

「あおり PG」の定量に影響を及ぼさない県産素材に関する研究

Effects of regional ingredients on Aomori PG quantification

小笠原 敦子

機能性表示食品等、あおり PG（以下「PG」）関連商品開発に向けた取組みにおいて、組合せて配合したときに PG 定量が可能な県産素材候補探索を目的として本研究を実施した。候補として、ハウレンソウ、ニンジン、キクの粉末、ゴボウ茶抽出液、ゼリーを使用した。粉末試料は、秤量後、乳糖等を添加、混合し、PG 抽出用の試料とした。PG の分析方法は、消費者庁 HP「機能性表示食品届出情報」中の「『A0+PG TABLET』からのサケ鼻軟骨由来プロテオグリカンの分析方法」¹⁾を参考に実施した。ゼリーは、PG 水溶液と乳糖で混合した後、超音波処理し、ペーパーろ紙でろ過したろ液を、粉末試料と同様に限外ろ過し、以下、粉末試料と同様に実施した。その結果、ゴボウ茶抽出液は、PG 濃度とクロマトグラムのピーク面積に $R^2 > 0.9$ の相関があり、定量可能であった。キク及びハウレンソウ粉末も同様の傾向であったが、ニンジン粉末は、別途、前処理方法の検討が必要だった。ゼリーは PG 標品と同様のピークが検出され、本法での定量可能性が示唆された。

本事業で、県産素材 PG 配合食品からの PG 分析方法のノウハウを蓄積できた。あおり PG を活用した、より魅力的な商品開発促進が期待される。

1) 消費者庁. “『A0+PG TABLET』からのサケ鼻軟骨由来プロテオグリカンの分析方法”. 機能性表示食品検索情報



ゴボウ茶抽出物



ハウレンソウ粉末



キク粉末

写真 県産素材候補

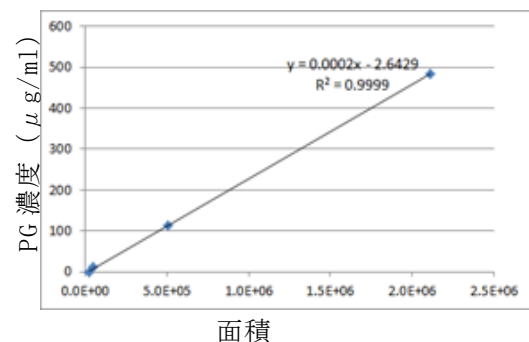
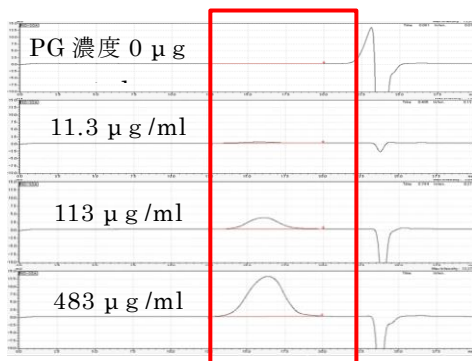


図 ゴボウ茶抽出液中の PG の定量

1. はじめに

県で推進する「青森ライフイノベーション戦略セカンドステージ」実現に向けた取組みの一環として、あおり PG（以後「PG」と表記）の定量に影響を及ぼさない県産素材を探索し、データベース化することにより、県内企業における健康食品の商品開発力の強化、機能性表示食品等、PG 関連商品開発の促進を目的として本事業を実施した。

事業の背景として、青森県では「青森ライフイノベーション戦略セカンドステージ」実現に向けた取組みの一環として、「PG 等機能性素材を核とした研究開発・産業振興のさらなる深化」に取り組んでいることが挙げられる。これに伴い、平成 29 年度には、当研究所に PG 定量分析装置（高速液体クロマトグラフ, Prominence GPC システム, SHIMADZU）が導入された。プロテオグリカン市場は急拡大を続けており、県内企業においても数多くの PG 配合化粧品・健康食品が開発されている。令和 2 年 3 月 5 日現在で、機能性表示食品の届出数は 2,759 件であり、うち機能性関与成分名がプロテオグリカンであるものは 28 件である。県内事業者からは、昨年度末にあおり PG 関連商品の機能性表示食品県内第一号が誕生した。

県内事業者において、PG 配合商品の機能性表示食品届出を希望しているところが数者ある。にもかかわらず現状は一者に留まっている理由の一つとして、PG の定量についての課題が挙げられる。例えば、ゼリー等に用いられるゲル化剤は、糖タンパク質である PG と分子構造や分子量等、様々な性質が類似しており、PG 定量に困難を生じている。このような、PG とともに配合する素材による PG 定量の困難さを解決するために、配合しても PG の定量に影響を及ぼさない県産素材のデータベースを作ることが有効であると考えた。

2. 実験方法等

2.1 材料

全国的に見て青森県が生産量の上位にあるゴボウ、ニンジン、キク、生産量が多くはないが、年間を通じて収穫でき、ブランド化の動きがあるハウレンソウ、県内事業者が商品化しているゼリーについて、それぞれ前処理法及び分析法を検討した。

