

## ノート

## 豚肉調製品中のピペリンの定量

柴田 正志\*, 中山 清貴\*, 加藤 隆\*, 中村 文雄\*, 笹谷 隆\*

## Determination of Piperine in Seasoned Pork Meat

SHIBATA Masashi\*, NAKAYAMA Kiyotaka\*,  
KATO Takashi\*, NAKAMURA Fumio\* and SASATANI Takashi\*\*Central Customs Laboratory, Ministry of Finance  
531, Iwase, Matsudo-shi, Chiba-ken, 271-0076 Japan

We compared four analysis methods for determining piperine in seasoned pork meat (extraction with chloroform - benzene, ethyl acetate, diethylether - methanol and chloroform). We conclude that the method by extraction with chloroform is better than the other methods because of less influence of fat in pork meat and high recovery.

## 1. 緒 言

近年、豚肉にこしょうを添加した調製豚肉の輸入が増加している。これらは、調製豚肉中のこしょうの含有率により、関税率表第2類あるいは第16類のいずれかに分類され、その税率格差は非常に大きい。

こしょうを添加した調製肉は、昭和61年5月21日付輸入課事務連絡「肉類の調製品の分類基準について」に基づいて分類されている。この中で、第16類に分類されるものか否かについては、こしょうそのものの含有量 0.3%をもって目安とし、こしょうの含有量の分析は、こしょう中に含有されるピペリンの平均含有量 5%を基準に判定する、と規定されている。

現在、税関では、関税中央分析所税関分析法 No.111「調製肉中のピペリン定量分析法」に基づき、調製肉中のピペリンを定量し、こしょう含有量を算出している。しかし、この方法では有害な有機溶剤を多量に用いることや、煩雑な操作を必要とし、分析に長時間を要することから、これまでに多くの分析方法が提案されている。<sup>1), 2), 3)</sup>

これまでに提案されてきたピペリンの分析法は、検出方法の観点から UV 法とクロマトグラフ法に大別される。クロマトグラフ法では、UV 法と比較するとピペリンの定量値が低くなることが報告されている<sup>2)</sup>。この理由として、クロマトグラフ法ではピペリンそのもののピークを定量に用いるのに対し、UV 法ではピペリンのみならず 343nm に吸収を持つピペリン類縁体も同時に測定してしまうことが挙げられる。現在の税関分析法では、UV 法を採用しているため、過去の分析結果との整合性

を考慮すると、ピペリン及びピペリン類縁体を測定することが望ましいと考えられる。そこで今回、我々は、税関分析法や過去に提案された分析法の問題点を指摘しつつ、より迅速な方法を検討したので報告する。

## 2. 実 験

## 2.1 試 料

豚肉及び黒こしょう（市販品）  
調製豚肉（大阪税関管内で輸入申告のあったもの）

## 2.2 試 薬

ピペリン（Aldrich）  
豚脂（林市次商店）

## 2.3 装 置

ダブルビーム分光光度計 UV-2400PC（島津製作所(株)）  
ホモジナイザー SMT HIGH-FLEX HOMOGENIZER  
（(株)エスエムテー）  
振とう機 PROMAX2020（Heidolph）

## 2.4 実 験

次の4つの方法でこしょうあるいは調製肉中からのピペリンの抽出及び油脂の除去を行った。

税関分析法 No.111

酢酸エチル抽出法（関税中央分析所報 No.36）

ジエチルエーテル・メタノール抽出法（関税中央分析所報 No.38）

\*大蔵省関税中央分析所 〒271-0076 千葉県松戸市岩瀬 531

クロロホルム抽出法（税関分析法 No.111 の改良検討法）

## 2.5 クロロホルム抽出法

試料をホモジナイズし、その 10g を採取し、200ml 容共栓付褐色フラスコに正確に量り取り、クロロホルム 40ml 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（NO.6）を用いて傾斜法によりろ過する。次に、フラスコ中の残さにクロロホルム 40ml を加え、手で激しく振とうし、傾斜法により最初に用いたろ紙でろ過する（この操作を 3 回繰り返す）。全ろ液を合わせ、約 45 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流量が約 30ml になるまで減圧濃縮する。この濃縮液を 50ml 容褐色メスフラスコに移し、ベンゼンを加えて定容しピペリン抽出液とする。

