

# 食品からの食用赤色 106 号の副成色素の検出

小出石千明・戸渡寛法\*・安川幸恵\*\*・宮崎悦子

福岡市保健環境研究所保健科学課

\*福岡市環境局環境監理部環境保全課

\*\*福岡市東区保健福祉センター衛生課

## Detection of the Subsidiary Color of Food Red No. 106 from a Processed Food

Chiaki ODEISHI, Hironori TOWATARI, Sachie YASUKAWA and Etsuko MIYAZAKI

Health Science Section, Fukuoka City Institute of Health and Environment

\*Environmental Conservation Section, Environmental Control Department, Fukuoka City Environmental Bureau

\*\* Hygiene Section, Health and Welfare Center, Fukuoka City Higashi Ward Office

### 要約

指定食品添加物である食用赤色 106 号には、副成色素、未反応原料及び反応中間体の含量の上限値が設けられている。市販の食用赤色 106 号には、一定量の副成色素等が含まれているとの調査報告があるが、これまでに、製造時に着色目的で食用赤色 106 号が使用された食品に含まれる副成色素等について検討された報告はなかった。そこで、まず市販の食用赤色 106 号標準品中の副成色素等について確認した。さらに、食用赤色 106 号が使用されることが多い魚肉ねり製品について、抽出液を濃縮し、高速液体クロマトグラフで測定したところ、食用赤色 106 号と異なる保持時間のピークが検出された。当該ピークについて、高速液体クロマトグラフで測定した際の検出波長 550 nm における面積値は食用赤色 106 号の約 5%であった。また、液体クロマトグラフ四重極飛行時間型質量分析計を用いて当該ピークの構造推定を試みたところ、食用赤色 106 号の副成色素であると推定された。以上から、製造時に使用された食用赤色 106 号に含まれる副成色素は、最終製品である魚肉ねり製品からも検出されることを確認した。

**Key Words** : 食用赤色 106 号 (R106) food red No. 106, 副成色素 subsidiary color, 魚肉ねり製品 boiled fish-paste product, 高速液体クロマトグラフ high performance liquid chromatograph (HPLC), 液体クロマトグラフ四重極飛行時間型質量分析計 liquid chromatograph quadrupole time-of-flight mass spectrometer (LC-QTOFMS)

### 1 はじめに

指定食品添加物である食用赤色 106 号(以下、「R106」とする。)は、食品衛生法第 21 条の規定に基づき、食品添加物公定書で成分規格が定められている<sup>1, 2)</sup>。平成 30 年に第 9 版が制定された際には、R106 の純度試験に、副成色素、未反応原料及び反応中間体(以下、「副成色素等」とする。)の含量が 10%以下と上限規格値が定められた。また、建部らにより、市販の 19 種の R106 には、約 0.5~8%の副成色素等が含まれていたことが報告されている<sup>3)</sup>。

R106 の副成色素等の安全性についての報告はなく、食

品の安全性を担保する上で、食品中からの副成色素等の検出の有無について知見を得ることは重要である。また、食品中の着色料検査において、使用された食用タール色素の副成色素等や食用タール色素が変化して生成した化合物が不明色素として検出される事例が複数報告されている<sup>4~6)</sup>。不明色素が検出された場合、指定外の着色料であるか添加された食用タール色素の副成色素等であるか判別することは食品衛生行政上、非常に重要となる。

福岡市保健環境研究所では、通常使用している R106 標準品中に含まれる副成色素等について確認したことはなかった。また、製造時に着色目的で R106 が使用された最終製品に含まれる副成色素等について検討された報

告もなかった。そこで、当所で使用している R106 標準品からの副成色素等の検出の有無を確認するとともに、R106 が使用されることが多い魚肉ねり製品を試料に用い、抽出液を濃縮した試験溶液を、フォトダイオードアレイ検出器付き高速液体クロマトグラフ（以下、「HPLC-PDA」とする。）及び液体クロマトグラフ四重極飛行時間型質量分析計（以下、「LC-QTOFMS」とする。）で測定し、食品からの R106 の副成色素等の検出の有無を検討したので報告する。

## 2 方法

### 2.1 試料

市販の板付蒲鉾（赤）で R106 の使用表示があるものを用い、赤色に着色された部分を試料として用いた。

### 2.2 試薬等

R106 標準品及び食用赤色 3 号（以下、「R3」とする。）標準品：東京化成工業（株）製（官封食用色素）

スルホローダミン G（以下、「SRG」とする。）標準品：Sigma-Aldrich Co. LLC 製（純度 $\geq 60\%$ ）

R106 標準溶液：R106 標準品 10 mg を量り、蒸留水に溶解して 10 mL とし、標準原液とした。標準原液を蒸留水で適宜希釈して標準溶液（100  $\mu\text{g/mL}$ ）を調製した。