ゴボウについては、市販されているゴボウ茶製品から抽出液を調製した。ハウレンソウ、ニンジンについては市販の粉末、キクについては食用として栽培されている花を当研究所で凍結乾燥及び粉碎して、分析に供した。ゼリーについては、市販品を使用した(写真 1~5)。



写真 1 ゴボウ茶製品と抽出液



写真 2 ハウレンソウ粉末



写真 3 ニンジン粉末



写真 4 キク粉末



写真 5 ゼリー

2.2 方法

ゴボウ茶は、茶製品 2 g を 500m l の水に入れて約 15 分間抽出した。固形物を除去した抽出液に PG 水溶液を添加し、分画分子量 10 万の限外ろ過による濃縮、定容及び 0.45 μ m のフィルタによる前処理ろ過後、高速液体クロマトグラフにより分析した。概要を図 1 に示した。

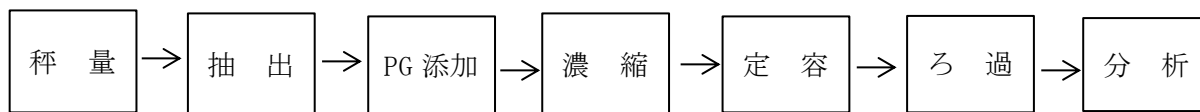


図 1 ゴボウ茶抽出液分析手順

ハウレンソウ粉末、ニンジン粉末、キク粉末は、消費者庁 HP「機能性表示食品届出情報」中の『A0+PG TABLET』からのサケ鼻軟骨由来プロテオグリカンの分析方法¹⁾を参考に、それぞれの粉末に PG 粉末及び錠剤製造時の賦形剤である乳糖と結晶セルロースを加えて乳鉢で混合し 4M グアニジン塩酸塩による抽出、分画分子量 10 万の限外ろ過による濃縮、定容及び 0.45 μ m のフィルタによる前処理ろ過後、高速液体クロマトグラフにより分析した。概要を図 2 に示した。

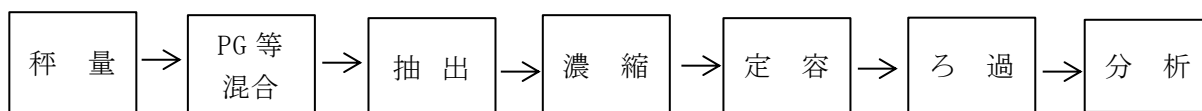


図 2 ハウレンソウ粉末等分析手順

ゼリーについては shodex ホームページ掲載のテクニカルレポート²⁾を参考にした。PG 水溶液を加えて乳鉢で磨砕、均一化した後 50mM pH6.8 リン酸緩衝液で希釈し、超音波処理により抽出した後ペーパーフィルタでろ過した。ろ液を分画分子量 10 万の限外ろ過により濃縮し、定容及び 0.45 μ m のフィルタによる前処理ろ過後、高速液体クロマトグラフにより分析した。概要を図 3 に示した。

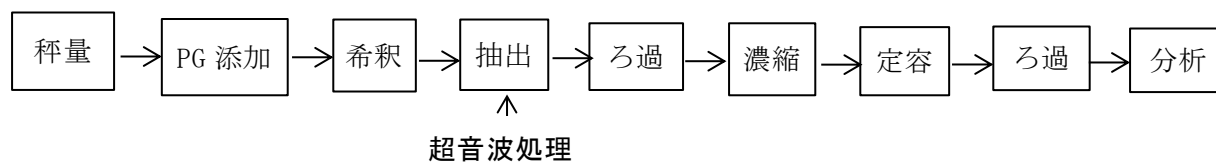


図 3 ゼリー分析手順

3. 結果及び考察

ゴボウ茶抽出液のクロマトグラムを図 4 に示した。PG の含有量は、ゴボウ茶抽出液 1m l あたり、上から 0 μ g、11.3 μ g、113 μ g、483 μ g である。ゴボウ茶抽出液中の PG の検量線を図 5 に示した。PG を添加しないゴボウ茶抽出液のクロマトグラムは、ほぼ平坦であるが、PG 濃度が高まるにつれて、ピークが高くなる。ピーク面積と PG 濃度の関係で検量線を作成したところ決定係数 $R^2 > 0.9$ であり、良好な相関が得られたことから、ゴボウ茶抽出液中の PG は定量可能であることがわかった。

