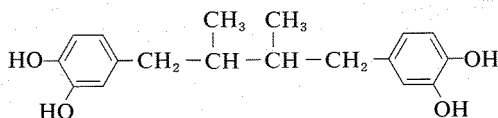


## 106 ノルジヒドログアヤレチック酸

Nordihydroguaiaretic Acid



## 1. 試験法の概要

食品中のノルジヒドログアヤレチック酸は、アセトニトリル・2-プロパノール・エタノール混液（2：1：1）で抽出する。抽出溶液は $-20\sim-5^{\circ}\text{C}$ に冷却し、油脂分と分離した後、液体クロマトグラフィーにより定量する。

2. 試験法（液体クロマトグラフィー）<sup>1)</sup>

## (1) 検体の採取と試料の調製

一般試料採取法を準用する。

## (2) 試料液の調製

## ① 植物性油脂食品

試料約 5g を精密に量り、混合溶媒 50ml を加えてよく振り混ぜた後、 $-20\sim-5^{\circ}\text{C}$  の冷凍庫で 1 時間以上冷却する。冷却後、上層を分取する。下層は混合溶媒 50ml を加え、同様に操作する。上清液を合わせ、減圧濃縮して 1~2ml とした後、混合溶媒を加えて正確に 5ml とする。これを  $0.45\mu\text{m}$  のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料液とする。

## ② 動物性油脂食品

試料を  $40^{\circ}\text{C}$  で加温融解した後、約 5g を精密に量り、混合溶媒 50ml を加えて  $-20\sim-5^{\circ}\text{C}$  の冷凍庫で 1 時間以上冷却して、すばやくろ紙でろ過する。残渣はあらかじめ冷蔵庫で冷却した混合溶媒 15ml で洗い、ろ過する。ろ液は合わせた後、減圧濃縮して 1~2ml とし、混合溶媒を加えて正確に 5ml とする。これを  $0.45\mu\text{m}$  のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料液とする。

## ③ 固体食品

粉碎あるいは細切した試料約 5g を精密に量り、ホモジナイザー用カップに採る。これに無水硫酸ナトリウム 10g 及び混合溶媒 50ml を加え、10 分間ホモジナイズする。 $-20\sim-5^{\circ}\text{C}$  の冷

凍庫で1時間以上冷却した後、すばやくろ紙でろ過する。残渣はあらかじめ冷蔵庫で冷却した混合溶媒 15ml で洗い洗液をろ過する。ろ液は合わせ、減圧濃縮して1~2ml とした後、混合溶媒を加えて正確に 5ml とする。これを 0.45 $\mu$ m のメンブランフィルターでろ過し、ろ液を試料液とする。

### (3) 検量線用標準液の調製

ノルジヒドログアヤレチック酸 0.100g を正確に量り、メタノールを加えて溶かし正確に 100ml とする。この液 10ml を正確に採り、メタノールを加えて正確に 100ml としたものを標準溶液とする（この液 1ml はノルジヒドログアヤレチック酸 100 $\mu$ g を含む）。

標準溶液 0, 1, 2, 3, 4ml 及び 5ml をそれぞれ正確に量り混合液を加えてそれぞれ正確に 5ml とし、検量線用標準液とする（これらの液 1ml は、それぞれノルジヒドログアヤレチック酸 0, 20, 40, 60, 80 $\mu$ g 及び 100 $\mu$ g を含む）。

### (4) 測定法

#### ① 測定条件

紫外外部吸収検出器付液体クロマトグラフを用い、次の条件によって測定する。

カラム充てん剤：オクタデシルシリル化シリカゲル<sup>2)</sup>

カラム管：内径 4.6~6.0mm, 長さ 150~250mm

移動相<sup>3)</sup>：A液 アセトニトリル・メタノール混液 (1:1)

B液 5%酢酸溶液

A液・B液混液 (7:3)

流速：1.0ml/分

測定波長：280nm

#### ② 検量線

検量線用標準液 10 $\mu$ l を正確に採り、液体クロマトグラフに注入し、得られたピーク面積から検量線を作成する。

#### ③ 定量<sup>4)</sup>

試料液 10 $\mu$ l を正確に採り、液体クロマトグラフに注入し、得られたピーク面積と検量線によって試料液中のノルジヒドログアヤレチック酸含量 (g/kg) を算出する。

$$\text{ノルジヒドログアヤレチック酸含量 (g/kg)} = \frac{CV}{W \times 1,000}$$

C：試料液中のノルジヒドログアヤレチック酸濃度 ( $\mu$ g/ml)

W：試料の採取量 (g)

V：試料液の量 (ml)

## 試薬・試液

1. 無水硫酸ナトリウム：[特級]
2. メタノール：[特級] 及び [液体クロマトグラフ用]
3. アセトニトリル：[液体クロマトグラフ用]
4. 酢酸：[特級]
5. 2-プロパノール：[特級]
6. エタノール：[特級]
7. 混合溶媒：アセトニトリル・2-プロパノール・エタノール混液 (2:1:1)

## [注]

- 1) 本法は植物油、バター、魚介乾製品、魚介冷凍品等に使用できる。
- 2) 市販の充てんカラムとして Wakosil II-5C18HG, Inertsil ODS-2, TSKgel, ODS-120T 及び NOVA-PAK C<sub>18</sub> いずれも内径 4~6mm, 長さ 150~250mm 等が使用できる。
- 3) グラジエント装置付液体クロマトグラフの場合は、次の条件によりノルジヒドログアヤレチック酸、ジブチルヒドロキシトルエン、ブチルヒドロキシアニソール及び没食子酸プロピルを同時に測定できる。

移動相：A液 アセトニトリル・メタノール混液 (1:1)

B液 5%酢酸溶液

移動相 A 液の割合を 15 分間で 40~90% まで変化させ、以後 90% の割合で 30 分間保持する。

- 4) ノルジヒドログアヤレチック酸は油脂、バターにそれぞれ 0.1g/kg 以下の基準値で許可されているが、食用油脂及びバターにそれぞれノルジヒドログアヤレチック酸を 0.1g/kg 添加し、本法に従ったときの回収率は 93% 以上である。煮干し、冷凍エビに 0.1g/kg 添加したときの回収率は 70% 以上である。