

豚肉調製品中のピペリンの定量分析法

この分析法は、こしょうで調味された生豚肉中のピペリンを定量する場合に適用する。

1. 試験方法の概略 この定量分析法は、こしょうで調味された生豚肉中のピペリンを定量する場合に適用し、次の手順にしたがって分析を行う。

- ① 生肉からピペリン及び脂質を抽出する
- ② シリカゲルカラムにより脂質を除去し、ピペリンを分取する
- ③ 紫外外部吸収法によりピペリンを定量する

2. 装置及びシリカゲルカラムの作製

- (1) 紫外可視分光光度計

343 nm の波長で測定できるもの

- (2) シリカゲルカラムの作製

クロマトグラフィー用シリカゲル (Mesh 100~200) 5 g をトルエンでスラリー状にして、常法に従い、内径 15 mm のカラムクロマト管に充てんする (シリカゲル柱の長さ 5~10 cm)。

3. 試料の調製 分析試料は、その形状に応じて、適当な方法により調製する。例えば、大きな塊状物は 1 cm 角程度に細断したのち、よく混ぜ、その約 200 g を更にミンチ状にしたものを分析試料とする。

4. ピペリンの抽出 分析試料の約 10 g を 200 mL 容共栓付褐色 (又はアルミホイルで覆って遮光したもの：以下同じ) フラスコに正確に量り取り、クロロホルム 40 mL を加え共栓をして振とう機により 30 分間振とうしたのち、ろ紙 JIS P 3801 6 種 (No.6) (直径 15 cm) を用いて暗所で傾斜法により手早くろ過する。

次に、フラスコ中の残渣にクロロホルム 40 mL を加え、手で激しく振とうし、暗所で傾斜法により最初に用いたろ紙で手早くろ過する。この操作を合計 3 回繰り返す。

褐色抽出フラスコに全ろ液を合わせ、約 45°C の温水浴で加温しながら、アスピレーターを接続したロータリーエバポレーターを用いて液量が約 30 mL になるまで減圧濃縮する。この濃縮液を 50 mL 容褐色メスフラスコに移し、トルエンを加えて定容し、ピペリン抽出液とする。

5. 定量

5.1 紫外外部吸収法 ピペリン抽出液の 10 mL をホールピペットでシリカゲル褐色カラム上に入れ、トルエン 140 mL で脂質を溶出 (流速 2 mL/min) させ除去する。次に 50 mL 容褐色メスフラスコを受器とし、メタノール 45 mL でカラムからピペリンを溶出 (流速 2 mL/min) させたのち、メタノールを加えて定容し、これを紫外外部吸収測定用のピペリン溶液とする。

5.2 定量操作 5.1 で得られたピペリン溶液を、光路長 1 cm のセルを用いて、空試験と同様に処理して得られた溶出液^①を対照液として 343 nm における吸光度を測定する^②。

注 1) 空試験用シリカゲルカラムにトルエン 140 mL (流速 2 mL/min) を流し、このトルエン流出液は捨てる。

次にメタノール 45 mL を同様に流し、流出液を 50 mL 容褐色メスフラスコにとりメタノールを加えて定容したものを空試験用の溶出液とする。

注 2) 吸光度の測定は、5.1 で試料及び空試験のカラムクロマト抽出液を得た後、速やかにおこなうこと。

5.3 ピペリン含有量の計算

ピペリン含有量は次式により求める。

$$\text{試料中のピペリン (\%)} = \frac{E \times 250}{S \times 126878} \times 100$$

ただし、
E : 吸光度
250 : 希釈倍率
S : 試料採取量 (g)
126878 : 吸光係数

数値の丸め方は、小数点以下第 4 位を四捨五入する。

6. 参考文献

- (1) 笹川邦雄, 川端省三: 関税中央分析所報, **25**, 19 (1985)
- (2) 笹川邦雄, 川端省三: 関税中央分析所報, **27**, 173 (1987)
- (3) 加藤康紀, 佐藤里子, 富田健二, 関川義明, 氏原寛: 関税中央分析所報, **36**, 5 (1997)
- (4) 中村文雄, 赤崎哲也, 東郷雅子, 岩本和郎: 関税中央分析所報, **37**, 1 (1998)
- (5) 西尾仁美, 松本吉三郎, 藤村徹, 後藤弘一: 関税中央分析所報, **38**, 13 (1998)
- (6) 柴田正志, 中山清貴, 加藤隆, 中村文雄, 笹谷隆: 関税中央分析所報, **40**, 27 (2000)
- (7) 斎藤義和, 盛永誠: 関税中央分析所報, **54**, 61 (2014)
- (8) 山岡裕貴, 森賢一郎, 菅野達朗, 池田啓久, 中山清貴: 関税中央分析所報, **55**, 109 (2015)