厚生労働科学研究費補助金（食品の安全確保推進研究事業）

既存添加物の品質向上に資する研究

（20KA1008）

令和4年度研究分担報告書

既存添加物の有効成分の解明
～qNMRを用いた既存添加物の成分規格試験法に関する研究～

研究分担者　永津明人　金城学院大学薬学部　教授

研究要旨　規格試験法が確立されていない既存添加物に対して，^{1}H-qNMR法(定量^{1}H-NMR法)が試験法として適用可能であるか可能性を検討した上で，適用の可能性があるものに関して，実際に適用する場合の測定条件の確立，あるいはそれを応用した正確な定量法の検討を目的として研究を行なった．令和４年度も引き続き「香辛料抽出物」の規格試験法への適用の可能性を検討とした．「香辛料抽出物」は実態がわからないものも多いが，令和４年度はその中からフェンネルとバニラを^{1}H-qNMR法での定量が可能かの検討を行った．フェンネルの検討では，指標成分として適切であろうanetholeの^{1}H-qNMR法を用いた定量の検討を行い，フェンネルの基原となる生薬のウイキョウ，類似生薬のダイウイキョウとアニスにおけるanethole の含有率の定量が^{1}H-qNMR法で可能であることを示し，既存のHPLC法との同等性を確認できた．バニラについては，精油成分のvanillinとethylvanillinを指標成分に^{1}H-qNMR法を用いた定量の検討を行い，生薬のバニラおよび食品添加物として売られているバニラオイル，バニラエッセンスにおいて両化合物の同時定量が^{1}H-qNMR法で可能であることを示した．さらに令和2~3年度にも検討を行ったケイヒの精油成分cinnamaldehydeの定量において, HPLCでのクロマトグラムが不安定だった要因の検討を行った．Methnolとcinnamaldehydeを共存させておくとcinnamaldehydeのアルデヒド基のシグナル強度が経時的に減少し，Methanolが反応してアセタールが生成することを示唆する結果が得られた．

A.　研究目的

^{1}H-qNMR法は, SIトレーサブルな認証標準物質を内部標準としてNMRスペクトルの測定することで，測定対象サンプルの絶対定量ができる方法である．[1,2] 対象化合物の標準品の存在がHPLC法などの従来法では必須であるのにたいして，それらがなくても絶対定量が可能であることから，標準品が手に入りにくい天然物の定量に好適な測定法である．すなわち，対象物質の ^{1}H−NMRスペクトルにおいてシグナルが独立して観測される条件さえ設定できれば，動植物の抽出物を用いる既存添加物の品質管理において非常に有用な品質管理手段となりうる．

令和４年度も引き続き既存添加物である「香辛料抽出物」に着目して研究を行った．　既存添加物の「香辛料抽出物」は，アサノミ以下73種類の植物から「抽出しまたはこれを水蒸気蒸留して得られたもの」とされている．基原が多様な上，用部も明確には書かれておらず，規格基準は定められていない既存添加物である．規格基準を決めるには素材ごとに基準物質を定めて基準の策定をしていく必要がある．特に，基準物質が精油成分である場合，たとえ市販標準物質があっても揮発性であるがゆえにその純度が変化しやすく，正確な純度を得にくいため，その正確な純度を得るには ^{1}H-qNMR法が適していると考えられる．令和４年度はその中からフェンネルとバニラに着目した．フェンネルでは，anethole (Fig. 1)が主要成分となると考えて，生薬ウイキョウ中のanetholeの定量方法の検討をおこなった．あわせてanetholeが主要な精油成分になると考えられる類似生薬のダイウイキョウとアニスについても検討した．また，バニラではvanilline及びethylvanilline (Fig.

