

# 食用タール色素分析における毛糸溶出物の影響

宮本美紀子<sup>1)</sup> 宮本 文夫<sup>2)</sup> 佐伯 政信<sup>2)</sup>

## Interference of an Eluted Substance From Woollen Yarn on Analysis of Coal Tar Dyes in Foods

Mikiko MIYAMOTO Fumio MIYAMOTO and Masanobu SAEKI

### I 緒言

食品中の食用タール色素(以下食用色素と略す)を分析する場合、種々の方法がある。中でも毛糸染色法で分離精製し、沝紙クロマトグラフィー(以下P・Cと略す)による確認方法は、比較的簡便に行うことが可能なため、広く用いられている<sup>1-2)</sup>。しかしながら、この方法では規定の処理をした毛糸の用いた場合でも、しばしば特定の色素に付随して黄色呈色物質が現れることがある。この物質はP・Cの展開溶媒によっては、特定の食用色素と類似の挙動を示すため、混同し誤認される可能性がある。そこで著者らは、この物質の生成原因及び性質について検討したので報告する。

### II 実験方法

#### 1. 試薬及び装置

##### 1) 色素液

下記の11種の食用色素(三栄工業化学社製)を用い0.01%水溶液を調製する。

赤色2号(以下R-2と略す)、赤色3号、赤色102号(以下R-102と略す)、赤色104号、赤色105号、赤色106号、黄色4号(以下Y-4と略す)、黄色5号(以下Y-5と略す)、青色1号、青色2号、緑色3号

##### 2) 染色用毛糸

八木商店製白色羊毛

##### 3) 沝紙

P・C用東洋沝紙No.50

##### 4) 展開溶媒

(1) アセトン・イソアミルアルコール・水(6:5:1)を混和した。

(2) 25%エタノール溶液・5%アンモニア溶液(1:1)

(3) n-ブタノール・無水エタノール・1%アンモニア溶液(6:2:3)

##### 5) 毛糸浸出液(以下W・Eと略す)

毛糸を0.5%アンモニア溶液に入れ沸騰水浴中で撪拌しながら放置して得られた溶液。

##### 6) 装置及び器具

(1) 分光光度計:日立製作所製200-20型

(2) 蛍光分光光度計:日立製作所製204型

(3) 蛍光検査灯:東京光学機械製F1-3L型及びF1-3S型

#### 2. 黄色呈色物質

各色素液5mlにW・E1mlずつ加え蒸発乾固する。この乾固物を次の①、②の操作に供し、黄色呈色物質の生成を確認する。

①: 0.1N塩酸溶液、0.02M酢酸アンモニウム溶液及び0.1N水酸化ナトリウム溶液中における吸光スペクトルを測定する。②: ①において、色素液標準スペクトルと異ったスペクトルを示した乾固物について、P・Cを行い黄色呈色物質の有無を確認する。

### III 結果及び考察

#### 1. 黄色呈色物質の生成について

11種の食用色素についてW・Eを添加し黄色呈色物質の生成について観察したところ、R-2、R-102、Y-5にW・Eの影響が認められた。図1にスペクトルの変化を示す。この3種の色素液の3mlに対してW・Eを0.3~0.7mlまで添加し、量的な関係を調べたところ酸性および中性の各液性において、添加量の増加に従いλmaxの短波長側への移行が観察された。R-2ではλmax 520nmから460nmへ、R-102ではλmax 505nmから435nmへ、Y-5ではλmax 480nmから415nmに移行した。塩基性では標準色素スペクトルとW・E添加色素スペクトルは同一であり、スペクトルの変化は観察されなかった。

図2にP・Cの結果を示す。展開溶媒(1)においてR-102、Y-5はW・Eの添加により黄色呈色物質スポッ

1) 千葉県柏保健所

2) 千葉県衛生研究所  
(1982年10月1日受理)