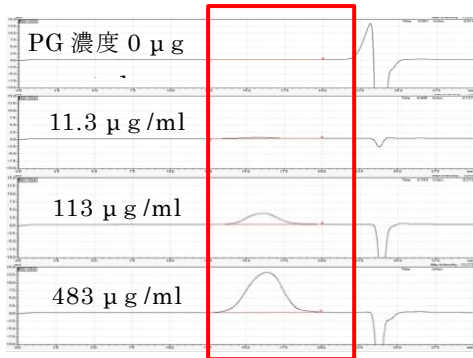


図4 PG添加ゴボウ茶抽出液のクロマトグラム

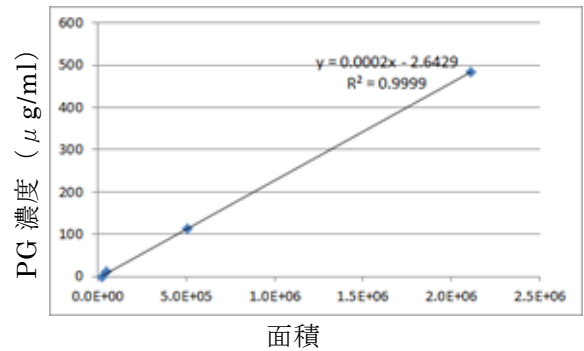


図5 ゴボウ茶抽出液中のPG検量線

ホウレンソウ粉末にPGを添加した試料のクロマトグラムを、図6に示した。ホウレンソウ粉末については、PG無添加のサンプルにもPGと類似の保持時間を有するピークが見られる。しかしPG濃度を高くすると、PG特有の信号強度の上昇が見られることから、添加回収試験により、PGが定量可能であることが示唆された。キクについても同様であり、添加回収試験により定量可能であることが示唆された（データ非表示）。

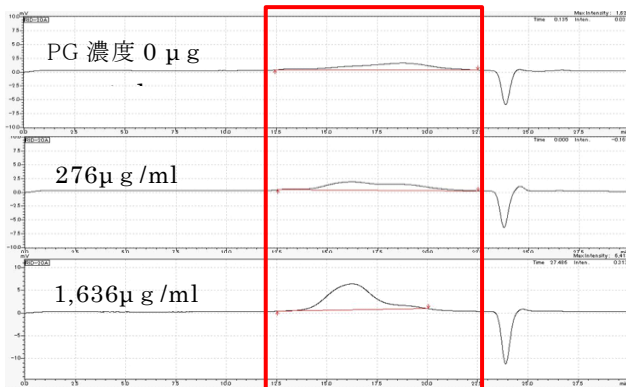


図6 PG添加ホウレンソウ粉末のクロマトグラム

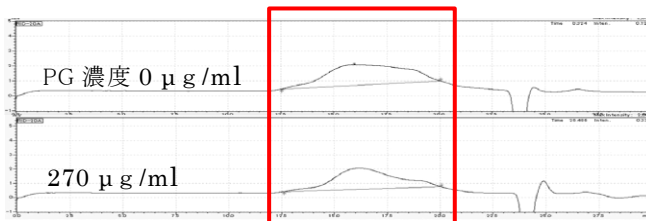


図7 PG添加ニンジン粉末のクロマトグラム

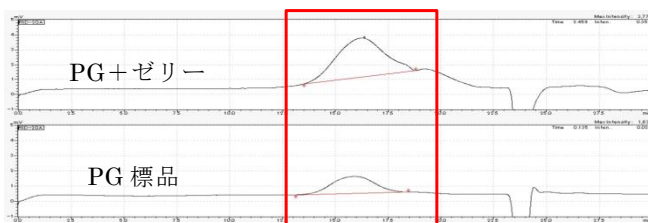


図8 PG添加ゼリーのクロマトグラム

で実施した。その結果を図8に示した。PG標品のクロマトグラムと同様の部分にピークが見られたため、本法で分析の可能性が示唆された。

ニンジン粉末にPGを添加したもののクロマトグラムを図7に示した。ニンジン粉末のみでもブロードのピークが検出され、その面積は大きく、PG濃度270 μg/mlのものと同程度であった。このことから、ニンジン粉末にはPGと同程度の分子量の物質が存在するために、ホウレンソウ粉末と同様の方法では定量が難しく、別途、前処理方法の検討が必要であることがわかった。ニンジン粉末は、0.45 μmのフィルタでろ過したろ液に濁りが見られ、多糖類、酵素など、PGのピークに夾雑する物質が多く含まれると思われた。

ゼリーについては、はじめに消費者庁HP「機能性表示食品届出情報」中の『A0+PG TABLET』からのサケ鼻軟骨由来プロテオグリカンの分析方法を参考に¹⁾ PGの抽出を行ったが、分画分子量10万の限外ろ過膜で濃縮する工程で、ゲル化剤の影響によりろ過が不能になったため、先述した方法

4. まとめ

本事業により、機能性表示食品届出を検討しているゼリーやゴボウ茶など、県産素材 PG 配合食品からの PG 分析方法のノウハウを蓄積することができた。今後は、PG とともに配合する県産素材を増やし、あおり PG を活用した、より魅力的な商品の開発促進が期待される。

5. 参考文献

- 1) 消費者庁. “「A0+PG TABLET」からのサケ鼻軟骨由来プロテオグリカンの分析方法”. 機能性表示食品検索情報
- 2) shodex. “カップゼリー (NH2P-50 4E)”. テクニカルレポート