ピペリン抽出液の 10ml をホールピペットでシリカゲルカラム上に入れ、ベンゼン 140ml で脂質を溶出させ除去する。次に 50ml 容褐色メスフラスコを受器とし、メタノール 45ml でカラムからピペリンを溶出させたのち、メタノールを加えて定容し、これを紫外吸収測定用のピペリン溶液とする。

紫外吸収測定用の対照液は次の方法で調製する。空試験用シリカゲルカラムにベンゼン 140ml を流し、このベンゼン流出液

は捨てる。次にメタノール 45ml を同様に流し、流出液を 50ml 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（吸光係数：126878）。

### 3)-1. . . . . 黒こしょう中からのピペリンの抽出

細かく粉砕した黒こしょう約 40mg を 200ml 容共栓付褐色フラスコに正確に量り採り、2.4 の 4 つの方法のピペリン抽出過程を用いてピペリンを抽出し、紫外吸収法で測定した。

### 3)-1. . . . . 市販豚肉からのこしょう添加回収実験

ホモジナイズした市販豚肉約 10g に細かく粉砕した黒こしょう約 40mg を加えて混合し、2.4 の 4 つの方法のピペリン抽出過程を用いてピペリンを抽出し、紫外吸収法で測定した。

### 3)-1. . . . . 豚脂を添加した市販豚肉からのこしょう添加回収実験

ホモジナイズした市販豚肉約 8.3g に豚脂約 1.7g 及び黒こしょう約 40mg を加えて混合し、2.4 の 4 つの方法のピペリン抽出過程を用いてピペリンを抽出し、紫外吸収法で測定した。

### 3)-1. . . . . 輸入調製豚肉からのピペリンの抽出

実際に輸入申告された調製豚肉を用いて、2.4 の 4 つの方法のピペリン抽出過程を用いてピペリンを抽出し、紫外吸収法で測定した。

Table 1 Comparison of peperine contents by four methods

|                             |                 |     | customs<br>laboratory<br>method |        | ethyl acetate<br>method |         | diethylether-<br>methanol<br>method |        | chloroform<br>method |         |
|-----------------------------|-----------------|-----|---------------------------------|--------|-------------------------|---------|-------------------------------------|--------|----------------------|---------|
| Pipereine content in pepper | mean            | (%) | 3.88                            |        | 3.98                    |         | 4.11                                |        | 3.89                 |         |
|                             | S.D.            |     | 0.77                            |        | 1.09                    |         | 0.39                                |        | 1.57                 |         |
|                             | C.V.            | (%) | 0.99                            |        | 1.37                    |         | 0.48                                |        | 1.97                 |         |
| Pipereine content in pepper | mean (Recovery) | (%) | 3.59                            | (92.4) | 3.73                    | (93.6)  | 3.92                                | (95.3) | 3.94                 | (101.4) |
| added pork meat             | S.D.            |     | 2.52                            |        | 2.42                    |         | 1.38                                |        | 1.22                 |         |
|                             | C.V.            | (%) | 2.89                            |        | 2.67                    |         | 1.45                                |        | 1.27                 |         |
| Pipereine content in pepper | mean (Recovery) | (%) | 3.62                            | (93.2) | 4.04                    | (101.5) | 3.94                                | (95.9) | 3.93                 | (101.0) |
| added pork meat             | S.D.            |     | 2.53                            |        | 6.47                    |         | 1.08                                |        | 1.63                 |         |
| and pork fat                | C.V.            | (%) | 2.88                            |        | 6.58                    |         | 1.13                                |        | 1.70                 |         |

