

ペパーミント油の分析法

この分析法は、関税定率法別表第 3301.24 号及び 3301.25 号に該当するペパーミント油で、メンタ・ピペリタ (*Mentha piperita*) から採取したものと、メンタ・アルヴェンスイス (*Mentha arvensis*) から採取したものとを区別する場合に適用する。

1. 試験方法の概略 関税定率法別表においてペパーミント油はメンタ・ピペリタ (*Mentha piperita*) から採取したものと、メンタ・アルヴェンスイス (*Mentha arvensis*) から採取したもの及びその他のものに区別されている。この分析法においてはメンタ・ピペリタから採取したペパーミント油とメンタ・アルヴェンスイスから採取したペパーミント油の区別に必要な試験法を定めている。

両者の区別はガスクロマトグラフ・質量分析計により、メンタ・ピペリタから採取したものに特徴的に存在するメントフラン、サビネンハイドレート及びヴィリリデフロロールの有無及び両者に共通して含まれているシネオールとリモネンの含有割合から判定する。

2. 試薬、器具及び装置

(1) 標準ペパーミント油⁽¹⁾

メンタ・ピペリタから採取したペパーミント油及びメンタ・アルヴェンスイスから採取したペパーミント油で、ガスクロマトグラム上の主要ピークの成分が確認されているもの。

(2) ガスクロマトグラフ・質量分析計

検出器として質量分析計 (MS) を備えたもの。

(3) ガスクロマトグラフ用カラム

キャピラリーカラム：DB-WAX (内径 0.25mm、長さ 30m、液相厚 0.5μm) 又はこれと同等品

(4) ガスクロマトグラフの条件

オーブン温度

ペパーミント油の各成分が良好に分離するようにオーブン温度を設定する。

(例) 50°C(3 分)→[15°C/分昇温]→110°C→[3°C/分昇温]→150°C→[15°C/分昇温]→200°C(5 分)

注入口温度

250°C

その他の条件

分析機器のその他の設定値等を分析に必要な最適条件にする。

注 1) 標準ペパーミント油は冷暗所に保存しなければならない。

3. 試験方法

3.1 測定方法 ペパーミント油のガスクロマトグラフィーの測定条件は、2. に示した条件又はこれと同等以上の条件とし、ペパーミント油の各成分が良好に分離するように調整の上、検出器として質量分析計を用いる。

