

22 アルギン酸及びアルギン酸ナトリウム

Alginic Acid and Sodium Alginate

1. 試験法の概要

食品中のアルギン酸及びアルギン酸ナトリウムは希硫酸, 1%炭酸水素ナトリウム溶液, 硫酸マグネシウム-硫酸ナトリウム溶液で抽出, 精製し, ウロン酸をナフトレゾルシンで呈色させ, 比色法により定量する。

2. 試験法 (比色法)

(1) 検体の採取と試料の調製

一般試料採取法を準用する。

(2) 試料液の調製¹⁾

試料約2gを精密に量り, 試料が固形物であれば乳鉢等で粉碎し, 水2mlを加えよく混和後, 液体の場合はそのままアセトン40mlを加えて脂肪分を溶かす。必要があれば更に1回繰り返す²⁾。遠心し, アセトン層を除く。沈殿に1%炭酸水素ナトリウム溶液20mlを加え, 60℃水浴中で加温し, かくはん, 振とうする。遠心後, 上清を別の容器に移し, 同様の操作を繰り返す。上清を集め1mol/l塩酸でpH2~3に調整し, 水20mlを加えて1時間静置する。遠心し, 上清を除く³⁾。沈殿に1.5mol/l硫酸40mlを加えて3分間振とうし, 遠心し, 硫酸層を除去する⁴⁾。この操作を更に1回繰り返す。沈殿に3mol/l水酸化ナトリウム溶液を加え溶解又は懸濁させ, pH9~10に調整する。これに1mol/l硫酸マグネシウム-2.2mol/l硫酸ナトリウム試液1mlを加え, 80℃水浴中で10分間加温し, 冷後, 遠心分離する⁵⁾。必要があれば, ろ紙No.5Aで上清をろ過する。沈殿に2.5mol/l硫酸ナトリウム溶液2mlを加えてよく振り混ぜた後, 遠心分離し上清を先の上清に合わせる。上清を1mol/l塩酸でpH3~4に調整し, 10%硫酸銅溶液3ml及び水を加えて全量を20mlとする。1時間静置後, 遠心し, 上清を除去する。沈殿をあらかじめpH4に調整した水10mlで洗浄後, 1mol/lアンモニア水1mlに溶解し, 水で5~50ml⁶⁾の定容とし試験溶液とする。なお, 遠心はすべて, 3,500回転/分で10分間行う。

(3) 検量線用標準液の調製

アルギン酸ナトリウム⁷⁾を減圧下, デシケーター中で5時間乾燥し, その200mgを正確に量

り、水を加えて溶かし、正確に 100ml とする。この液 5ml を正確に量り、水を加えて正確に 100ml とし、標準液とする（この液 1ml はアルギン酸ナトリウム 100 μ g を含む）。標準液 0, 1, 2, 4ml 及び 6ml をそれぞれ正確に量り、水を加えてそれぞれ正確に 10ml とし、検量線用標準液とする（これらの液 1ml はアルギン酸ナトリウムそれぞれ 0, 10, 20, 40 μ g 及び 60 μ g を含む）。

(4) 測定法

① 測定条件

分光光度計を用い、波長 566nm における吸光度を測定する。

② 測定液の調製

試験溶液をスクリーキャップ付き試験管に 1ml 採り、銅-塩酸試液 2ml 及びナフトレゾルシノール試液 1ml を加え、沸騰水浴中で 65 分間加熱⁸⁾する。氷水中で冷却後、酢酸ブチル 4ml を加え、よく振とうし、遠心する。酢酸ブチル層をろ紙 No.5C でろ過し、測定液とする。

③ 検量線

検量線用標準液をスクリーキャップ付きの試験管に 1ml 採り、試験溶液と同様に②測定液の調製を行い、波長 566nm における吸光度を測定し、アルギン酸ナトリウムの検量線を作成する⁹⁾。

