検査

川崎洋子<sup>#</sup>・石綿 肇・山田 隆

## Inspection of Undesignated Food Color in Imported Chewing Gum

Yoko Kawasaki<sup>#</sup>, Hajimu Ishiwata and Takashi Yamada

An unknown color in chewing gum imported from Canada was determined. The color was identified by TLC and HPLC as the trisodium salt of 3-hydroxy-4-[(4-sulfophenyl)azo]-2,7-naphthalenedisulfonic acid (RS-SA), one of the subsidiary colors of sunset yellow FCF. The concentration of RS-SA in sunset yellow FCF used in the chewing gum was 4.3%.

Keywords: trisodium salt of 3-hydroxy-4-[(4-sulfophenyl)azo]-2,7-naphthalenedisulfonic acid (RS-SA), food color, undesignated food color, sunset yellow FCF, chewing gum.

## はじめに

我が国では食品衛生法により食品に使用できる着色料は指定されている。しかし、輸入食品のなかには指定外の着色料が使用されたり、混在していることがある。1998年10月、成田空港検疫所において、カナダより輸入されたチューインガムに指定外と考えられる着色料が認められた。そこで、この輸入チューインガム中の不明着色料の同定、定量を検討した。

## 実験方法

## 1. 検体

原産国カナダの輸入チューインガム

## 2. 試薬及び試液

ポリアミド：カラムクロマトグラフィ用、60-80メッシュ（和光純薬（株））

ポリアミドカラム：ポリアミドを水に懸濁し、ガラスカラム（10 mm i.d. x 20 mm）に約5 cmに充填し、水洗後、酢酸（1→100）を約20 ml流した。

アセトニトリル：HPLC用（和光純薬（株））

食用黄色5号（Sunset Yellow FCF）：ダイワ化成（株）

食用黄色5号付随色素、1:3-ヒドロキシ-4-[(4-スルフォフェニル)アゾ]-2,7-ナフタレン-ジスルホン酸三ナトリウム塩(RS-SA)、2:4[(2-ヒドロキシ-1-ナフタレニル)アゾ]ベンゼンスルホン酸一ナトリウム塩(2N-SA)、3:6-ヒドロキシ

-5-(フェニルアゾ)2-ナフタレンスルホン酸一ナトリウム塩(SS-AN)：三栄源エフ・エフ・アイ（株）

エタノール・アンモニア混液：アンモニア水1 mlに水を加えて28 mlとした液にエタノール28 mlを混和した。

## 3. TLC条件

A法. 担体：シリカゲル、展開溶媒：酢酸エチル/エタノール/28%アンモニア水（2:1:1）。

B法. 担体：HPセルロース、展開溶媒：n-ブタノール/エタノール/1%アンモニア水（6:2:3）。

## 4. HPLC装置

高速液体クロマトグラフ：（株）島津製作所製 LC 6A 及びフォトダイオードアレー（PDA）検出器付き LC 10A

## 5. HPLC条件

A法. カラム：デュボン社製 Zorbax C8（4.6 mm i.d. x 250 mm）、移動相：0.02 mol/l 酢酸アンモニウム溶液-アセトニトリル（9:1）、流速：1.0 ml/min、検出波長：482 nm。

B法. カラム：GLサイエンス社製 Inertsil ODS-3（4.6 mm i.d. x 250 mm）、移動相：A液；0.02 mol/l 酢酸アンモニウム溶液（酢酸アンモニウム 7.7gを水 11に溶解し、その200 mlを水で11とした）、B液；アセトニトリル、グラジエント：40分間でB液が40%に達するように直線グラジエントを行い、そのまま10分間保持した。流速：1.0 ml/min、検出波長：482 nm。

6. 験溶液の調製<sup>1)</sup>

検体 10.0 g に水 40 ml を加え、沸騰水浴上で 10 分間加熱した。冷後、遠心分離し、水層を分取した。残留物に 50% エタノール 40 ml を加えて同様に操作し、全エタノールと水層を合わせた。エタノールを留去し、ポリアミド 0.5 g を加えて振り混ぜた。静置後、上澄液を傾斜して捨て、

<sup>#</sup> To whom correspondence should be addressed: Yoko Kawasaki; Kamiyoga 1-18-1, Setagaya, Tokyo 158-8501, Japan; Tel: 03-3700-1141 ext.265; Fax: 03-3700-6965; E-mail: yoko@nihs.go.jp

着色したポリアミドをポリアミドカラムに負荷し、カラムを酢酸(1→100)100 ml で洗浄した。更に水 100 ml を流して洗った。次いでエタノール・アンモニア混液を加えカラムの着色がなくなるまで溶出させた。溶出液を酢酸(3→50)で中和後、濃縮乾固し、残留物に水 10 ml を加えて溶解し、試験溶液とした。

## 7. 測定方法

### 1) TLC による定性分析

試験溶液, 0.1% 食用黄色 5 号及び 0.1% 食用黄色 5 号付随色素 (RS-SA, 2N-SA, SS-AN)<sup>2)</sup> 2  $\mu$ l を採り, TLC 条件 A 及び B 法で TLC を行った。展開後, クロマトグラムの R<sub>f</sub> 値並びに色調を比較観察した。

### 2) HPLC による定量分析

試験溶液 2 ml に水を加えて正確に 5 ml とし, その 5  $\mu$ l を HPLC 条件 A 及び B 法で HPLC を行った。得られたピーク面積と食用黄色 5 号及び RS-SA の検量線より, 検体中の 食用黄色 5 号及び RS-SA を定量した。