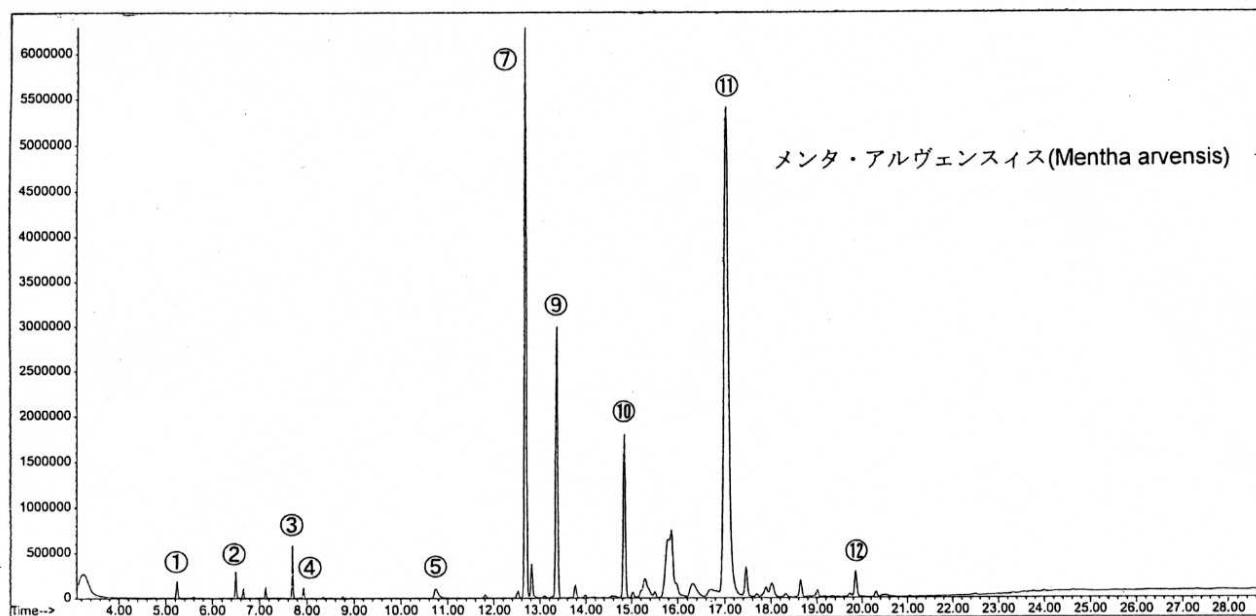
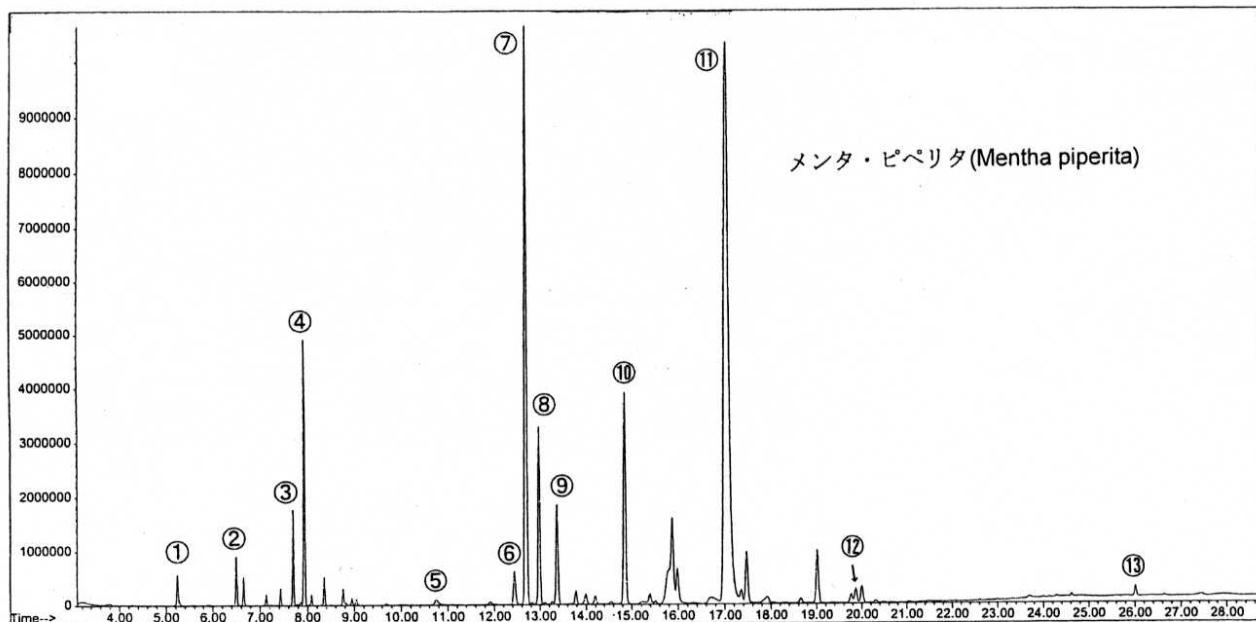
試料にジエチルエーテルを加え、約 1% の溶液に調製した後、その 1μl をガスクロマトグラフ・質量分析計に注入して、試料のトータルイオンクロマトグラムと必要なピークのマススペクトルを測定する。

3. 2 成分の同定 測定した試料のトータルイオンクロマトグラム上の各ピークの同定は、各ピークの質量

スペクトルと標準ペパーミント油の同成分のリテンションタイムとの比較により、その成分を決定する⁽²⁾。

注2) 標準ペパーミント油のトータルイオンクロマトグラムと異なるピークが存在する場合は添加物が存在する可能性が大きいので、その有無を確認する必要がある。

(参考) トータルイオンクロマトグラム及びマススペクトルの一例



ピーク・化合物名

- ① α -Pinene
- ② β -Pinene
- ③ d-Limonene
- ④ Cineole
- ⑤ 3-Octanol
- ⑥ (+) trans-Sabinene hydrate
- ⑦ Menthone

ピーク・化合物名

- ⑧ Menthofuran
- ⑨ iso-Menthone
- ⑩ Menthylacetate
- ⑪ 1-Menthol
- ⑫ Piperitone
- ⑬ Viridiflorol

測定条件

カラム： DB-WAX (0.25mm × 30m × 0.5μm)

オーブン温度： 50°C(3分)→[15°C/分昇温]→110°C→[3°C/分昇温]→150°C→[15°C/分昇温]→200°C(5分)