R3 標準溶液：R3 標準品 10 mg を量り、蒸留水に溶解して 10 mL とし、標準原液とした。標準原液を蒸留水で適宜希釈して標準溶液（10  $\mu\text{g/mL}$ ）を調製した。

SRG 標準溶液：SRG 標準品 10 mg を量り、蒸留水に溶解して 10 mL とし、標準原液とした。標準原液を蒸留水で適宜希釈して標準溶液（10  $\mu\text{g/mL}$ ）を調製した。

ポリアミド：富士フィルム和光純薬（株）製ポリアミド C-200

ポリアミドカラム：あらかじめ水洗したポリアミド 0.5 g を内径 1 cm、長さ 25 cm のコック付きガラス製クロマト管に湿式充填し、10%酢酸 10 mL でコンディショニングした。

抽出液：アンモニア水 35 mL を量り、99.5%エタノール 700 mL を加え、これに蒸留水を加え 1,000 mL とした。

溶出液：アンモニア水 18 mL を量り、蒸留水を加えて 500 mL とした液に、99.5%エタノールを加え 1,000 mL とした。

薄層クロマトグラフィー（以下、「TLC」とする。）用展開溶媒（N 系展開溶媒）：アンモニア水、2.5%クエン酸ナトリウム水溶液及び 99.5%エタノールを 2 : 7 : 1

で混合した。

TLC 用展開溶媒（P 系展開溶媒）：1-プロパノール、酢酸エチル及び蒸留水を 6 : 1 : 3 で混合した。

0.1 mol/L 酢酸アンモニウム水溶液・アセトニトリル混液（99 : 1）：酢酸アンモニウム 7.7 g を量り、超純水で溶解し 1,000 mL とし、その 990 mL にアセトニトリル 10 mL を加えた。

アセトニトリル：富士フィルム和光純薬（株）製 HPLC 用又は Honeywell International Inc. 製 LC/MS 用を用いた。

超純水：水道水を超純水製造装置で処理したもの（比抵抗 $> 18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 、TOC $< 5 \text{ ppb}$ ）を用いた。

蒸留水：水道水を蒸留水製造装置で処理したものを用いた。

その他の試薬：富士フィルム和光純薬（株）製及び関東化学（株）製試薬特級品を用いた。

### 2.3 器具

TLC 用プレート：MACHEREY-NAGEL GmbH & Co. KG 製 Cellulose MN 400 (AVICEL<sup>®</sup>)、CEL 400-10、10  $\times$  20 cm、層厚 0.10 mm。メタノールで空展開後、乾燥機にて 120 $^{\circ}\text{C}$ 、15 分間処理したものを用いた。

メンブランフィルター：アドバンテック東洋（株）製 DISMIC-13HP、親水性 PTFE、孔径 0.20  $\mu\text{m}$  及び 0.45  $\mu\text{m}$

### 2.4 装置

HPLC-PDA：（株）島津製作所製 ポンプ；LC-30A、検出器；SPD-M20A

LC-QTOFMS：LC 部；（株）エービー・サイエックス製 Exion LC AC、MS 部；（株）エービー・サイエックス製 X500R QTOF システム

超純水製造装置：オルガノ（株）製 PURELAB flex-UV  
蒸留水製造装置：アドバンテック東洋（株）製 RFD240NA

### 2.5 測定条件

#### 2.5.1 TLC 法

TLC 用プレートに R106 標準溶液及び試験溶液をスポットし、風乾後、N 系及び P 系展開溶媒を用いて展開し、色調及び移動度を確認した。

#### 2.5.2 HPLC-PDA 法

HPLC-PDA の測定条件を表 1 に示す。

#### 2.5.3 LC-QTOFMS 法

LC-QTOFMS の測定条件は、LC 条件を表 1 と同一とし、MS 条件を表 2 のとおりとした。

表1 HPLC-PDA の測定条件

カラム	Inertsil ODS-2 2.1×150 mm, 5 μm
カラム温度	40℃
移動相 A	0.1 mol/L 酢酸アンモニウム水溶液・アセトニトリル混液 (99 : 1)
移動相 B	アセトニトリル
グラジエント	B : 4% (0分) -70% (30分)
条件	-75% (35分)
ポストラン	15分
流速	0.2 mL/min
注入量	4 μL
サンプル温度	4℃
測定波長	190~700 nm

表2 LC-QTOFMS の MS 条件

イオン化	ESI-Negative
データ取得モード	IDA
カーテンガス流量	30 psi
ヒーター温度	500℃
ネブライザガス流量	60 psi
ターボガス流量	60 psi
スプレー電圧	-4,500 V
TOFMS scan 範囲	<i>m/z</i> 100~1,000
TOFMSMS scan 範囲	<i>m/z</i> 30~1,000