## 結果及び考察

検体はカナダからの輸入品であり, イチゴ, レモン, スイカ, リンゴ, オレンジ形のチューインガムで外側がそれ

ぞれの果物の色に着色されていた。表示には砂糖, ガムベース等の原材料の他に, 着色料として食用黄色 4 号, 黄色 5 号, 青 1 号, 赤 40 号, 赤 3 号, 二酸化チタンが記載されていた。成田空港検疫所において ペーパークロマトグラフィー, TLC 及び HPLC を用いた検査の結果, オレンジ形のチューインガムに食用黄色 5 号, 赤色 40 号, 青色 1 号及び表示以外の色素が見られた。この色素は TLC の結果より天然着色料の可能性は少ない。カナダで許可されている黄色から赤色系の合成着色料のうち, 我が国で指定されていないものは, シトラスレッド Na2 とボンソーSX である。不明色素は, 我が国の指定の合成着色料及びボンソーSX でないことが確認された。シトラスレッド Na2 は入手できなかったため未確認であるが, 不明色素がオレンジ色であること, また, 食用黄色 5 号に比べ, 濃度が低いことから, 食用黄色 5 号の付随色素であることが推察された。そこで, 試験溶液, 食用黄色 5 号, 及び食用黄色 5 号の付随色素 3 種類(RS-SA, 2N-SA, SS-AN)について A 法及び B 法の TLC を行った。その結果, 不明色素の R<sub>f</sub> 値は食用黄色 5 号の付随色素のひとつである RS-SA の R<sub>f</sub> 値に一致した。また, 2 種類の異なるカラムを用いて HPLC を行った (Fig.1): 食用黄色 5 号及び RS-SA の極大吸

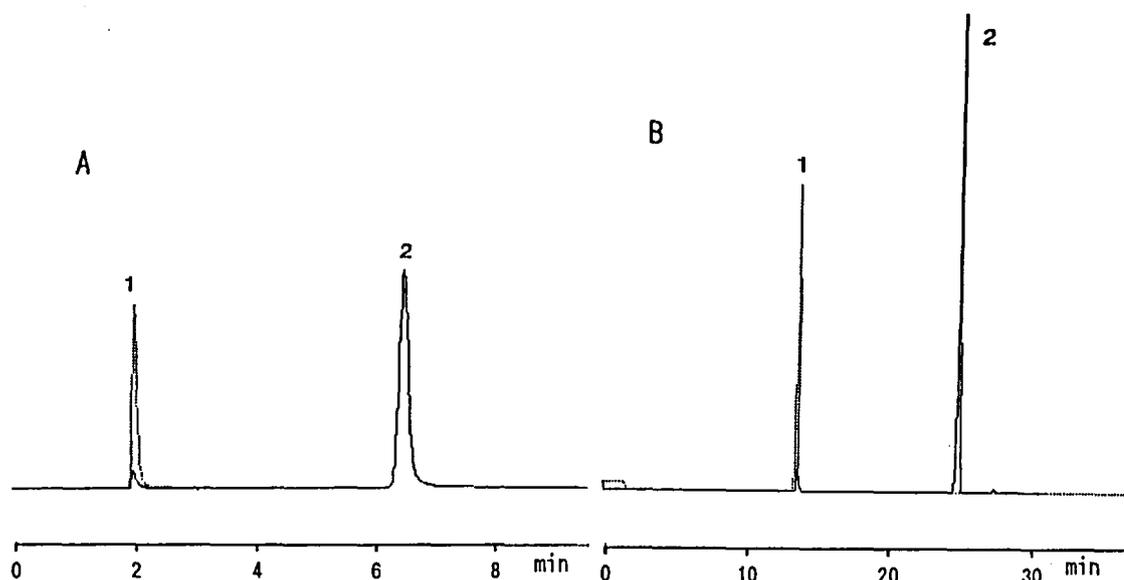


Fig.1. High performance liquid chromatograms of test solution prepared from imported chewing gum and standard RS-SA.

1: RS-SA, 2: Sunset yellow FCF

— : Test solution prepared from imported chewing gum

----- : Standard RS-SA

HPLC conditions: A; column: Zorbax C8; mobile phase: 0.02 mol/l ammonium acetate-acetonitrile (9:1); flow rate: 1.0 ml/min; detection: 482 nm.

B; column: Inertsil ODS-3; mobile phase: solvent A (0.02 mol/l ammonium acetate), solvent B (acetonitrile); gradient: (A:B) 0 min(100:0) → 40 min(60:40) → 10 min(60:40). flow rate: 1.0 ml/min; detection: 482 nm.

収波長はそれぞれ 482, 488 nm である<sup>2)</sup>が、A, B 法ともに食用黄色 5 号の極大吸収波長である 482 nm を検出波長とした。試験溶液から 2 つのピークが検出され、ピーク 1 及び 2 の保持時間は、それぞれ RS-SA, 食用黄色 5 号に該当した。更に、PDA により紫外可視スペクトルを比較したところ、チューインガム由来の不明色素のピーク(ピーク 1)は RS-SA のスペクトルに一致した。

HPLC により得られたピーク面積から RS-SA の濃度を定量したところオレンジ形ガムに使用されていた食用黄色 5 号中に 4.3% 含有されていることが明らかになった。

#### ま と め

カナダから輸入されたチューインガム中の不明色素は食用黄色 5 号の付随色素のひとつである RS-SA であった。また、本色素は食用黄色 5 号中 4.3% 含有されており、これは、食用黄色 5 号の付随色素に関する規格(約 2%; ペーパークロマトグラフィーによる)を超えていた。

#### 文 献

- 1) 厚生省生活衛生局食品化学課監修“食品中の食品添加物分析法” p.142-146 (1989).
- 2) 山田真記子, 井上哲夫, 加藤喜昭, 中村幹雄, 柴田 正, 木村実加, 辻 澄子, 伊藤誉志男: 食衛誌, 34, 239-247 (1993).