キャリヤガス： ヘリウム (1ml/分)

試料注入量： 1μl

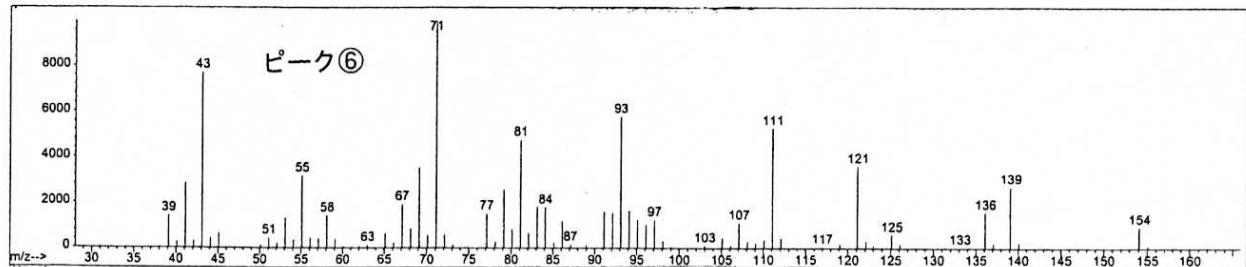
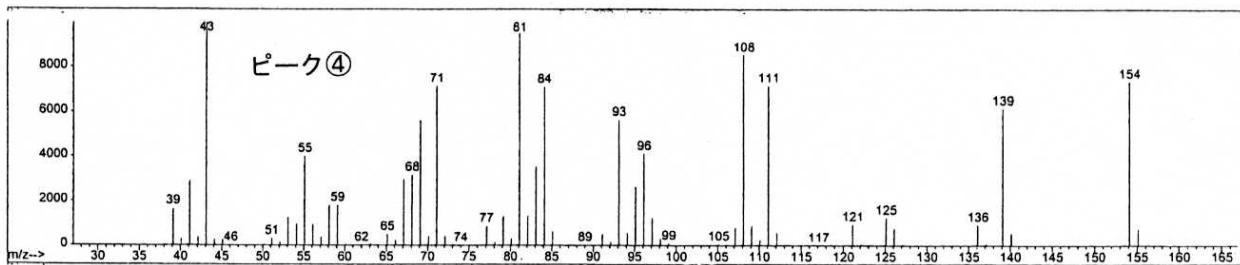
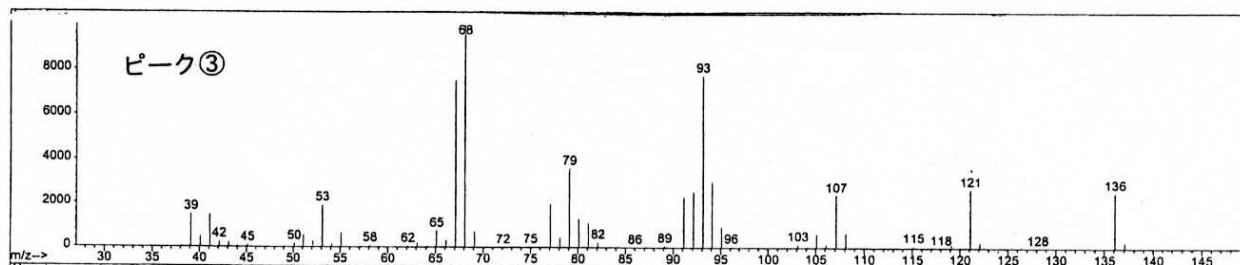
注入口温度： 250°C

