新規アルギン酸定量法の開発

宇田川知子¹, 小関友紀子^{1,2}, 小泉慶子¹, 五十嵐友二¹, 瀧上賢一^{1*}

¹ 一般財団法人日本食品分析センター多摩研究所

² 現所属：仙台市衛生研究所

Development of a Novel Determination Method for Alginic Acid

Tomoko Udagawa¹, Yukiko Koseki^{1,2}, Keiko Koizumi¹, Tomoji Igarashi¹ and Kenichi Fuchigami^{1*}

¹ Japan Food Research Laboratories, Tama-Branch, 6-11-10, Nagayama, Tama, Tokyo 206-0025

² Sendai City Institute of Public Health, 2-5-10, Oroshimachihigashi, Wakabayashi, Sendai, Miyagi 984-0002

Various determination methods for alginic acid have been developed for specific samples. As we were unable to directly compare the results of these methods, we developed a novel determination method. The procedure is as follows: ① extraction of dietary fiber fraction from samples; ② selective extraction of alginic acid from the dietary fiber fraction; and ③ colorimetric determination of alginic acid by carbazol-sulfuric acid reaction. When kelp (alginic acid content: 26.6 g/100 g) assessment was repeated 7 times, the intermediate precision (relative standard deviation) was 2.1%. The lower limit of determination was 0.1 g/100 g when using dextrin as a blank sample. Based on the present results, the trueness (mean recovery) ranged from 67.3% to 99.2% for 7 types of food.

(Received Jun. 5, 2013; Accepted Jul. 22, 2013)

Keywords : alginic acid, dietary fiber, quantitative analysis

キーワード : アルギン酸, 食物繊維, 定量分析

アルギン酸は、グルロン酸およびマンヌロン酸の二種類のウロン酸から構成される食物繊維であり、食品の増粘剤や安定剤として使われる多糖である。それと同時にコレステロール吸収低減作用などの特性も保有することから特定保健用食品の関与成分としても認可されている。

アルギン酸の構造はグルロン酸のみの結合部（Gブロック）、マンヌロン酸のみの結合部（Mブロック）、更に両者混在の結合部（MGブロック）の三種類が混在しており、各結合部固有の物性がある。例えば、Gブロックは二価陽イオンと架橋を強固に作るため、全体に対してGブロック比率が高いと剛性のあるゲルを造る。逆にMブロックは強いゲルは作らない代わりに高い水分保持力を示す¹⁾。そこで、例えば食品に添加するアルギン酸のブロック比率（M/G比）を管理することで、設計した物性を持った食品の安定的な製造が可能となる。

アルギン酸もしくはアルギン酸塩の定量法は、これまで様々な方法が開発されてきた。数例を挙げると、ビール²⁾、ブタひき肉³⁾ではアルギン酸をウロン酸に分解して測定し、天然海藻のアカモク⁴⁾では透析により回収した多糖画

分をカルバゾール硫酸法で測定している。この他、ウロン酸と高感度に呈色するナフトレゾルシノール反応を利用して食品全般に添加されたアルギン酸およびアルギン酸塩を定量する方法も開発された⁵⁾⁶⁾が、これらは異なった測定原理による測定法のため、結果を単純比較しにくかった。また、いずれも報告後、約10年以上が経過しており、かつ、その間に見直しも行われていない。10年前とは上市される商品にも変化があり、既報が想定するマトリクスとは異なる食品が存在する可能性がある。特に健康食品に多用され、ウロン酸を含むヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸などの増粘成分が測定結果に与える影響や、更にアルギン酸の分子量の相違による回収率も検討が必要である。

そこで、本報ではこれらの問題を解決し、かつ、対象となる食品を限定しない定量法を開発した。具体的には「栄養表示基準における栄養成分等の分析方法等について（平成11年衛新第13号）、以下、栄養表示基準」に記載されたプロスキー法（酵素-重量法）⁷⁾で食物繊維画分を分取し、これに二価陽イオンを添加しアルギン酸を沈殿、続いて希塩酸で洗浄後、水酸化ナトリウム溶液で再溶解させ、カルバゾール硫酸法⁸⁾で比色定量した。

