

既存添加物増粘安定剤の品質試験

植松 洋子*, 平田 恵子*, 鈴木 公美*, 飯田 憲司*, 安野 哲子*
新井 輝義**, 植田 忠彦***, 鎌田 国広*

Specification Tests of Thickeners and Stabilizers Listed as Existing Food Additives

Yoko UEMATSU*, Keiko HIRATA*, Kumi SUZUKI*, Kenji IIDA*, Tetsuko YASUNO*
Teruyoshi ARAI**, Tadahiko UETA*** and Kunihiro KAMATA*

Specification tests were performed for thickeners and stabilizers used as food additives, according to specifications in the "Seventh Edition of Japan's Specification and Standards for Food Additives", which was established in 1999, and came into force on April 1, 2000. Tests were conducted to assess the quality of thickeners and stabilizers in the market. Twelve samples were collected, which were classified into 7 groups; xanthan gum, carob bean gum, alginic acid, gellan gum, guar gum, tamarind seed gum and curdlan. Specifications had not yet been established for tamarind seed gum and curdlan, hence samples from these two groups were tested according to specifications established by the Japanese Food Additives Association. A modified method for sodium algininate specified in the fifth edition was applied to an assay testing of alginic acid. All of the samples passed the tests required by the specifications.

Keywords: 増粘安定剤 Thickeners and Stabilizers, 規格試験 Specification Test, 既存添加物 Existing Food Additives

緒 言

増粘安定剤は、ドレッシングやタレの粘性付与、ゼリー等のゲル形成、食品成分の均質な分散等の目的で食品に広く使用されている食品添加物で、食品衛生法により8種類の指定添加物(合成添加物)及び52種類の既存添加物(天然添加物)が認められている^{1,2)}。このうち指定添加物については主成分の含量、不純物の限度等の食品衛生法上の品質規格(規格)が定められているが、既存添加物についてはこれまで定められていなかった。平成11年4月6日付で既存添加物である増粘安定剤12種類について規格が定められ、第7版食品添加物公定書(以下7版と略)に収載された^{3,4)}。そこで、市販品の品質実態を調査する目的で、新たに7版に規格が収載された増粘安定剤5種類を入手し、規格に定められた試験法に従って試験を行った。また、7版に規格が収載されていない増粘安定剤2種類について、業界自主規格^{5,6)}に従って試験を行った。結果を併せて報告する。

実験方法

1. 試料

平成10年5月～9月の間に入手した増粘安定剤7種類12試料(キサンタンガム3試料, カロブビーンガム2試料, アルギン酸2試料, ジェランガム1試料, グァーガム1試料, タマリンドシードガム2試料及びカードラン1試料)を用いた。

2. 装置

分光光度計: (株)島津製作所製UV-2200, 旋光計: 日本分光(株)製P-1020, PHメーター: (株)堀場製作所製F-22, 窒素定量装置: Tecator製ケルテックオート1030型, 遠心分離機: (株)久保田製作所製KR/702, 小型恒温チャンパー: タバイエスベック(株)製ST-120B1, 真空定温乾燥器: DP22, 電気炉: FP-42, 共にヤマト(株)製

3. 試験方法及び試験項目

1) 7版⁴⁾に従ったもの

- (1)キサンタンガム: 確認試験, 総窒素, ピルビン酸, 乾燥減量, 灰分, 含量, 重金属, 鉛, ヒ素, 微生物
(2)カロブビーンガム: 確認試験, たん白質, デンプン, 酸不溶物, 乾燥減量, 灰分, 重金属, 鉛, ヒ素, 微生物

* 東京都立衛生研究所生活科学部食品添加物研究科 169-0073 東京都新宿区百人町3-24-1

* The Tokyo Metropolitan Research Laboratory of Public Health
3-24-1, Hyakunin-cho, Shinjuku-ku, Tokyo, 169-0073 Japan