## 2.6 試験溶液の調製

試料 10 g を 2 併行で 50 mL 遠沈管に採取し、抽出液 40 mL を加え、60℃で 30 分間加温抽出した。氷冷後、10,000×g, 4℃, 10 分間遠心分離した。2 併行の抽出液を合わせてろ紙ろ過後、ろ液に *n*-ヘキサン 20 mL を加え、10 分間振とうし、脱脂した。水層を少量になるまで減圧濃縮後、6%酢酸を適宜加えて pH 4 程度としたものをポリアミドカラムに負荷し、1%酢酸 50 mL、熱蒸留水 50 mL 及び 70%エタノール 10 mL で順次洗浄した。溶出液 15 mL で溶出させ、6%酢酸で中和後、減圧乾固し、適宜蒸留水に溶解させ、メンブランフィルターでろ過したものを試験溶液とした。

## 3 実験結果及び考察

### 3.1 TLC 法

R106 標準溶液及び試験溶液を TLC 法で測定したところ、試験溶液から R106 以外の赤系色素は検出されなかった（データ示さず）。

### 3.2 HPLC-PDA 法及び LC-QTOFMS 法

#### 3.2.1 標準溶液

当所では、通常、食品中の食用タール色素の検査において、10 μg/mL 以下の濃度範囲の標準溶液を測定しており、これまでに食用タール色素以外のピークが検出されたことはなかった。R106 に含まれる副成色素等は、成分規格における上限規格値から 10%以下と想定し、通常測定している上限濃度の 10 倍である 100 μg/mL の R106 標準溶液を HPLC-PDA で測定し、副成色素等の検出の有無を確認した。100 μg/mL の R106 標準溶液について、通常当所で用いている赤系色素の検出波長である 520 nm に加え、R106 の副成色素等の検出波長である 254 nm<sup>1~3)</sup>、R106 の極大吸収波長付近の 565 nm 及び R106 の主たる副成色素である脱エチル化体（以下、「R106-SubA」とする。）の極大吸収波長として報告されている 550 nm<sup>3)</sup> におけるクロマトグラムを図 1 に示す。いずれの検出波長においても R106 と保持時間の異なる微小なピーク（以下、「ピーク①」とする。）が認められた。これは、R106 の副成色素等と考えられ、検出波長 550 nm におけるピーク①の面積値は、R106 のピーク面積値に対し約 0.7% であった。また、検出波長 254 nm では、保持時間約 20~27 分に極微小なピークが複数認められ、これらのピークも R106 の副成色素等の可能性があるが、赤系色素の検出波長での吸収は認められなかった。そこで、本検討では、R106 に次いでピーク面積値が大きく、R106-SubA の極大吸収波長である 550 nm 付近に吸収のあるピーク①に着目して検討を進めることとした。

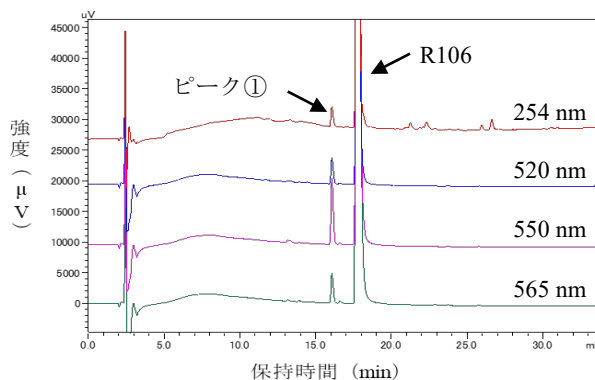


図1 R106 標準溶液のクロマトグラム

R106 標準溶液中の R106 及びピーク①について、吸収スペクトルを図 2 (A) 及び (B) に示す。ピーク①の極大吸収波長は、549 nm であり、R106 と異なっていたが、吸収スペクトルの形状は R106 と類似しており、R106 と同じキサンテン系骨格を持つ化合物であると考えられた。また、ピーク①の極大吸収波長は、R106-SubA の極大吸収波長である 550 nm<sup>2)</sup> とほぼ一致し、吸収スペクトルも同様の形状であり、R106 の副成色素である可能性が