2)が指標成分になりうると考え，生薬バニラに含有されるこの２つの化合物の定量方法に関しての検討を行なった．あわせて食品添加物として販売されているバニラオイル，バニラエッセンスについても vanilline 及び ethylvanilline の定量を行った．
さらに，令和 2~3 年度にも検討を行ったケイヒの精油成分 cinnamaldehyde (Fig. 3)の定量において，HPLC での定量結果にばらつきが大きいという状況が観察された．その要因が溶液中でのアルデヒド基に対する反応が起こっているのではないかと推定し，安定性についての確認も行った．

B. 研究方法

B-1) 試料及び試薬

^{1}H-qNMR 測定時の内部標準物質として用いる sodium 3-(Trimethylsilyl)-1-propanesulfonate-*d*$_6$ (DSS-*d*$_6$, Fig. 4)及び 1,4-bis(trimethylsilyl)-benzene-*d*$_4$ (BTMSB-*d*$_4$, Fig. 4)はいずれも富士フィルム和光純薬の Trace Sure®規格のものを用いた．NMR 測定用溶媒の acetone-*d*$_6$，acetonitril-*d*$_3$，dimethylsulfoxide (DMSO)-*d*$_6$，methanol-*d*$_4$，はそれぞれ Isotec Inc.の 99.9，99.0，99.9, 99.8 atom %D を用いた．Anethole，vanillin，cinnamaldehyde は東京化成から，ethylvanillin は富士フィルム和光純薬から購入の試薬を用いた．ウイキョウは生薬として，ダイウイキョウ，アニスは，食品として市販されている果実を 2022 年 8 月に購入したものを用いた．ダイウイキョウのうちの 1 サンプルは 2013 年に購入し室温で保存していたものを用いた．また，生薬バニラ，バニラオイル，バニラエッセンスも市販されているものを 2022 年 6 月に購入したものを用いた．

B-2) 装置等

秤量には島津製作所の精密電子天秤 AUW120D を用いた．生薬の粉末化には大阪ケミカル WB-1，分注操作用の電動ピペッターは Eppendorf Multipett E3x，超音波抽出は超音波洗浄器 Sharp UT-105S，遠沈操作は 遠心器 AS One Mini Centrifuge をそれぞれ用いた．NMR 装置は日本電子 JNM-ECA500 を使用した．HPLC は，ポンプとして JASCO PU-4180，カラムオーブンに Shimadzu CTO-20AC，検出器はフォトダイオードアレイ検出器 JASCO MD-4010 を用いた．メンブランフィルターは Cosmonice Filter W 0.45 μm φ13 mm を用いた．

B-3) ^{1}H-qNMR 法を用いたウイキョウ, ダイウイキョウ，アニス中の anethole の定量

まず，anethole の ^{1}H-qNMR スペクトルの実施の条件検討と，生薬中の anethole の定量を行うことにした．また，HPLC を用いた定量との比較も行うことにした．

B-3-a) ^{1}H-qNMR 法に用いる試料の調製

BTMSB-*d*$_4$ はデシケーター中で保管乾燥させたものを用いた．約 10 mg を精秤して 20.00 ml の acetone-*d*$_6$ に 溶かして内部標準溶液とした．

Anethole 標準品は，約 25 mg を精秤して 5.00 mL の 内部標準溶液に溶かした．この溶液 0.600 mL を NMR 試料管 にとり qNMR の測定に供した．
ウイキョウ，ダイウイキョウ，アニスの各果実中の anthole の測定用試料の調製は, 次のように行った．各果実を粉末化したのち，乾燥させた粉末生薬の約 100mg を精秤して内部標準溶液(1.00 mL)に懸濁し，超音波下 30 分抽出を行い，遠沈し, その上清をメンブランフィルターを用いて濾過し，濾液から 0.600 mL を NMR 試料管にとり，^{1}H-qNMR の測定に供した．