定量法の性能評価（バリデーション）⁹⁾として、①類似の多糖類からの選択性、②分子量の差による回収率、③検量

¹ 〒206-0025 東京都多摩市永山 6-11-10

² 〒984-0002 宮城県仙台市若林区卸町東 2-5-10

* 連絡先 (Corresponding author), fuchigamik@jfrl.or.jp

線の直線性, ④ 定量下限, ⑤ 中間精度, ⑥ 真度 (添加回収率) について確認した。

実 験 方 法

1. 試料および試薬

(1) 試 料

海藻 (コンブ), 飲料 (ビール, 日本茶), 菓子 (バニラアイス), サプリメント (飲料) および加工食品 (ハンバーグ, イチゴジャム) の7種類を購入した。試料は全て国内市販品である。

(2) 標準品と標準溶液調製

アルギン酸ナトリウム (Sodium Alginate, I-3, フナコシ) を水に溶解し 0, 10, 20, 40, 70, 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ の標準溶液を調製した。ただし, 標準溶液の調製に先立ち, 標準品の水分を常圧加熱乾燥法 (105 $^{\circ}\text{C}$, 4 時間) により予め測定し, 水分補正した値を定量に用いた。また, 定量値はナトリウム塩としてではなく, アルギン酸として算出した。なお, 後述の方法で重量平均分子量を調べた。

(3) サイズ排除クロマトグラフィー用分子量マーカー

分子量マーカーは Pullulan P-1600 (分子量 160 万, 昭和電工), Shodex STANDARD P-82 (分子量 40 万, 21 万, 4.9 万, 2.2 万, 6 千, 昭和電工) およびマルトトリオース (分子量 504, SIGMA-ALDRICH) とした。

(4) 試薬および調製

試薬は原則, 特級を使用した。

(i) アルギン酸ナトリウム

分子量差が回収率に与える影響を確認するため, 重量平均分子量がおおよそ 100 万と 200 万のアルギン酸ナトリウムを入手した。具体的にはアルギン酸ナトリウムはキミカより I-1, I-S (ともに I シリーズ) の提供を受けた。なお, 重量平均分子量は, 入手時に後述の方法で調べた。

(ii) 酵素

栄養表示基準の食物繊維分析法に規定された耐熱性アミラーゼ (A-3306, SIGMA-ALDRICH), プロテアーゼ (P-5380, SIGMA-ALDRICH) およびグルコアミラーゼ (A-9913, SIGMA-ALDRICH) を用いた。食物繊維画分に残存するペクチンを除去するためのペクチナーゼは Pectinase (P0026, From *Aspergillus niger*, 東京化成工業) を使った。なお, ペクチナーゼの至適条件はグルコアミラーゼ処理条件に類似していたため, グルコアミラーゼ処理後に温度調整のみ行い, 処理した。

(iii) 増粘多糖類

食品に元々存在するか, もしくは添加される可能性があり, かつ, 入手可能なものを選択した。多糖類は, フコイダン (fucoidan from *Fucus vesiculosus*, SIGMA-ALDRICH), アラビアガム (gum arabic from acacia tree, SIGMA-ALDRICH), グアーガム (guar, SIGMA-ALDRICH), カラギーナン (carrageenan, commercial Grade, Type I, SIGMA-

ALDRICH), ペクチン (pectin from citrus, 和光純薬工業), ヒアルロン酸 (hyaluronic Acid Sodium Salt, from Rooster Comb, 和光純薬工業), コンドロイチン硫酸 (chondroitin Sulfate A, Na salt, 生化学工業), キサンタンガム (xanthan gum, 理研ビタミン), タマリンドガム (tamarind seed gum, 理研ビタミン) を用いた。

(iv) カルバゾール試薬

四ほう酸ナトリウム十水和物 (ほう砂, 和光純薬工業) 1.9 g に濃硫酸 (SSG, 和光純薬工業) 200 ml を加えて溶解した。カルバゾール (一級, 和光純薬工業) 0.125 g を無水エタノール (関東化学) 100 ml に溶解した。