考えられた。そこで、ピーク①について、LC-QTOFMSを用いて構造推定を試みた。

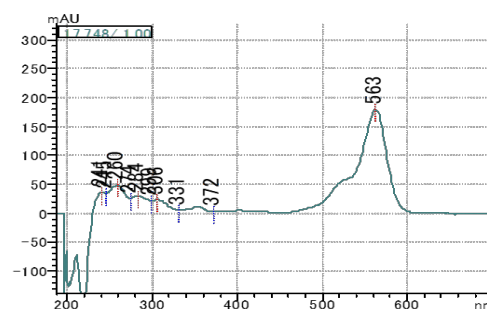
R106 標準溶液を LC-QTOFMS で測定し、HPLC-PDA で測定した際のピーク①に相当するピークのマスペクトルを図 3 に示す。複数のイオンが検出されており、特にイオン強度が高いのは  $m/z$  529.11 であった。 $m/z$  529.11 をプリカーサーイオンとするプロダクトイオンスペクトルを図 4 に示す。これらのスペクトルについて、(株) エービー・サイエックス製の解析ソフト (SCIEX OS Software) で構成元素及びその最大含有数を C50, H100, N10, O20, S5, I10, Cl10, Br10 として化合物の組成式を推定した結果、 $C_{25}H_{26}N_2O_7S_2$  という組成式が推定された。この組成式について化学データベースである Chemspider (<http://www.chemspider.com/>) で検索した結果、複数の化合物が候補として挙げられた。HPLC-PDA の測定結果から、ピーク①は R106 の構造 (図 5) と類似するキサンテン系骨格を持つ赤系色素であると考えられ、Chemspider で挙げられた  $C_{25}H_{26}N_2O_7S_2$  という組成式の化合物の中では、図 6 に示す化合物 (Chemspider ID 58696, 4-[(3E)-6-(Ethylamino)-3-(ethylimino)-2,7-dimethyl-3H-xanthen-9-yl]-1,3-benzenedisulfonic acid) (以下、「候補化合物」とする。) のみであった。また、Chemspider では候補として表示されなかったが、R106 の主たる副成色素として報告されている R106-SubA も組成式は  $C_{25}H_{26}N_2O_7S_2$  である (図 7)<sup>2, 3)</sup>。

そこで、ピーク①から検出された各々のイオンスペクトルを、候補化合物及び R106-SubA の構造に帰属させたところ、両化合物とも約 8 割のイオンが帰属され、いずれの構造であっても矛盾しないことが明らかとなった。すなわち、ピーク①は候補化合物又は R106-SubA のいずれかの構造を示す R106 の副成色素であると推定された。しかし、ピーク①が候補化合物又は R106-SubA のいずれであるか LC-QTOFMS 法の測定結果からは判別できなかった。

ピーク①が候補化合物又は R106-SubA のいずれであるか判別するため、候補化合物のナトリウム塩である SRG (図 8) の標準溶液を HPLC-PDA 及び LC-QTOFMS で測定した。SRG 標準溶液を LC-QTOFMS で測定し、SRG のマスペクトル及び  $m/z$  529.11 のプロダクトイオンスペクトルを描画したところ (図 9 及び図 10), R106 標準溶液のピーク①の各々のスペクトルと類似しており、LC-QTOFMS 法の測定結果ではピーク①が候補化合物か R106-SubA のいずれであるか判別できなかった。SRG 標準溶液を HPLC-PDA で測定し、R106 標準溶液と同様の検出波長におけるクロマトグラムを描画した (図 11)。SRG のピークトップの吸収スペクトルを図 12 に示す。また、R106 標準溶液及び SRG 標準溶液の各ピークの保

持時間及び極大吸収波長を表 3 に示す。SRG と R106 標準溶液のピーク①は、保持時間及び極大吸収波長がいずれも異なっていたことから、R106 標準溶液のピーク①は候補化合物と異なる化合物であると考えられた。そのため、ピーク①は、R106 の副成色素である R106-SubA の可能性が高いと考えられた。しかし、R106-SubA は標準品が入手できないため、ピーク①が R106-SubA であることの確認はできなかったため、今後更に検討の余地がある。