B-3-b) ^{1}H-qNMR スペクトルの測定

Anethole と各生薬粉末の抽出液 の ^{1}H-NMR を測定し，anthole (Fig. 1)の 7 位のプロトンシグナルが 6.1 ppm に現れることを確認した．(Fig. 5)
^{1}H-qNMR スペクトルの 測定条件は Table 1 に示した条件で測定した.積算回数は 8 回とした．測定によって得られたスペクトルから，anthole の 7 位のシグナルと 0.00 ppm とした BTMSB-*d*$_4$ のメチル基プロトンのシグナルの面積を比較して次式に従って anthole の濃度を算出した．

$$C_A = (I_A / I_B) \times C_B$$

ただし，C_B， C_A はそれぞれ BTMSB-*d*$_4$ 及び

anthole のモル濃度(mol/mL), I_B, I_A はそれぞれ BTMSB-d_4 及び anthole の水素 1 個あたりのシグナル面積.

B-3-c) HPLC を用いたウイキョウ，ダイウイキョウ，アニス中の anethole の定量

HPLC は Cosmosil 5C8-MS 250 mm x 4.6 mm i.d. のカラムを用い，40°C で MeOH : H_2O = 75 : 25 (0 min)→90 : 10 (24 min)のグラジエント，流速 1.0 mL/min で溶出，250 nm における吸光度で検出するという条件で測定を行った．[3)](Fig. 5)

^{1}H-qNMR 法で定量した anethole 標準品の溶液を標準液として検量線を作成した．(Fig. 6)それぞれの生薬試料は，^{1}H-qNMR スペクトルの 測定溶液を HPLC の展開溶媒で 10 倍に希釈し，その試料溶液を 10μL 注入して得られたクロマトグラムの anethole のピークの面積からその定量を行った.

B-4)^{1}H-qNMR 法を用いた生薬バニラ, バニラエッセンス，バニラオイル中の vanillin 及び ethylvanillin の定量

まず，vanillin 及び ethylvanillin の ^{1}H-qNMR スペクトルの実施の条件検討と，生薬中あるいはバニラエッセンス，バニラオイル中の 量化合物の定量 を行うことにした．また，HPLC を用いた定量との比較も行うことにした.

B-4-a) ^{1}H-qNMR 法に用いる試料の調製

DSS-d_6 はデシケーター中で保管乾燥させたものを用いた．約 10 mg を精秤して 20.00 ml の DMSO-d_6 に 溶かして内部標準溶液とした．

vanillin 及び ethylvanillin 標準品は，約 5 mg を精秤して 5.00 mL の 内部標準溶液に溶かした．この溶液 0.600 mL を NMR 試料管 にとり qNMR の測定に供した.

生薬バニラの測定用試料の調製は，次のように行った．生薬をハサミで細断したのち，約 100mg を精秤して内部標準溶液 (1.00 mL)に懸濁し，超音波下 60 分抽出を行い，遠沈し, その上清をメンブランフィルターを用いて濾過し，濾液から 0.600 mL を NMR 試料管にとり，^{1}H-qNMR の測定に供した．バニラエッセンス，バニラオイルは液体であるため， 約 100mg を精秤して内部標準溶液 (1.00 mL)に溶解したのち，念のため遠沈し, その上清をメンブランフィルターを用いて濾過し，濾液から 0.600 mL を NMR 試料管にとり , ^{1}H-qNMR の測定に供した.

B-4-b) ^{1}H-qNMR スペクトルの測定

各試料から調製した測定試料 の ^{1}H-NMR を測定し，vanilline 及び ethylvanillin (Fig. 2)の アルデヒド基のプロトンシグナルがそれぞれ 9.78 ppm , 9.80 ppm に現れることを確認した．(Fig. 7) 両者を混合すると極めて近接はしていたが，シャープなシグナルで，別個に積分値を測定することができた．^{1}H-qNMR スペクトルの 測定条件は Table 1 に示した条件で測定した.積算回数は 8 回とした．測定によって得られたスペクトルから，vanilline 及び ethylvanillin の アルデヒド基のプロトンシグナルと 0.00 ppm とした DSS-d_6 のメチル基プロトンのシグナルの面積を比較して次式に従って vanilline 及び ethylvanillin の濃度を算出した.

$$C_V = (I_V / I_D) \times C_D$$

ただし, C_D, C_V はそれぞれ DSS-d_6 及び vanilline または ethylvanillin のモル濃度(mol/mL), I_D, I_V はそれぞれ DSS-d_6 及び vanilline または ethylvanillin の水素 1 個あたりのシグナル面積.