(v) エタノール

エタノール (99.5, 関東化学) もしくはエタノール (95, 関東化学) を使用した。

(vi) 5% (w/v) フェノール溶液

フェノール (関東化学) 5 g をフラスコに取り水 100 ml に定容した。

(vii) 塩化マグネシウム

アルギン酸を沈殿させる二価陽イオン¹⁰⁾ として塩化マグネシウム六水和物 (関東化学) を用いた。

(5) ガラスフィルター (1G3) のセライト層形成

セライト (精製ろ過用珪藻土, 土田食品工業) 約 0.7 g をガラスフィルターに取り, 水約 60 ml および 99.5% (v/v) エタノール約 60 ml で吸引ろ過し, セライト層を形成した。

(6) デキストリン

定量下限調査のため, デキストリン n 水和物 (10016-02, 関東化学) を用いた。

2. 試験溶液の調製

試験操作の概要を図 1 に示した。

試料を粉碎装置 (ミルサー 600D, Iwatani) で 20~60 秒粉碎して均質化した。粉碎後に粉の状態になる試料は, 目開き 500 μm の篩を通過する程度まで粉碎した。水分含量の高い加工食品は, ペースト状の状態を確認しながら更に 30 秒ほど粉碎を継続し, 最大 60 秒粉碎した。液体試料は固形物が認められた場合に粉碎した。なお, 炭酸を含む飲料は脱気した後に試験に用いた。粉碎した試料の約 0.5 g を正確に 300 ml 容トールビーカーに採取し, 耐熱性アミラーゼ, プロテアーゼおよびグルコアミラーゼによる酵素処理を行った。続いてペクチナーゼ約 130 ユニット (約 0.1 g) を加え, 37 $^{\circ}\text{C}$ で 30 分間振とうした。放冷後, 水を加えて約 50 ml とし, 塩化マグネシウム六水和物を約 1 g 添加した。続いて 95% (v/v) エタノールを溶液の 4 倍量加えエタノール最終濃度を約 78% (v/v) とした後, 一晚静置した。これを予め 0.7 g のセライト層を作ったガラスフィルター (1G3) でろ過し, 95% (v/v) エタノール水溶液で沈殿物を完全に洗い込みながらろ過した。次にガラスフィルター上に回収された沈殿物をアセトンで脱水処理してスパーテルでセライトごとかきだしながら遠沈管に移し, 3

図 1 分析法の概要

% (v/v) 塩酸約 100 ml を加えて混合後, 2000 回転で 5 分間遠心分離 (H-1000F, コクサン) した。この遠心分離操作と同時並行で, 先のガラスフィルターを再利用して新たに 0.3 g のセライト層を作っておき, 遠心分離後の上澄みをろ過した。この遠心分離とろ過洗浄操作を, ブドウ糖や果糖などの少糖類が除去できるまで繰り返した。なお, 少糖類除去の判断は, フェノール硫酸法を利用して行った。洗浄時のろ液約 1 ml を試験管に取り, 5% (w/v) フェノール水溶液 1 ml, 続いて濃硫酸 (和光, SSG) 5 ml を加えて混合後, ろ液が発色しなければ少糖類は除去されたと判断した。

続いて, ガラスフィルターのセライト面が上を向くように遠沈管に入れ, 1% (w/v) 水酸化ナトリウム溶液を 100 ml 加えてガラスフィルターを浸した。一晩静置してアル

ギン酸を溶解した。静置後, ガラスフィルターを取り出し, 遠沈管内の溶液を水で 200 ml に定容後, ろ過 (ろ紙, No. 5B, 東洋濾紙) して試験溶液とした。最終的に試験溶液は 0.5% (w/v) 水酸化ナトリウム水溶液になり, 標準溶液の溶媒である水とは異なるが, 溶媒の相違が定量値に影響しない事を予め確認した。

なお, 高濃度試料の採取量は, 最終的な比色定量用の検液に含まれるアルギン酸濃度が検量線の濃度範囲に入るよう調整した。

3. カルバゾール硫酸法による定量

ほう砂・硫酸溶液 5 ml と試料溶液 1 ml を混合し, 沸騰水浴中で 10 分間加熱した。これを氷冷した後, カルバゾール溶液 0.2 ml 加えて混合し, 再度, 沸騰水浴中で 15 分間加