(A) 標準溶液の R106



(B) 標準溶液のピーク①

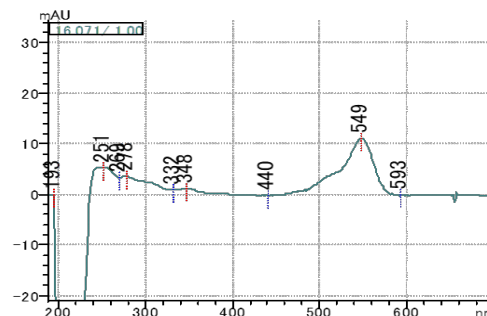


図 2 R106 標準溶液の各ピークにおけるピークトップの吸収スペクトル

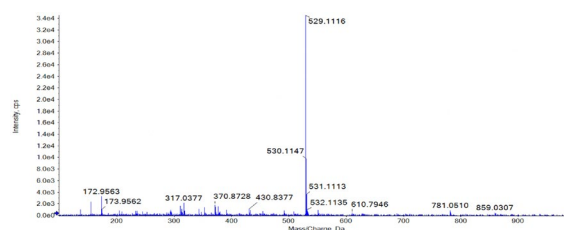


図 3 R106 標準溶液のピーク①のマスペクトル

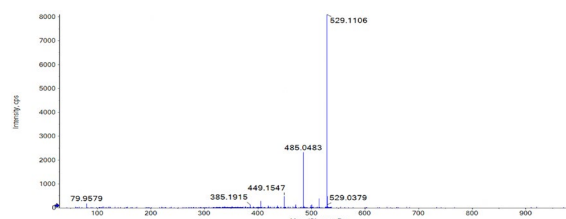


図 4 R106 標準溶液のピーク①の  $m/z$  529.11 のプロダクトイオンスペクトル

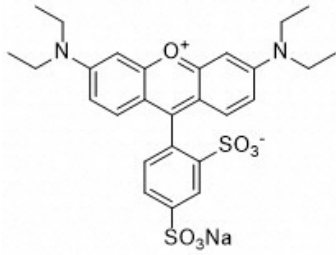


図 5 R106 の構造 (C<sub>27</sub>H<sub>29</sub>N<sub>2</sub>NaO<sub>7</sub>S<sub>2</sub>)

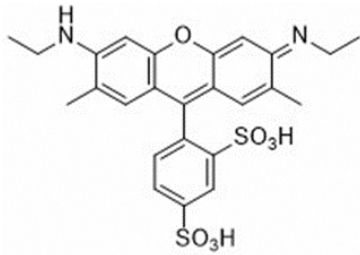


図 6 候補化合物の構造 (C<sub>25</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>7</sub>S<sub>2</sub>)

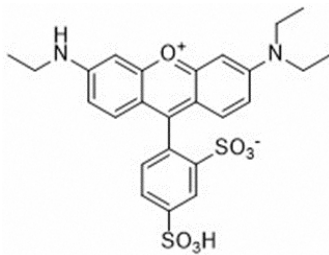


図 7 R106-SubA の構造 (C<sub>25</sub>H<sub>26</sub>N<sub>2</sub>O<sub>7</sub>S<sub>2</sub>)

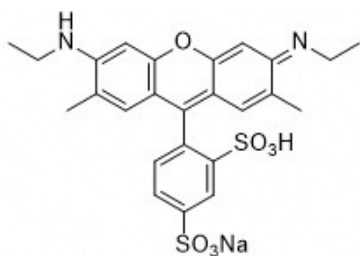


図 8 SRG の構造 (C<sub>25</sub>H<sub>25</sub>N<sub>2</sub>NaO<sub>7</sub>S<sub>2</sub>)