B-4-c) HPLC を用いた生薬バニラ，バニラエッセンス，バニラオイル中の vanillin 及び ethylvanillin の定量

HPLC は YMC-Triart C18 s-5 150 mm x 4.6 mm i.d.のカラムを用い, 40°C で MeCN : 0.1%リン酸-H_2O = 20 : 80 (0 min)→80 : 20 (17 min)のグラジエント，流速 1.0 mL/min で溶出，275 nm における吸光度で検出するという条件で測定を行った．(Fig. 8)

^{1}H-qNMR 法で定量した vanilline 及び ethylvanillin 標準品の溶液を標準液として検量線を作成した．(Fig. 9) それぞれの試料は，^{1}H-qNMR スペクトルの 測定溶液を HPLC の展開溶媒で 10 倍に希釈し，その試料溶液を 10μL 注入して得られたクロマトグラムの vanilline 及び ethylvanillin のピークの面積からその定量を行った.

B-5)[1]H-qNMR 法を用いた溶液中の cinnamaldehyde の安定性の確認

Cinnamaldehyde (Fig.3)が HPLC で用いる溶媒に安定なのかの確認のため，cinnamaldehyde を methanol-d_4，acetonitril-d_3，それぞれと D_2O との混合溶媒中で保存しながら ^{1}H-qNMR での cinnamaldehyde のアルデヒド基のシグナルを用いて定量を行うことにした．

B-5-a) ^{1}H-qNMR 法に用いる試料の調製

DSS-d_6 約 10 mg を精秤して 20.00 ml の-methanol-d_4 に溶かした内部標準溶液，および BTMSB-d_4 約 10 mg を精秤して 20.00 ml の acetonitril-d_3 に溶かした内部標準溶液を調製した．さらに，両方の標準溶液と D_2O をそれぞれ 6 : 4 の割合で混合した，methanol-d_4-D_2O の混合溶液，acetonitril-d_3-D_2O の混合溶液を調製した．

cinnamaldehyde 約 5 mg を精秤して 1.00 mL のそれぞれの内部標準溶液に溶かした．この溶液 0.600 mL を NMR 試料管にとり qNMR の測定に供した．

B-5-b) ^{1}H-qNMR スペクトルの測定

Cinnamaldehyde の各溶液の ^{1}H-qNMR を Table 1 に示した条件で測定し，DSS-d_6 または BTMSB-d_4 のメチル基プロトンのシグナルの積分値に対する cinnamaldehyde (Fig. 3)のアルデヒド基のプロトンシグナル(9.65 ppm) の積分値を経時的に測定した．

C. 結果及び考察

C−1）^{1}H-qNMR 法を用いたウイキョウ，ダイウイキョウ，アニス中の anethole の定量

Anethole 標準品中の anethole の定量を ^{1}H-qNMR 法でおこなった結果，98.12 と見積もられ，試薬の純度表示にほぼ沿ったものだった．

各生薬粉末から調製した試料で ^{1}H-NMR を測定したところ，acetone-d_4 中で 7 位プロトンシグナルが独立して観測されたことから acetone-d_4 を溶媒として ^{1}H-qNMR の測定をすることにした．^{1}H-qNMR 測定の結果，生薬ウイキョウ中の anethole 含有率は 0.54±0.02%，ダイウイキョウでは，古い試料（ダイウイキョウ A）が 2.02%，新しい試料（ダイウイキョウ B~D）5.48〜7.32%，アニスでは 1.14〜1.33%という結果を得た．（Table 2）HPLC で anethole の検量線を作成したところ，良好な相関の検量線を得ることができた．この検量線から各試料中の anethole の含有率を算出したところ，^{1}H-qNMR 法での数値に極めて近似した値が得られた．お互いにそれぞれの試料の定量値のばらつきも極めて小さく，^{1}H-qNMR 法が HPLC の代わりにとり得る方法であることが確認できた．