表 1 フコイダンの影響

混合試料 フコイダン：アルギン酸（混合比）	アルギン酸 (g/100 g)		理論値比 (%) (定量値 / 理論値 × 100)
	定量値	理論値	
3 : 1	18.8	19.8	94.9
1 : 1	37.0	38.0	97.4
1 : 3	56.2	58.0	96.9

定量は 1 回実施した。

熱した。これを氷冷して、室温とした後、530nm における吸光度を測定した。なお、吸光度の測定には分光光度計 UV-1600（島津製作所）を使用した。

試料溶液測定時、標準溶液も同時に測定し、濃度と吸光度の関係式（検量線）を作成した。なお、試料溶液は吸光度が標準溶液の直線応答範囲（10～100 µg/ml）に入るよう適宜希釈した。

4. 分子量の相違による回収率

(1) 分子量

標準品およびアルギン酸ナトリウムの分子量はサイズ排除クロマトグラフィーにより調べた。分子量マーカーはプルランとして、既報¹¹⁾と同様に重量平均分子量および多分散度を求めた。

測定には、GPC 装置、Shodex GPC-101、示差屈折計 RI-71S（以上、昭和電工）、カラムは TSKgel GMPWXL（φ7.8 mm×300 mm、2 本連結、東ソー）を用いた。また、移動相は 0.1 mol/l 硝酸ナトリウム溶液とし、カラム温度 40℃で、流速を 1.0 ml/min とした。なお、GPC への注入量は 100 µl とした。

プルランは移動相に溶解した。試料溶液は、アルギン酸ナトリウム約 0.01 g に 0.1 mol/l 硝酸ナトリウム溶液 10 ml を加え、室温で一晩放置後、沸騰浴中で 10 分間加熱し、放冷後に孔径 0.45 µm のメンブランフィルターでろ過して試験溶液とした。

(2) 回収率

アルギン酸ナトリウム（I-I および I-S）を図 1 に示した手順で定量し、定量値を回収率とした。

5. 増粘成分（多糖）の影響

(1) フコイダンの除去率

フコイダンおよびアルギン酸ナトリウムの重量比が 3 : 1, 1 : 1, 1 : 3 となるように混合した水溶液を調製した。各水溶液について本法でアルギン酸を定量し、対理論値比を求めた。

(2) 増粘多糖類（フコイダン以外）の影響

加工食品に使われる可能性の高い増粘多糖類を数種選択し、1～10 g/100 ml の水溶液を調製して本方法により定量した。

水溶液濃度は、増粘多糖類の添加濃度が不明なため、健康食品に良く添加されるヒアルロン酸、コンドロイチン硫酸、更に果実や野菜に含まれるペクチンについては他の多

糖に比べて高い濃度とした。

水溶液をそのままカルバズール硫酸法で定量し、アルギン酸に換算した値と本法による定量値の比率を求め、本法による抽出精製を実施する前後での定量値について比較した。

6. 分析法の検討

(1) 検量線の直線性

標準品をそのままカルバズール硫酸法により測定した時の吸光度と濃度の相関図を作成した。

(2) 定量下限

デキストリンを 6 回測定した結果から標準偏差を求め、その 10 倍を定量下限と設定した。

(3) 中間精度

市販の食品（試料）のうち昆布について、1 日に 1 回の測定を 7 日間行い、合計 7 回の結果から中間精度を確認した。

(4) 真度

市販の食品を使って添加回収試験により真度を調べた。標準品は試料に含まれるアルギン酸と同量になるように添加した。ただし、原材料等の情報から定量下限付近の結果が予想される菓子（バニラアイス）、および加工食品（ハンバーグ、イチゴジャム）には定量値が 0.1 g/100 g になるように添加した。更に、固形分量が少ない飲料（ビール、日本茶）は感度を上げるため試料採取量を 5 g に変更し定量値が 0.01 g/100 g となる量を添加した。