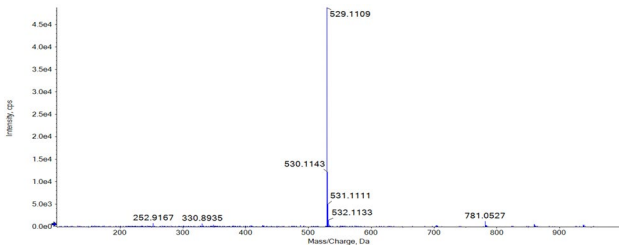


図 9 SRG のマスペクトル

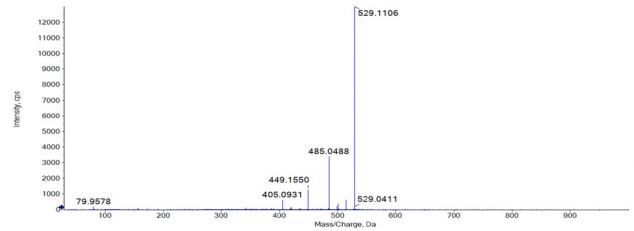


図 10 SRG の m/z 529.11 の  
プロダクトイオンスペクトル

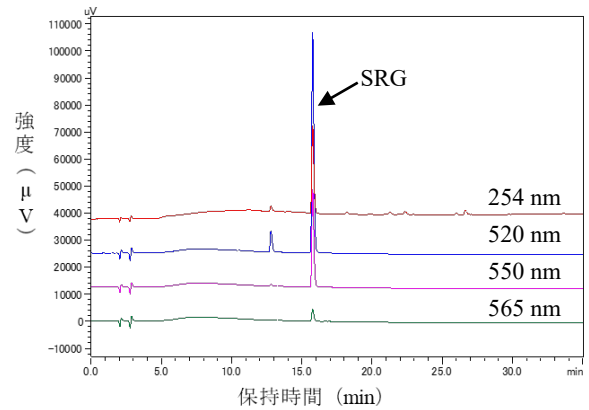


図 11 SRG 標準溶液のクロマトグラム

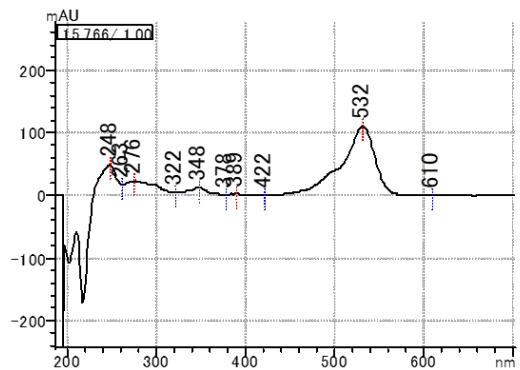


図 12 SRG 標準溶液のピークトップの吸収スペクトル

表 3 各標準溶液の各ピークの保持時間 (R.T.)  
及び極大吸収波長 (λ max)

測定溶液	ピーク	R.T. (min)	λ max (nm)
R106 標準溶液	R106	17.7	563
	ピーク①	16.1	549
SRG 標準溶液	SRG	15.8	532

なお、ピーク①の保持時間は、R3の保持時間と近接しており(図13)、HPLC-PDAの自動解析ソフトではR3と判定された。魚肉ねり製品のような高タンパクの食品からのR3等のキサンテン系色素の検出は困難であることが多い<sup>7~10)</sup>。そのため、高タンパクの食品の着色料

の検査では、試験溶液を濃縮して検査することも多く、R106 が高濃度に使用された検体を濃縮して検査した場合等に、ピーク①を R3 と機器の解析ソフトで誤判定してしまうおそれがある。当所の測定条件下で R106 の副成色素が R3 と近接した保持時間に検出されるという知見が得られたことは今後の着色料検査における重要な基礎資料となった。ただし、R3 の極大吸収波長は 530 nm で、ピーク①の極大吸収波長とは約 20 nm 異なることから、実際の着色料の検査では保持時間に加えて極大吸収波長を確認するため、R3 と誤同定することはないと考えられる。

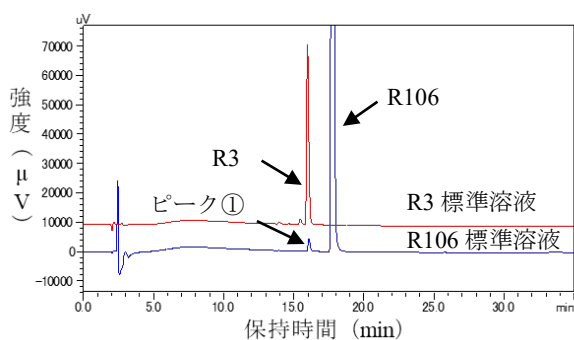


図 13 R106 及び R3 標準溶液の 520 nm におけるクロマトグラム

### 3.2.2 試験溶液

当所で使用している R106 標準品から R106 の副成色素が検出されることが確認できたため、R106 が使用された食品中の R106 の副成色素等の検出の有無を確認した。R106 使用表示のある魚肉ねり製品から調製した試験溶液を HPLC-PDA で測定し、R106 標準溶液と同様の検出波長におけるクロマトグラムを描画した (図 14)。254 nm, 520 nm, 550 nm 及び 565 nm のいずれの検出波長でも、R106 標準溶液のピーク①と同一の保持時間にピークが認められた (以下、「ピーク②」とする。)。検出波長 550 nm におけるピーク②の面積値は、R106 のピーク面積値に対し約 5%であった。TLC 法では、試験溶液から R106 以外の赤系色素は検出されなかったが、HPLC-PDA 法は TLC 法よりも検出感度が高いため、TLC 法では検出されなかった赤色の化合物が検出されたものと考えられた。

また、検出波長 254 nm では、保持時間約 20~27 分に R106 標準溶液同様の極微小なピークが複数認められた他、約 9~15 分にも極微小なピークが認められ、約 6.4 分にはピーク②よりも面積値が大きいピークが認められた。これらのピークについては、食品のマトリクス又は R106 の副成色素等に由来するものと考えられた。以降は、R106 標準溶液のピーク①と保持時間が同一であったピーク②に着目して検討した。