④ 定量¹¹⁾

測定液の波長 566nm における吸光度を測定し、検量線より、測定液中のアルギン酸ナトリウム量を求め (μ g)、次式によって検体中のアルギン酸ナトリウムの含量 (g/kg) を計算する¹⁰⁾。

$$\text{アルギン酸ナトリウムの含量 (g/kg)} = \frac{A \times V}{W \times 1,000}$$

A : 測定液中のアルギン酸ナトリウム量 (μ g)

V : 試験溶液の容量

W : 試料の採取量 (g)

試薬・試液

1. アルギン酸ナトリウム [試薬又は食品添加物用]
2. 1mol/l 硫酸マグネシウム-2.2mol/l 硫酸ナトリウム試液：硫酸マグネシウム 7 水和物 24.6g を 2.5mol/l 硫酸ナトリウム溶液に溶解し 100ml にする。
3. ナフトレゾルシノール試液：1,3-ジヒドロキシナフタレン (特級)¹²⁾ 100mg を使用直前に水 25ml に溶解する。
4. 銅-塩酸試液：濃塩酸 40ml に 2.5% 硫酸銅溶液 1ml 及び水 9ml を加える。

[注]

- 1) 食品中の成分に応じ適宜, 簡略化できる。
- 2) 脱脂のために行う。脂肪分を含まない食品でも脂溶性の色素成分を含むものは, アセトンで除去する。
- 3) 水に不溶性のプロトペクチンを含まない食品では, 1%炭酸水素ナトリウム溶液による抽出は省略できる。
- 4) 水溶性のペクチンの除去のため。
- 5) 除タンパクする目的。
- 6) アルギン酸ナトリウムの量により調整する。アルギン酸ナトリウムの量が極めて少ない場合は, 全量を試験溶液とする。
- 7) 市販試薬及び食品添加物純度のアルギン酸ナトリウムの呈色度に差は無い。
- 8) ナフトレゾルシノール反応における発色は 60 分間の加熱時間で最高値に達し, 以後 120 分間まで一定であるため, 若干の余裕を含め 65 分間とする。
- 9) アルギン酸ナトリウムは 60 μ g/ml まで原点を通る良好な直線性を示す。
- 10) 本法での定量限界は 0.020g/kg である。
- 11) 本法による添加回収試験の結果を注表 22-1, 22-2 に示す。
- 12) 和光純薬工業(株) (和光一級), 関東化学(株) (鹿特級), 片山工業(株), Sigma, Aldrich から市販されている。

注表 22-1 アルギン酸ナトリウムの各種食品での
添加回収率

食 品	回 収 率 (平均 \pm 標準偏差%, n=3)
しょう油	101.1 \pm 3.4
トマトケチャップ	74.9 \pm 4.0
カレールー	89.3 \pm 5.0
フレンチドレッシング	74.9 \pm 6.3
うどん	79.2 \pm 1.8
ラーメン	81.5 \pm 0.8
みそ	75.4 \pm 7.5
ココア	81.8 \pm 3.4
きな粉	54.6 \pm 1.2
ハンバーグ	86.1 \pm 3.8
ハム	84.6 \pm 3.7
はんぺん	82.9 \pm 3.2
アイスクリーム	95.6 \pm 3.7
ヨーグルト	88.2 \pm 2.7
牛乳	88.5 \pm 2.2
イチゴジャム	75.6 \pm 1.0
フルーツゼリー	88.6 \pm 2.8
ようかん	83.0 \pm 2.8

アルギン酸ナトリウム 0.1% 添加

注表 22-2 食品中のアルギン酸
ナトリウム含量

食 品	含 量 (g/kg)
しょう油	N.D.
トマトケチャップ	N.D.
カレールー	N.D.
フレンチドレッシング	N.D.
うどん	N.D.
ラーメン	N.D.
そば	2.90
みそ	N.D.
ココア	N.D.
きな粉	N.D.
ハンバーグ	N.D.
ハム	N.D.
はんぺん	N.D.
アイスクリーム	N.D.
ヨーグルト	N.D.
牛乳	N.D.
イチゴジャム	N.D.
フルーツゼリー	N.D.
ようかん	N.D.
プリン	1.12
ホイップクリーム	2.80

定量限界 (N.D.<0.020g/kg)