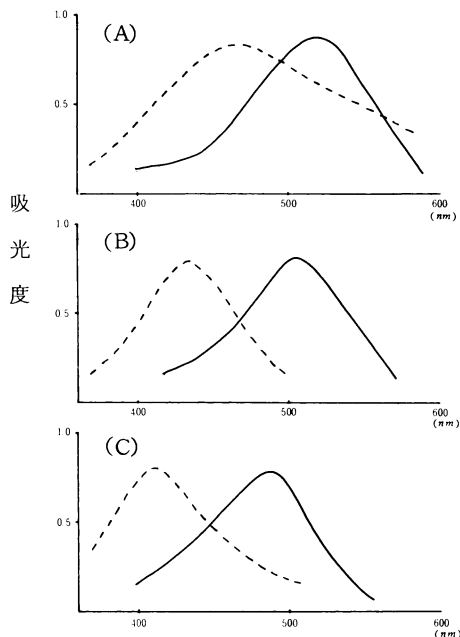


図1 毛糸浸出物による中性・酸性における吸光スペクトルへの影響

(A) R-2 ——— 標準色素の吸光スペクトル  
 (B) R-102 - - - - 毛糸浸出物を添加した標準色素の吸光スペクトル  
 (C) Y-5

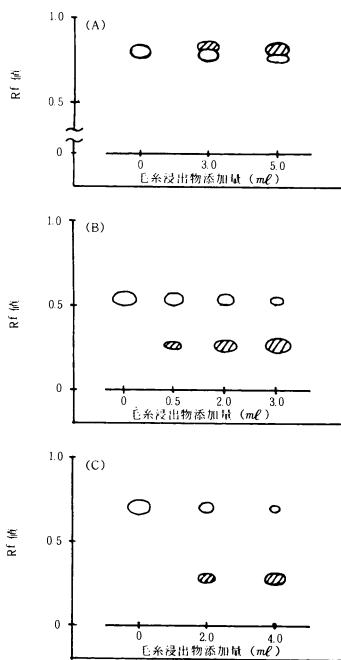


図2 毛糸浸出物の添加による黄色呈色物質の生成

※ 展開溶媒(1)による口紙クロマトグラム

(A) : R-2      ○      各標準色素  
 (B) : R-102      ○      各標準色素  
 (C) : Y-5      ◐      黄色呈色物質

ト(以下黄色スポットと略す)が生成し、添加量の増加に従

い黄色スポットの増大が確認された。R-2では標準色素スポットの上部が黄変したのみで、完全な黄色スポットは存在しなかった。なお展開溶媒(2), (3)ではいずれの色素でも黄色スポットは生成しなかった。

11種の色素液のうちR-2, R-102, Y-5, Y-4がアゾ系色素であるが、Y-4を除いた3種の色素にW・Eの影響が認められた。そのうちR-102が最も妨害を受け易く、Y-5ではR-102より弱いが、同様の影響を受けることがわかった。R-2では3色素の中では最も妨害を受け難く、その挙動もR-102, Y-5とは異っていた。

## 2. 黄色呈色物質の性質

R-102, Y-5より得た黄色呈色物質及びW・EのP・C

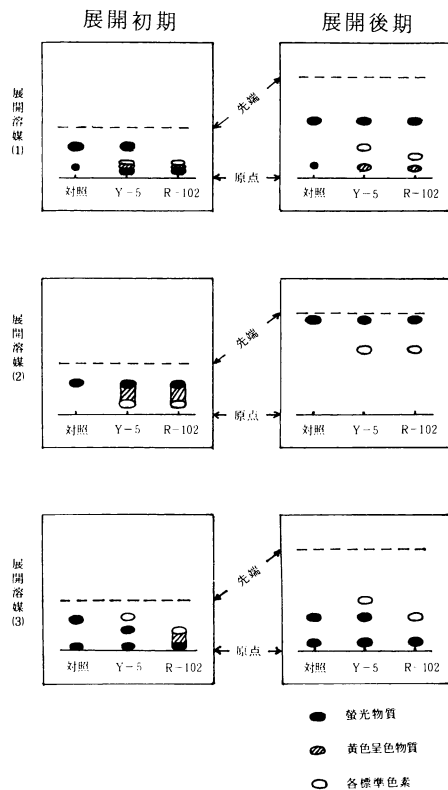


図3 口紙クロマトグラフィー展開に伴う黄色呈色物質の生成及び消失

における挙動を図3に示す。W・Eからは展開溶媒によっては、1つないし2つの蛍光スポットが検出された。展開溶媒(1)では黄色スポットのRf値0.19で、W・Eの下方の蛍光スポットと一致した。また展開溶媒(2)及び(3)では蛍光スポットのRf値、各々0.95及び0.21であり、展開初期はR-102, Y-5の色素スポットと蛍光スポットの重複部分で黄変が観察されたが、後期は蛍光スポットが色素と分

離し、これに伴い黄色スポットも消失した。

展開溶媒(1)により出現した黄色スポットをアンモニア溶液中で溶出精製し、中性・酸性のスペクトルを測定した結果、R-102は $\lambda_{max}$ 505 nm, Y-5は $\lambda_{max}$ 480 nmで図1の $\lambda_{max}$ と一致した。またこの黄色物質を展開溶媒(2), (3)で展開したところ黄色スポットは消失した。