また，常識的なことではあるが，古い試料のダイウイキョウの anethole の含有率が新しいものの半分程度ということから，精油成分が大切な生薬はやはり新しさが大切であることも確認できた．

C−2）^{1}H-qNMR 法を用いた生薬バニラ，バニラエッセンス，バニラオイル中の vanillin 及び ethylvanillin の定量

Vanillin 及び ethylvanillin 標準品中のそれぞれの化合物の定量を ^{1}H-qNMR 法でおこなった結果，それぞれ 96.78%，99.30%と見積もられ，試薬の純度表示にほぼ沿ったものだった．生薬バニラ A, B 中の vanillin 及び ethylvanillin の ^{1}H-qNMR 法を用いた定量では，vanillin が 0.42〜0.44%，ethylvanillin がその 10 分の 1 程度である 0.039〜0.045%と見積もられた．（Table 3）またバニラエッセンスでは vanillin が 0.77%の含有率で ethylvanillin は検出できず，バニラオイルでは vanillin が 0.65%，ethylvanillin0.64%でほぼ等量含有されていることがわかった．また，vanillin と ethylvanillin の同時定量が可能であることも確認した．

次に，HPLC で vanillin 及び ethylvanillin の測定を試みた．HPLC で vanillin 及び ethylvanillin の検量線を作成したところ，両者とも良好な相関の検量線を得ることができた．この検量線から各試料中のそれぞれの含有率を算出したところ，vanillin は ^{1}H-qNMR 法での数値に極めて近似した値が得られたものの，生薬バニラ由来の試料 vanillin の定量に適した濃度の試料溶液では ethylvanillin の定量が困難であった．極めてよく似た化合物なので，HPLC でも同時定量が

可能かと思われたが，今回の研究では不可能だった．

C-3)^{1}H-qNMR 法を用いた溶液中の cinnamaldehyde の安定性の確認

DSS-d_6 または BTMSB-d_4 のメチル基プロトンのシグナルの積分値を基準として，試料調製直後（0 日目）の cinnamaldehyde の アルデヒド基のプロトンシグナル(9.65 ppm) の積分値 100 として経時的に測定した．その結果，methanol-d_4 中では数日のうちにアルデヒド基のシグナルが大きく減少することがわかった．(Fig. 10) 他の溶媒では比較的安定であることもわかった．このことから，前年の cinnamaldehyde の定量において HPLC の測定値やクロマトグラムが安定しなかったのは測定溶媒や溶液の希釈に methanol-d_4やメタノールを使用していたことに起因すると考えられた．アルデヒド基とアルコールが存在するとアセタールを生じる可能性は高く，この結果は cinnamaldehyde のアルデヒド基にメタノールが反応したものと強く示唆された．一方，水が共存するとその変化が抑制されている可能性もあることがわかった．しかしながら，水が存在すると液性によってはヘミアセタールや水和物を生成する可能性があることも示唆しており，アルデヒド基が存在する化合物の定量にはアルコール性の溶媒や含水溶媒は避けた方が安全であることもわかった．21 年度の研究では，^{1}H-qNMR を methanol-d_4で実施していたが，こちらの値は大きなばらつきがなかった．これは，試料調製直後に測定していたため，目に見える量の反応の進行がなかったからと考えられる．

D.　結論

１）ウイキョウ，ダイウイキョウ，アニス中の anetholeの^{1}H-qNMR 法を用いた定量条件を確立した．

２）生薬バニラ，バニラエッセンス，バニラオイル中のvanillin及びethylvanillinのの^{1}H-qNMR 法を用いた定量条件を確立し，また，vanillinとethylvanillinの同時定量が可能であることも確認した．