** 東京都立衛生研究所微生物部細菌第一研究科

*** 東京都立衛生研究所生活科学部

- (3)アルギン酸：確認試験，比旋光度，液性，硫酸塩，リン酸塩，乾燥減量，強熱残分，重金属，鉛，ヒ素，微生物
 (4)ジェランガム：確認試験，総窒素，乾燥減量，灰分，含量，重金属，鉛，ヒ素，微生物
 (5)グァーガム：確認試験，たん白質，デンプン，酸不溶物，乾燥減量，灰分，重金属，鉛，ヒ素，微生物

2) 自主規格^{5,6)}に従ったもの

- (1)タマリンドシードガム：確認試験，たん白質，デンプン，エーテル可溶分，乾燥減量，灰分，重金属，ヒ素
 (2)カードラン：確認試験，乾燥減量，重金属，ヒ素

3) その他

アルギン酸の含量については，食品添加物公定書第5版，アルギン酸ナトリウムの含量定量法⁷⁾に準じた。ただし，乾燥時間は3時間とした。

結果及び考察

今回試験対象とした増粘安定剤12試料についての結果をTable 1に示した。

1. キサンタンガム

1) 含量定量法 7版記載の含量定量法は，試料を水に溶解後，塩酸酸性でエタノールを加え，得られた沈殿をガラスろ過器を用いて捕集し，アセトン洗浄後80℃で1.5時間減圧乾燥後，重量を測定する方法である。アセトン洗浄は，多糖類以外のアセトンに溶解する成分を除去すると共に，沈殿の乾燥目的で行われると考えられる。今回，アセトン臭が強くアセトンが多量に残留していると考えられる沈殿をそのまま乾燥したところ，規格値(72.0~108.0%)の上限を上回る場合があった。そこで，アセトンによる洗浄後一晩放置する等の操作を行い，残存するアセトンその他の溶媒を十分除去してから減圧乾燥を行った。なお，キサンタンガムの乾燥減量の項では，105℃で2.5時間乾燥の条件が規定されているが，今回アセトン洗浄後の試料について，この乾燥条件を用いて含量を定量したところ，減圧乾燥による場合とほぼ等しい値が得られた。

2) ビルビン酸 キサンタンガムはグルコースが α -1,4-結合した主鎖の1つおきに，マンノース2分子とグルクロン酸1分子が結合した構造を有する。末端のマンノースがビルビン酸塩となっている¹⁾ため，塩酸酸性で加水分解後得られたビルビン酸量を測定する試験方法である。ビルビン酸として1.2%以上含有すると規定されている。加水分解を7版の規定により3時間で行ったところ，分解が不十分なため，ゲル状物質が残存し測定値にばらつき認められた試料があった。そこで加水分解時間について検討したところ，4時間の加水分解によりどの試料においてもゲル状物質の残存はみられなかった。また，同一試料での測定値のバラツキもなかった。従って加水分解時間は4時間以上が望ましいと考える。

3) 試料の溶解方法 試料の溶解方法について，ビルビン酸の試験においては詳しく規定されているが，煩雑な方法である上，溶解が困難であった。一方，含量定量法には特

に規定されていないため，スターラーで攪拌する，あるいは超音波による分散等の方法を試みたが，いずれの場合も溶解が困難であった。そこで今回，ビルビン酸の試験，含量定量法共に，試料に水を加えて軽く混和した後，一晩放置する方法を用いたところ，容易に溶解することが明らかとなった。

4) その他の試験 試料1, 2に比較して試料3は，総窒素の値が高く，逆に灰分の値は低かった。精製度合いの高い製品では両者の値が共に低くなる¹⁾とされており，試料1, 2と試料3の違いは精製度によるものではなく，原材料中の含有成分の違いによるものと考えられる。