以上の結果よりP・C上でW・Eの蛍光物質が色素と結合することにより黄色スポットが生成し、アンモニアの存在により解離し、黄色スポットが消失したものと思われる。また先に図1で示したように、色素液にW・Eを添加すると黄変し $\lambda_{max}$ が短波長側に移行するが、塩基性溶液中ではスペクトルの変化は認められなかった。塩基性溶液中では結合が解離しているため、黄色呈色物質が生成しなかったものと考えられる。

### 3. W・E中の蛍光物質について

黄色物質生成に関与すると推定されたW・E中の蛍光物質をP・Cで分離し、1%アンモニア溶液及び水・エタノール混液で溶出した。吸光スペクトルは両者とも $\lambda_{max}$ 276 nm, 蛍光スペクトルは各々励起波長355 nm, 370 nm, 蛍光波長420 nm及び435 nmであった。またW・Eの蛍光物質を

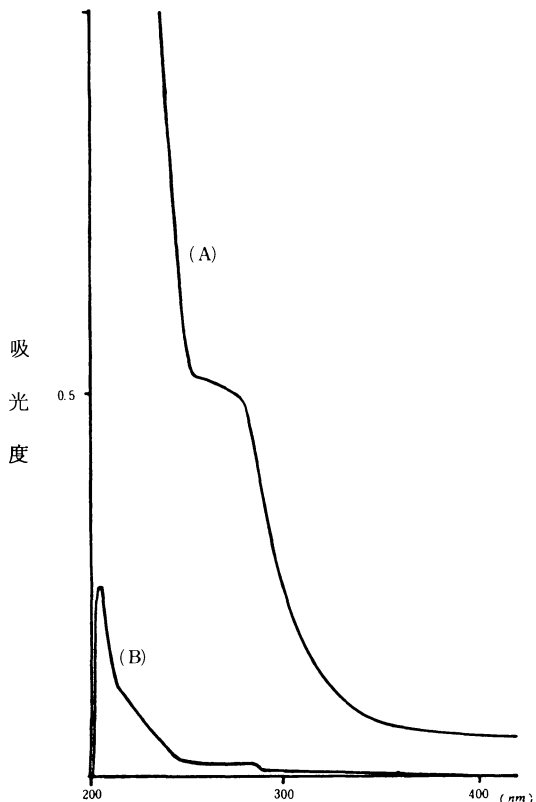


図4 毛糸からの精製蛍光物質の紫外外部吸収スペクトル  
(A) 毛糸からの精製蛍光物質 (B) 対照

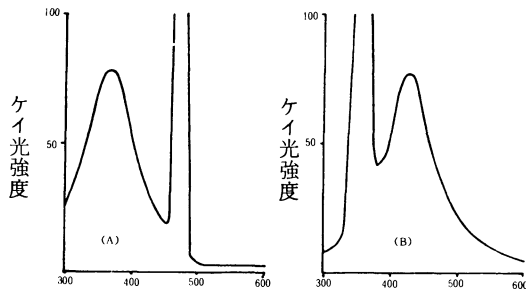


図5 毛糸からの精製蛍光物質の励起スペクトル及び蛍光スペクトル

(A) 励起スペクトル (蛍光波長 420 nm)  
(B) 蛍光スペクトル (励起波長 355 nm)

P・Cで分取し、R-102の色素液に添加すると435 nmの吸光度が高くなり、上記の性質を持つW・Eの蛍光物質が黄色物質の生成に直接関与していることを確認した。

## IV 結語

食品中の食用色素を毛糸染色法で分析する際に現れる黄色呈色物質について、生成条件及び性質について検討した。毛糸からアンモニア溶液へ浸出される蛍光物質によりR-2, R-102, Y-5から黄色呈色物質が生成されることが確認された。またこの生成物は塩基性の展開溶媒中あるいは塩基性溶液中では黄色物質の生成が見られないことから、これらの色素を毛糸染色法で分析する際は塩基性の条件で確認することが良いと思われる。また黄色呈色物質を生成させないためには、毛糸からの蛍光物質をアンモニア処理等により充分除去しておくことが必要である。

## V 文献

- 1) 日本薬学会編：衛生試験法注解(1980), 金原出版, 351.
- 2) 厚生省環境衛生局食品化学課編(1976)：食品中の添加物分析法(第1集), 33.