３）^{1}H-qNMR 法を用いることで，ケイヒの重要な精油成分であるcinnamaldehydeはmethanol-d_4中で減少することが示された．アセタールが生成すると推定され，アルデヒド基のある化合物の定量時にアルコールを用いない方が安全であることわかった．

E.　参考文献

1) Tahara M, Sugimoto N, Suematsu T, Arifuku K, Saito T, Ihara, T, Yoshida Y, Tada A, Kubota R, Shimizu K, Yamazaki T, Tanamoto K, Nakazawa H, Nishimura T. *Jpn J Food Chem Safety* **16**, 28-33 (2009).
2) 厚生労働省, *第 18 改正日本薬局方*, pp2623 (2021).
3) Muthanna J. Mohammed　*Journal of Pharmacy Research*, **2**(5), 915-919 (2009).

F.　研究業績

1. 学会発表等

1-1. 学会

1) 定量NMR(^{1}H-qNMR)を用いた生薬中の精油成分の定量～ウイキョウおよび類似生薬中のanetholeの定量～，二村佳音，永津明人，西崎雄三，増本直子，杉本直樹，*日本薬学会第143年会*（2023年３月, 札幌）．
2) 定量NMR (^{1}H-qNMR)を用いた生薬中の精油成分の定量～バニラおよびバニラ香料中のvanillinおよびethylvanillinの定量～, 二村佳音，永津明人，西崎雄三，増本直子，杉本直樹，*日本薬学会第143年会*（2023年３月, 札幌）．

2. 論文発表等

2-1. 論文

1) Bayrakceken G Z, Dogan Z, Saracoglu I, Picot L, Nagatsu A, Basaran A A: Food plant with antioxidant, tyrosinase inhibitory and antimelanoma activity: Prunus mahaleb L.: *Food Bioscience*, **48**, 101804 (2022).

G.　知的財産権の出願．登録状況

なし

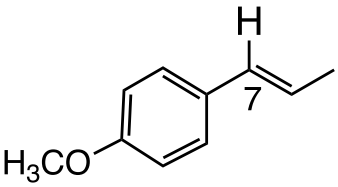


Fig. 1　Anethole の構造

7 位のプロトンが ^{1}H-qNMR 法を適用する際の積分値を測定したプロトン

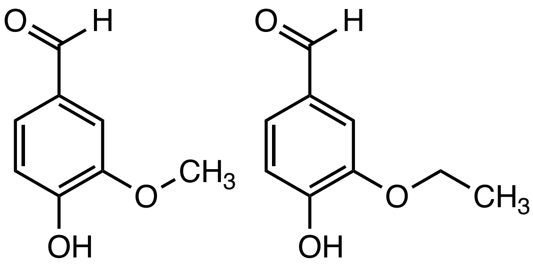


Fig. 2　Vanillin と ethylvanillin の構造

アルデヒド基のプロトンが ^{1}H-qNMR 法を適用する際の積分値を測定したプロトン

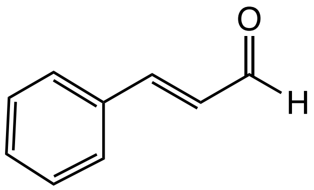
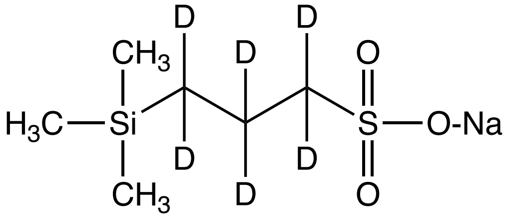
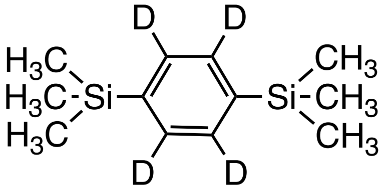