なお、標準品の添加誤差を避けるため、標準品の 0.1 g/100 ml 水溶液を添加した。

実験結果および考察

1. フコイダンの影響

海藻にはアルギン酸の他にフコイダンも含まれている。このフコイダンの構成要素であるグルクロン酸¹²⁾は、アルギン酸を構成するマンヌロン酸に比較して 1.7 倍の吸光度¹³⁾を示すことが報告されており、ウロン酸に特異性のあるカルバズール-硫酸法によりアルギン酸を定量する際にはフコイダンの除去が必須である。そこでフコイダンおよびアルギン酸の含量比が異なる試料溶液を調製して本法でアルギン酸を定量し、フコイダンの影響を検討した。

アルギン酸ナトリウムとフコイダンの混合比率に関係なく、アルギン酸の対理論値比は 94.9% 以上となった（表 1）ことから、フコイダンは除去されて定量値に影響せず、確

表2 アルギン酸精製操作による各種多糖類の除去能力

多糖類	水溶液濃度 (g/100ml)	定量値 (アルギン酸換算, g/100g)					
		精製操作なし			精製操作あり		
		結果 (平均)	1回目	2回目	結果 (平均)	1回目	2回目
ペクチン	4.0	3.3	3.34	—	0.1	0.11	—
	2.0	—	—	—	0.1	0.14	—
コンドロイチン硫酸	10.0	5.4	5.37	—	0.1	0.13	—
	8.0	—	—	—	0.1	0.13	—
ヒアルロン酸	3.0	2.2	2.20	—	0.1	0.13	—
	0.7	—	—	—	0.1	0.14	—
キサントガム	1.0	0.3	0.35	0.33	0.3	0.32	0.32
アラビアガム	1.0	0.3	0.31	—	0.1	0.14	0.12
タマリンドガム	1.0	0.2	0.18	—	0.1	0.13	0.08
カラギーナン	1.0	0.1	0.10	0.06	0.2	0.19	0.15
グアーガム	1.0	0.1	0.09	0.09	0.1	0.14	0.08

—：試験せず

精製操作なし：水溶液をそのままカルバゾール硫酸法で発色させて定量

精製操作あり：本報で開発した手順に従い処理後にカルバゾール硫酸法で発色させて定量

1回測定の場合、四捨五入した値を結果とした。

実に分離・定量が可能である事が明らかとなった。

2. 多糖類の影響

多糖類の標準水溶液をカルバゾール硫酸法により発色させて測定（精製操作なし）すると、ペクチン、コンドロイチン硫酸、ヒアルロン酸は、順に 3.3 g/100 ml（水溶液濃度 4.0 g/100 ml）、5.4 g/100 ml（水溶液濃度 10.0 g/100 ml）、2.2 g/100 ml（水溶液濃度 3.0 g/100 ml）となり、水溶液濃度に対する結果の比率が 82.5%（ $=3.3/4.0 \times 100$ ）になったペクチンが最も大きく影響した（表2）。一方、図1に示した本法により定量（精製操作あり）した結果は、いずれも 0.1 g/100 g となり影響を減ずる事ができた。

キサントガム、アラビアガム、タマリンドガム、カラギーナンおよびグアーガムは 1.0 g/100 ml の水溶液を精製操作なしで定量すると、順に 0.3 g/100 ml, 0.3 g/100 ml, 0.2 g/100 ml, 0.1 g/100 ml, 0.1 g/100 ml となり、上記ペクチン等よりも影響は小さかった。これらを本法の精製操作を行って定量（アルギン酸換算）すると、キサントガム並びにカラギーナン以外は 0.1 g/100 g となりペクチンなどと同じく影響を減じることができた。キサントガムの 1 g/100 ml 水溶液のアルギン酸換算値は、精製操作の有無に関わらず 0.3 g/100 g となり、変化がなかった。カラギーナンは精製操作後の結果が 0.1 g/100 g 上がったが定量下限付近の結果であり、測定誤差と判断した。また、精製操作の有無により結果が変わらなかったグアーガムは、カルバゾール硫酸法での発色の反応性が低いと推測された。