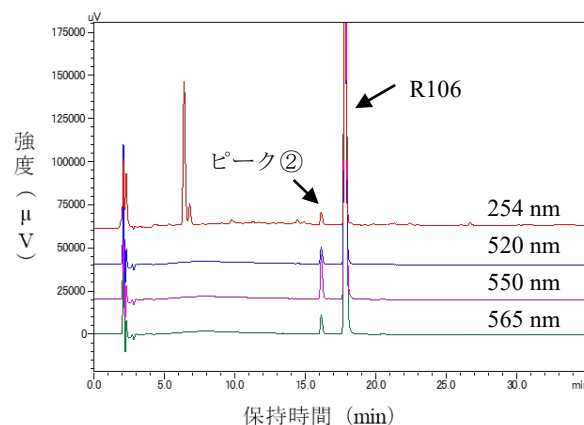


図 14 試験溶液のクロマトグラム

試験溶液のピーク②の保持時間及び極大吸収波長を表 4 に、ピークトップの吸収スペクトルを図 15 に示す。試験溶液のピーク②について、保持時間及び極大吸収波長は R106 標準溶液のピーク① (表 3) と一致しており、吸収スペクトルの形状が R106 標準溶液のピーク① (図 2 (B)) と酷似していた。

表 4 試験溶液のピーク②の保持時間 (R.T.) 及び極大吸収波長 ( $\lambda$  max)

測定溶液	ピーク	R.T. (min)	$\lambda$ max (nm)
試験溶液	ピーク②	16.1	549

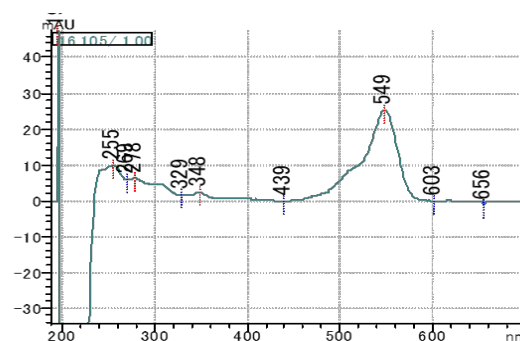


図 15 試験溶液のピーク②のピークトップの吸収スペクトル

ピーク②について、その構造を推定するため、R106 標準溶液と同様に LC-QTOFMS で測定した。ピーク②に相当するピークのマススペクトルを図 16 に、特にイオン強度が高かった  $m/z$  529.11 のプロダクトイオンスペクトルを図 17 に示す。これらのスペクトルは R106 標準溶液のピーク①のスペクトル (図 3 及び図 4) と酷似していた。更に R106 標準溶液と同一の条件で、解析ソフトを用いた化合物の組成式の推定を行った結果、ピーク①で推定された組成式と同一の組成式である  $C_{25}H_{26}N_2O_7S_2$  と



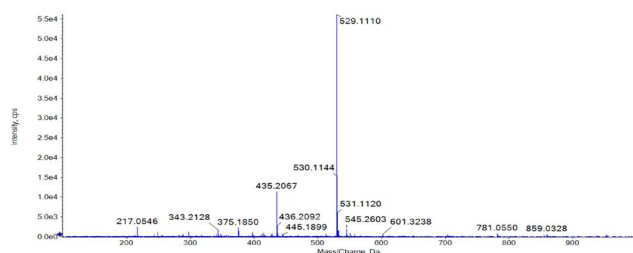
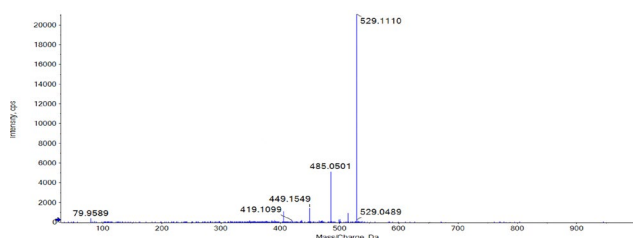


図 16 試験溶液のピーク②のマススペクトル

図 17 試験溶液のピーク②の  $m/z$  529.11 の  
プロダクトイオンスペクトル

推定された。そこで、ピーク②から検出されたそれぞれのスペクトルについても、候補化合物及び R106-SubA の構造に帰属させたところ、両化合物とも約 8 割のイオンが帰属され、R106 標準溶液のピーク①と同様、いずれの構造でも矛盾しないことが明らかとなった。すなわち、試験溶液のピーク②は R106 標準溶液のピーク①と同じく、候補化合物又は R106-SubA のいずれかの構造を示す R106 の副成色素であると推定され、HPLC-PDA 法の測定結果から、R106-SubA である可能性が高いと考えられた。

なお、試験溶液から検出された R106 の副成色素は、極大吸収波長が 549 nm であることから、仮に意図的に相当な量を添加すれば着色の効果はあると考えられるものの、TLC 法の測定結果及び HPLC-PDA 法における R106 とのピーク面積比から、試料から検出された副成色素による着色の効果はないと判断した。そのため、試験溶液から検出された R106 の副成色素は、製造時に使用された R106 に含まれていた副成色素が検出されたものと考えられる。