2. カロブピンガム

たん白質，酸不溶物，乾燥減量，灰分のすべての項目において試料2は試料1に比較して高く，明らかな差が見られた。これは，製品の精製度合いの違いによるもので，試料1に比べ試料2は不純物が多いことから，試料1は沈殿により精製して得られたもの，試料2は原料をそのまま粉碎して得られたもので精製が行われていない製品¹⁾であると推定される。

3. ジェランガム

含量の定量は78 vol%のイソプロパノールを用いて沈殿させ，沈殿をガラスろ過器を用いて捕集して重量を測定することにより行うが，ろ過する際，ろ液の粘性がかなり高く，目詰まりしやすかった。定量値は規格値の下限に近い約86%であり，成分の一部が沈殿していない可能性が考えられた。今後，沈殿生成のためのアルコールの種類，濃度等について検討する必要があると考える。

4. タマリンドシードガム

確認試験法(自主規格)として，試料に飽和硫酸ナトリウム溶液を混和してゼリー状になると記載されている。そこで確認試験を実施したところ試料2はゼリー状になったのに対し，試料1はゼリー状にならなかった。試料1は，試料2に比較してたん白質及びエーテル可溶分の価が高いことがゲル形成を妨害し，ゼリー状にならなかったと考えられる。使用した飽和硫酸ナトリウム溶液が，ゲル形成に不十分であったことが考えられたため，飽和硫酸ナトリウム溶液の調製方法について検討した。飽和硫酸ナトリウム溶液として，室温で攪拌溶解して得た溶液(約24%)と80℃で加温し攪拌溶解して得た溶液(約42%)の2種類を調製し，比較した。その結果，試料1は前者を用いたところゼリー状にならなかったが，後者を用いたところ，ゼリー状となった。自主規格には飽和溶液の調製法について記載されていないので，加温して調製することを加筆する必要があると考える。

5. その他

アルギン酸，グァーガム及びカードランについては特に問題はなかった。なおTableに示していないが，すべての試料について，重金属はPbとして20.0 μ g/g以下，鉛は10.0 μ g/g以下，ヒ素は4.0 μ g/g以下，細菌数は10,000以下，大腸菌は陰性であった。

Table. 1 . Results of Specification Tests

(a)Xanthan gum

Specification in the seventh edition*		Sample 1	Sample 2	Sample 3
Identification	form gel in the presence of carob bean gum	passed test	passed test	passed test
Total nitrogen	not more than 1.5%	0.7%	0.6%	1.1%
Pyruvic acid	not less than 1.2%	1.4%	1.7%	1.4%
Loss on drying	not more than 15%	9.7%	10.3%	10.5%
Ash	not more than 16%	10.2%	10.6%	8.8%
Content	72.0 ~ 108.0%	84.6%	85.6%	92.3%

(b)Carob bean gum (Locust bean gum)

Specification in the seventh edition*		Sample 1	Sample 2
Identification(1)	form slightly viscous solution and increase in viscosity by heating	passed test	passed test
Identification(2)	form gel in the presence of sodium borate	passed test	passed test
Proteins	not more than 7.0%	0.4%	5.7%
Starch	not detected	passed test	passed test
Acid-insoluble matter	not more than 4.0%	0.2%	3.7%
Loss on drying	not more than 14%	6.1%	10.8%
Ash	not more than 1.2%	0.07%	0.6%

(c)Alginic acid

Specification in the seventh edition*		Sample 1	Sample 2
Identification	form gelatinous precipitate in the presence of calcium chloride, under basic condition	passed test	passed test
Specific rotation	- 80 ~ - 180 °	- 127.0 °	- 132.7 °
pH	2.0 ~ 3.4	2.76	2.75
Sulfite	not more than 0.96% as SO ₄	passed test	passed test
Phosphate	not form yellow precipitate	passed test	passed test
Loss on drying	not more than 15%	4.4%	4.3%
Residue on ignition	not more than 10.0%	4.4%	4.6%
Content **	91.0 ~ 104.5%	96.5%	97.0%