Table 2 Comparison of peperine contents in seasoned pork by four methods

|                          | peperine contents in seasoned pork (%) |                         |                                  |                      |
|--------------------------|--|-------------------------|----------------------------------|----------------------|
|                          | customs<br>laboratory                  | ethyl acetate<br>method | diethylether-<br>methanol method | chloroform<br>method |
| No.1                     | 0.0248                                 | 0.0256                  | 0.0260                           | 0.0262               |
| No.2                     | 0.0251                                 | 0.0245                  | 0.0246                           | 0.0256               |
| No.3                     | 0.0236                                 | 0.0262                  | 0.0254                           | 0.0258               |
| No.4                     | 0.0263                                 | 0.0253                  | 0.0254                           | 0.0259               |
| No.5                     | 0.0241                                 | 0.0247                  | 0.0264                           | 0.0251               |
| No.6                     | 0.0252                                 | —                       | —                                | 0.0253               |
| Mean                     | 0.0249                                 | 0.0253                  | 0.0256                           | 0.0257               |
| S.D.( $\times 10^{-4}$ ) | 9.27                                   | 6.72                    | 6.65                             | 3.96                 |
| C.V.(%)                  | 3.73                                   | 2.66                    | 2.60                             | 1.54                 |

### 3. 結果及び考察

#### 3)-1. . . . . 黒こしょう中からのピペリンの抽出

各方法により抽出を行った結果、黒こしょう中のピペリンの定量値 (Table 1) は、税関分析法では 3.88%、酢酸エチル抽出法では 3.98%、ジエチルエーテル・メタノール抽出法では 4.11%、クロロホルム抽出法では 3.98% であり、ジエチルエーテル・メタノール抽出法が最も定量値が高くなった。

#### 3)-1. . . . . 市販豚肉からのこしょう添加回収実験

各方法による測定結果を Table 1 に示す。ジエチルエーテル・メタノール抽出法及びクロロホルム抽出法では定量値も高く、ばらつきも少ない結果であった。

また、3. 1 に示したそれぞれの方法におけるこしょう中のピペリンの回収値を 100% として回収率を計算した結果、クロロホルム抽出法以外はこしょうと肉を混合すると、こしょうそのものから抽出するよりも回収率が低下した。このことから、クロロホルム抽出法は豚肉が共存していても、ピペリンの抽出には影響を受けにくいと考えられる。

#### 3)-1. . . . . 豚脂を添加した市販豚肉からのこしょう添加回収実験

各方法による測定結果を Table 1 に示す。クロロホルム抽出法は豚脂を混合しない場合と同様にばらつきも少なく、回収率も 100% に近い結果となったが、ジエチルエーテル・メタノール抽出法は、回収率が低下した。また、酢酸エチル抽出法につい

ては、回収率が高いが、ばらつきが非常に大きくなるという結果が得られた。酢酸エチル抽出法のばらつきが多くなったのは、定容操作の際、酢酸エチル溶液にメタノールを加えるため油脂が多量に析出し、その析出量が一定でないことが原因と考えられる。

#### 3)-1. . . . . 輸入調製豚肉からのピペリンの抽出

各方法による測定結果を Table 2 に示す。各方法について、3. 2 ~ 3 に見られたようなピペリンの定量値の差は顕著に見られないが、クロロホルム抽出法がピペリンの定量値も高く、ばらつきも少ない結果となった。それぞれの方法について回収率に顕著な差が見られなくなったのは、今回の調製肉は既にピペリン等の成分が肉中に浸透しているものを回収したのに対し、3. 1 ~ 3. 3 の試料は肉中に完全に浸透していない状態のこしょう成分を抽出しているためと考えられる。

### 4. 要 約

調製豚肉中のピペリンの抽出法について検討を行った。税関分析法、酢酸エチル抽出法、ジエチルエーテル・メタノール抽出法及び新たに検討したクロロホルム抽出法を用いてピペリンの抽出を行い、比較検討した。クロロホルム抽出法は他の方法に比べ、豚肉中の油脂の影響やばらつきも少なく、回収率が優れており、調製豚肉中のピペリンの定量分析に有用であると考えられる。

### 文 献

- 1) 加藤康則, 佐藤里子, 富田健二, 関川義明, 氏原覚; 関税中央分析所報, 36, 5 (1997)
- 2) 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)
- 3) 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)