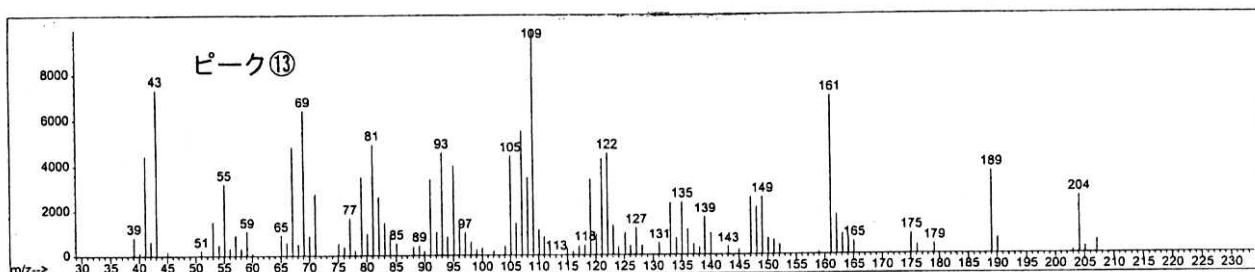
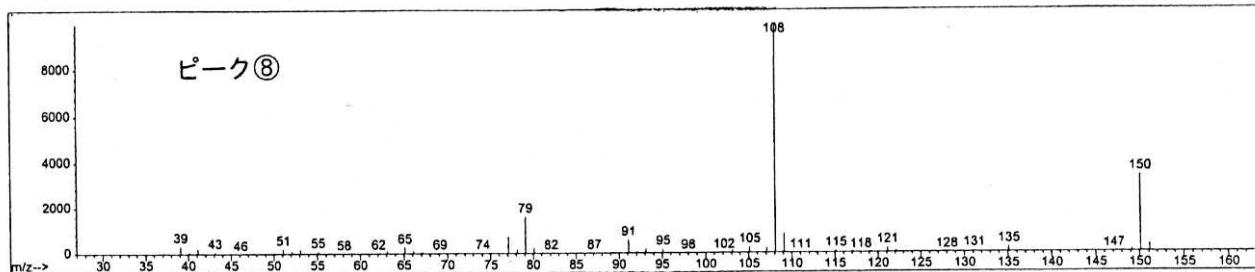
注入口モード： スプリット (20:1)

インターフェイス温度： 250°C

イオン化： EI, 70eV

主なピークのマススペクトル





4. 種類の判定 メンタ・ピペリタから採取したペパーミント油とメンタ・アルヴェンスィスから採取したペパーミント油の種類の判定は次の表による。

なお、両者の混合物又は種間雑種で、表の基準では判定が困難な場合は物理化学定数（比重、屈折率、旋光度等）、構成成分の定量的考察を行い、総合的に判定する必要がある。

表 ペパーミント油の種類判定基準

項目	ペパーミント油の種類	
	Mentha piperita	Mentha arvensis
メントフランの検出	(+)	(-) ⁽³⁾
サビネンハイドレートの検出	(+)	(-) ⁽³⁾
ヴィリデフロロールの検出	(+)	(-) ⁽³⁾
リモネンとシネオールのピークの大きさ	リモネン < シネオール	リモネン > シネオール

注3) ここで、(−)とは、通常の測定感度（標準のメンタ・ピペリタからは検出されるが、メンタ・アルヴェンスィスからは検出されない測定条件）で検出されないことを意味する。

5. 総メントールの定量 4.により、メンタ・アルヴェンスィスから採取したペパーミント油と判定された場合は、関税定率法施行令第74条に定める試験方法として以下により総メントールを定量する。

試料約10gを量り、無水酢酸10ml及び無水酢酸ナトリウム2gを加え、還流冷却管を付け、1時間煮沸し、冷後、水30mlを加えて沸騰水浴中でしばしば振り動かしながら15分間加熱する。次にこれを分液ロートに

入れ、油層を分取し、洗液が中性となるまで水で洗い、無水硫酸ナトリウム 2g を加えてよく振り混ぜ、30 分間放置した後、乾燥ろ紙を用いてろ過する。得られた油分（アセチル化油）約 2g 及び試料（非アセチル化油）約 5g をそれぞれ精密に量り、それぞれにエタノール 5ml 及びフェノールフタレイン試薬⁽⁴⁾2 滴を加え、0.5N 水酸化カリウム・エタノール液を加えて中性とした後、更に 0.5N 水酸化カリウム・エタノール液 25ml を正確に加え、還流冷却器を付け、沸騰水浴上で 1 時間煮沸し、直ちに水 25ml を加えて振り混ぜた後、冷却し、過量の水酸化カリウムを 0.5N 塩酸で滴定し、その滴定量 (ml) を a 及び b とする（指示薬：フェノールフタレイン試薬 1ml）。同様の方法で空試験を行い、0.5N 塩酸の滴定量 (ml) を c とする。

$$\text{総メントールの量 (\%)} = \frac{7.814 \times (c - a) \left\{ 1 - \frac{0.021 \times (c - b)}{\text{非アセチル化油の量 (g)}} \right\}}{\text{アセチル化油の量 (g)} - 0.021 \times (c - a)}$$

注4) フェノールフタレイン 1g をエタノール 100ml に溶かしたもの。