なお、本法では、アルギン酸が選択的に抽出されたと考えられたため、既報^{5, 6)}で報告されたナフトレゾルシノー

ル法ではなく、糖全般に反応するカルバゾール硫酸法を選択し、反応時間を短縮した。

3. 分子量の差が回収率に与える影響

各アルギン酸ナトリウムの分子量分布のクロマトグラムを図2に、重量平均分子量、多分散度および回収率を表3に示した。

各アルギン酸ナトリウムおよび標準品のクロマトグラムにはピークが複数観察された。なお、図2において22分近傍のピークは移動相を注入した際にも見られたことからアルギン酸ナトリウムに由来しないと考えられた。

表3に示した通り、アルギン酸ナトリウムの重量平均分子量は I-1, I-S, 標準品の順に 114 万, 206 万, 156 万であり、I-1, I-S については回収率が 92.4% 以上となった。なお、上市されている低分子アルギン酸ナトリウムは入手することができず、本報では調べられなかった。

4. 検量線の直線性

図3に濃度と吸光度の相関図を示した。

5. 定量下限

ブランク試料（デキストリン）の繰り返し測定の結果、標準偏差が 0.008 g/100 g となり、その 10 倍の 0.08 g/100 g が定量下限となった（表4）。ただし、便宜的に 0.1 g/100 g を定量下限とした。

6. 測定精度および添加回収試験（真度）

表5に昆布の測定結果を示した。中間精度（相対標準偏差）は 2.1% であった。昆布のアルギン酸は品種などにより変動があるものの、およそ 15~25 g/100 g であり¹⁴⁾、本報による定量値と近似であった。

各試料についてアルギン酸の定量結果および添加回収試

図 2 アルギン酸ナトリウムの分子量

- ①, 分子量 200 万；②, 分子量 100 万；③, 分子量 50 万；
④, 分子量 10 万

表 3 アルギン酸の分子量と回収率の関係

アルギン酸 ナトリウム	重量 平均分子量	多分散度	回収率 (%)	
			1 回目	2 回目
I-1	1140000	7.1	92.4	97.5
I-S	2060000	4.9	100.5	100.7
標準品	1560000	5.2	—	—

—：算出せず。

験結果を表 6 に示した。

昆布（平均 21.0 g/100 g）および低分子アルギン酸が配合された飲料（1.6 g/100 g）の中間精度は順に 3.4%，1.1%，更に，添加回収率も 85.0～99.2% と良好な結果となった。商品ラベルの情報から算出した低分子アルギン酸の添加量が約 2.7 g/100 g である飲料は，平均値から対理論値比を算

図 3 アルギン酸の検量線

表 4 定量下限の確認：ブランク試料（デキストリン）の繰り返し測定結果

測定回数	平均	範囲	標準偏差	定量下限
6 回	0.14	0.13～0.15	0.008	0.1

(g/100 g)

表 5 昆布の繰り返し測定結果

測定回数	平均 (g/100 g)	範囲 (g/100 g)	標準偏差 (g/100 g)	中間精度 (%)
7 回	26.6	25.68～27.04	0.55	2.1

出すると 59% となったため，本法では回収できなかった低分子アルギン酸が存在すると推測された。

バニラアイス，ハンバーグおよびイチゴジャムは，平均値（0.1～0.3 g/100 g）が定量下限付近となった。それらの添加回収率は 67.3～92.1% となり，70～120%¹⁾ の範囲を外れたものが 1 回だけあったが良好な結果であった。ハンバーグは今回確認していないマンナンが増粘剤として添加されており，その影響により 67.3% の回収率になった可能性があった。また，イチゴジャムは中間精度が 79.0% と，他に比較して再現性に乏しい結果となったが，添加回収率は 75.5～92.1% と，定量値に比較して変動が小さかった。その理由は，試験ごとのペクチン除去程度に差が生じて変動が大きくなったが，添加されたアルギン酸が存在すると除去程度の差がアルギン酸に打ち消されたためと推測した。

ビールおよび日本茶は，10 倍量を採取したことから 0.01 g/100 g までの結果を示した。定量値ならびに添加回収率ともに定量濃度を勘案すると，十分な結果であった。