以上のことから、R106 の使用表示がある魚肉ねり製品の抽出液を濃縮した試験溶液から検出されたピーク②は、製造時に使用された R106 の副成色素のうち、組成式  $C_{25}H_{26}N_2O_7S_2$  の化合物又はその塩であると推定した。

今回は、通常の着色料の検査方法よりも意図的に濃縮率を上げて R106 の濃度が高くなるよう試験溶液を調製したため、R106 の副成色素の検出が可能であった。R106 の副成色素は試験溶液調製時の精製過程において、R106 と同様の挙動を示すと考えられ、今後、通常の着色料検査でも R106 の添加量が多い場合や、食品中に R106 と合

わせて使用された R3 等のキサンテン系色素の検出のために濃縮率を上げて試験溶液を調製する場合、機器の検出感度が大幅に向上した場合等には、R106 の副成色素が検出されるおそれがあることを視野に入れて検査に臨む必要がある。

## 4 まとめ

指定食品添加物である R106 は、平成 30 年に副成色素等の量が 10%以下と上限規格値が定められた。また、市販の R106 には副成色素等が一定量存在していることが報告されている。しかし、副成色素等の安全性に関する報告はなく、また、食品の製造時に使用された R106 の副成色素等の最終製品からの検出の有無を確認した報告はなかった。R106 の副成色素等について、食品からの検出の有無を把握しておけば、食品中の着色料の検査において不明色素が検出された際に、当該色素が R106 の副成色素等又は指定外の着色料のいずれであるか迅速に判断することが可能となる。そのため、食品からの R106 の副成色素等の検出の有無について知見を得ることは、食品の安全性の担保及び行政判断に資する重要な課題である。そこで、R106 の使用表示がある魚肉ねり食品について、R106 の副成色素等の検出の有無を検討した。

まず、当所で使用している R106 標準品から R106 の副成色素等の検出の有無を確認したところ、HPLC-PDA 法及び LC-QTOFMS 法により、組成式  $C_{25}H_{26}N_2O_7S_2$  の化合物又はその塩であると推定される R106 の副成色素が認められた。これは、R106 の主たる副成色素として報告されている R106-SubA の可能性が高いと考えられた。続いて、魚肉ねり製品の抽出液を濃縮した試験溶液を、標準溶液と同様に HPLC-PDA 法及び LC-QTOFMS 法で測定した結果、R106 標準溶液で R106-SubA の可能性が高いと考えられたピークと同様のピークが認められた。当該ピークは R3 と保持時間が近接しているため、今後の着色料検査においては、注意が必要である。これらのことから、製造時に使用された R106 の副成色素は、最終製品である魚肉ねり製品からも検出されることを確認した。

## 文献

- 1) 厚生労働省：第 9 版食品添加物公定書，平成 30 年 2 月 1 日
- 2) 川西徹，他：第 9 版食品添加物公定書解説書，D-1217 ~D-1222，(株)廣川書店（東京），2019
- 3) Chiye Tatebe, *et al.* : Determination of starting

- materials, intermediates, and subsidiary colors in the coloradditive Food Red No. 106 (Sulforhodamine B) using high-performance liquid chromatography, *Food Chemistry*, 237, 733~742, 2017
- 4) 石川ふさ子, 他: はじかみ(生姜)から検出された不明色素の構造, *食品衛生学雑誌* Vol. 46 (3), 93~98, 2005
  - 5) 新藤哲也, 他: 乾燥いちごから検出された不明赤色素の構造解析, *食品衛生学雑誌*, 53 (1), 1~7, 2012
  - 6) Naoki Ochi, *et al.*: Identification of the mono brominated derivative of Acid Red 52 (Food Red No. 106) in pickled vegetables, *Food Additives & Contaminants: PartA*, 33 (9), 1387~1395, 2016
  - 7) 大須賀愛幸, 他: 高タンパク食品中の酸性タール色素分析—精製カラムに負荷する溶液のpHの影響についての検討—, *食品衛生学雑誌*, 57 (6), 207~212, 2016
  - 8) 古賀梓美, 他: 福岡市における辛子明太子の着色料検出状況と精製法の検討, *福岡市保健環境研究所報*, 37, 77~80, 2011
  - 9) 日高千恵, 他: 辛子明太子における法定タール色素の表示と検査結果について, *福岡市衛生試験所報*, 18, 100~103, 1992
  - 10) 石川ふさ子, 他: 固相抽出及び HPLC を用いた高タンパク食品中の 21 種タール色素の分析法, *食品衛生学雑誌*, 41 (3), 194~199, 2000