(d)Gellan gum

Specification in the seventh edition*		Sample 1
Identification(1)	form viscous solution	passed test
Identification(2)	form a linear gel in the presence of calcium chloride	passed test
Identification(3)	form gel by cooling heated solution prepared by further addition of sodium chloride to the solution(2)	passed test
Total nitrogen	not more than 3%	0.1%
Loss on drying	not more than 15%	8.8%
Ash	not more than 16%	12.0%
Content	85.0 ~ 108.0%	86.0%

(e)Guar gum

Specification in the seventh edition*		Sample 1
Identification(1)	according to the procedure for carob bean gum(1)	passed test
Identification(2)	according to the procedure for carob bean gum(2)	passed test
Proteins	not more than 7.0%	2.1%
Starch	not detected	passed test
Acid-insoluble matter	not more than 7.0%	2.2%
Loss on drying	not more than 14.0%	8.7%
Ash	not more than 1.5%	1.0%

(f)Tamarind seed gum

Specification established by association ***		Sample 1	Sample 2
Identification(1)	soluble in water at 80 °C, and form gel in the presence of saturated sodium sulfate solution	passed test	passed test
Identification(2)	form gel by cooling boiled mixture with 50% sugar solution	passed test	passed test
Proteins	not more than 3.0%	2.1%	0.5%
Starch	not detected	passed test	passed test
Ether-soluble matter	not more than 1.0%	0.6%	0.05%
Loss on drying	not more than 7.0%	3.6%	3.1%
Ash	not more than 5.0%	4.0%	4.4%

(g)Curdlan

Specification established by association ***		Sample 1
Identification(1)	form gel by heating water suspension	passed test
Identification(2)	neutralized acidic heated suspension form red to dark-red precipitation, in the presence of Fehling's TS	passed test
Loss on drying	not more than 10.0%	4.0%

*: specifications updated and published in the seventh edition of Japan's Specification and Standards for Food Additives

* *: performed according to the specification published in the fifth edition of Japan's Specification and Standards for Food Additives

* * *: specifications established by the Japanese Food Additives Association

また、今回対象とした増粘安定剤の規格試験の全てにわたって、試料の溶解方法として、キサンタンガムの項で述べたように、試料に水を加えて軽く混和後、一晩放置する方法が容易で実用的な方法であった。

ま と め

既存添加物である増粘安定剤について市販品の品質実態を調査する目的で、新たに第7版食品添加物公定書に規格が記載された増粘安定剤5種類及び自主規格の定められている2種類について、規格に定められた試験法に従って試験を行った。入手した試料については、一部第5版食品添加物公定書の試験法を適用した項目があったが、すべて規格値の範囲内であった。なお、実験操作上、試験法についての補足が望まれる試験項目があった。

謝 辞

試料の収集にご協力頂いた東京都食品環境指導センター、日本食品添加物協会、及び試料をご提供いただいた各食品添加物メーカーに深謝致します。

文 献

- 1) 日本食品添加物協会技術委員会編：既存添加物名簿収載品目リスト注解書，1999，日本食品添加物協会，東京
- 2) 既存添加物名簿，平成8年厚生省告示第120号，厚生省生活衛生局食品化学課編：食品衛生法改正に伴う既存添加物名簿関係法令通知集，1996，社会保険出版社，東京
- 3) 米谷民雄：厚生省生活衛生局食品化学課，平成10年度食品化学講習会資料，23-29，1998。
- 4) 谷村顕雄代表：第7版食品添加物公定書解説書，1999，廣川書店，東京。
- 5) 日本食品添加物協会編：第二版化学的合成品以外の食品添加物自主規格，1993，日本食品添加物協会，東京
- 6) 日本食品添加物協会編：第二版化学的合成品以外の食品添加物自主規格追補，1996，日本食品添加物協会，東京
- 7) 石館守三，谷村顕雄監修：第5版食品添加物公定書解説書，1987，廣川書店，東京。