以上より，本法によりアルギン酸を合理的に定量できる事が明らかとなったが，今回調査できなかった増粘剤等の影響確認と，低分子化されたアルギン酸の回収率向上が課題として残った。

表 6 アルギン酸の定量結果および添加回収試験結果

品種	定量値 (g/100g)					平均値 (g/100g)	標準偏差 (g/100)	中間精度 (%)	添加回収率 (%)					添加量* (ml)	増粘剤などに関する パッケージの表示
	1回目	2回目	3回目	4回目	5回目				1回目	2回目	3回目	4回目	5回目		
昆布	22.1	20.1	21.0	20.7	21.1	21.0	0.72	3.4	94.4	88.5	93.9	93.2	87.2	25	—
飲料	1.62	1.62	1.63	1.64	1.60	1.6	0.017	1.1	88.3	85.0	98.5	93.4	99.2	10	低分子アルギン酸配合
バニラアイス	0.12	0.14	0.13	0.12	0.14	0.1	0.010	10.0	82.2	81.9	73.8	90.0	83.6	10	安定剤 (増粘多糖類)
ハンバーグ	0.11	0.31	0.32	0.32	0.29	0.3	0.090	30.0	84.0	85.8	67.3	74.7	73.7	10	増粘剤 (マンナン)
イチゴジャム	0.04	0.16	0.20	0.05	0.20	0.1	0.079	79.0	83.3	82.6	75.5	82.0	92.1	10	ゲル化剤 (ペクチン)
ビール	0.010	0.012	0.012	0.011	0.011	0.01	0.0008	8.0	83.0	85.2	80.2	82.8	81.3	10	
日本茶	0.010	0.010	0.009	0.014	0.014	0.01	0.0024	24.0	84.7	86.3	84.5	83.0	78.7	10	—

*添加量：添加回収試験における標準品 (0.1 g/100 ml 水溶液) の添加量
 昆布は少糖類の洗浄操作に時間がかかるため、採取量を 0.1 g に変更した。

要 約

定量法の統一が未完成で、かつ、10 年以上見直しされていない食品中でのアルギン酸定量法を再検討した。本報で開発した定量法は、食物繊維画分を抽出し、そこにマグネシウム塩を添加してアルギン酸を回収した。この方法により、加工食品や海藻に含まれるアルギン酸を定量することが可能であった。その際、マトリクスとして存在するフコイダンなど粘性を持つ多糖類の影響を除去した事を確認した。カルバゾール硫酸法による検量線の直線性は $r=0.9999$ 、定量値の平均が 26.6 g/100 g である昆布を用い、繰り返し 7 回測定した時の中間精度 (相対標準偏差) は 2.1 % であった。定量下限は 0.1 g/100 g であり、真度は添加回収率として 67.3~99.2 % の範囲であった。ただし、今回調査しなかった増粘剤等の影響調査と、低分子化されたアルギン酸の回収率向上が課題として残った。

本試験を進めるにあたり、試験に協力やご助言頂いた理研食品株式会社 今野雅夫氏、大場隆氏、更に試料を提供頂いた理研ビタミン株式会社、理研食品株式会社並びに株式会社キミカに深謝致します。また、本稿の査読を頂いた元財団法人日本食品分析センター (現：横浜薬科大学健康薬学科) の金谷建一郎先生、独立行政法人農業・食品産業技術総合研究機構 食品総合研究所アドバイザー 安井明美先生、更に試験にあたりご協力頂いた一般財団法人日本食品分析センター多摩研究所栄養科学部の中里孝史氏はじめ、糖質分析課の皆様に深謝致します。

文 献

- 笠原文善, 宮島千尋, 酒井久美子, 佐藤元昭, アルギン酸およびその塩類のめん質との関係, 食品と科学, **42**, No. 10, 87-90 (2000).

引用 URL

- http://kouseikyoku.mhlw.go.jp/kantoshinetsu/gyomu/buka/shokuhin/hourei/eishoku_no117.html (2013. 05. 22).

(平成 25 年 6 月 5 日受付, 平成 25 年 7 月 22 日受理)