Fig. 3　Cinnamaldehyde の構造

アルデヒド基のプロトンが ^{1}H-qNMR 法を適用する際の積分値を測定したプロトン



DSS-d_6,



BTMSB-d_4

Fig. 4　定量用の認証標準物質

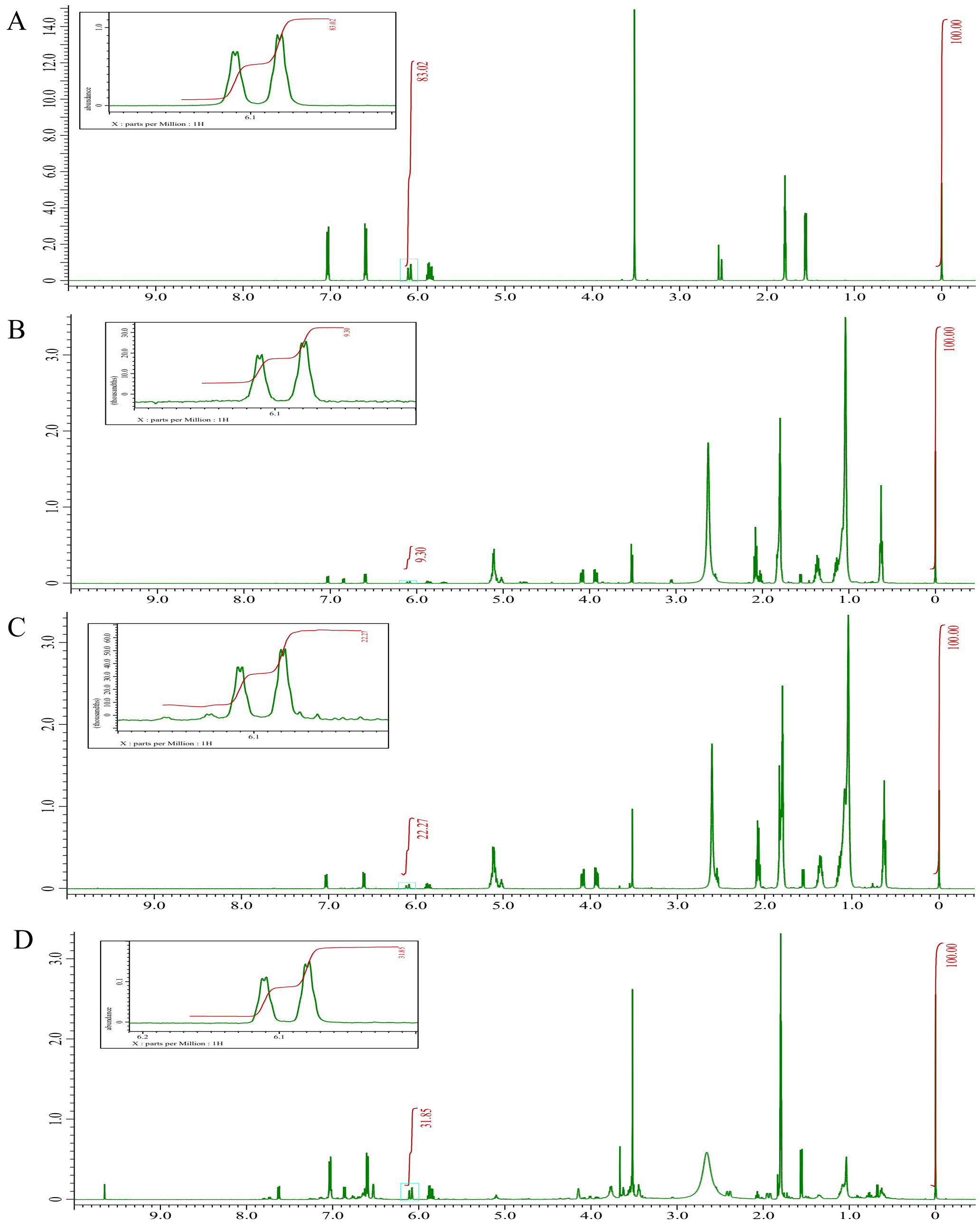
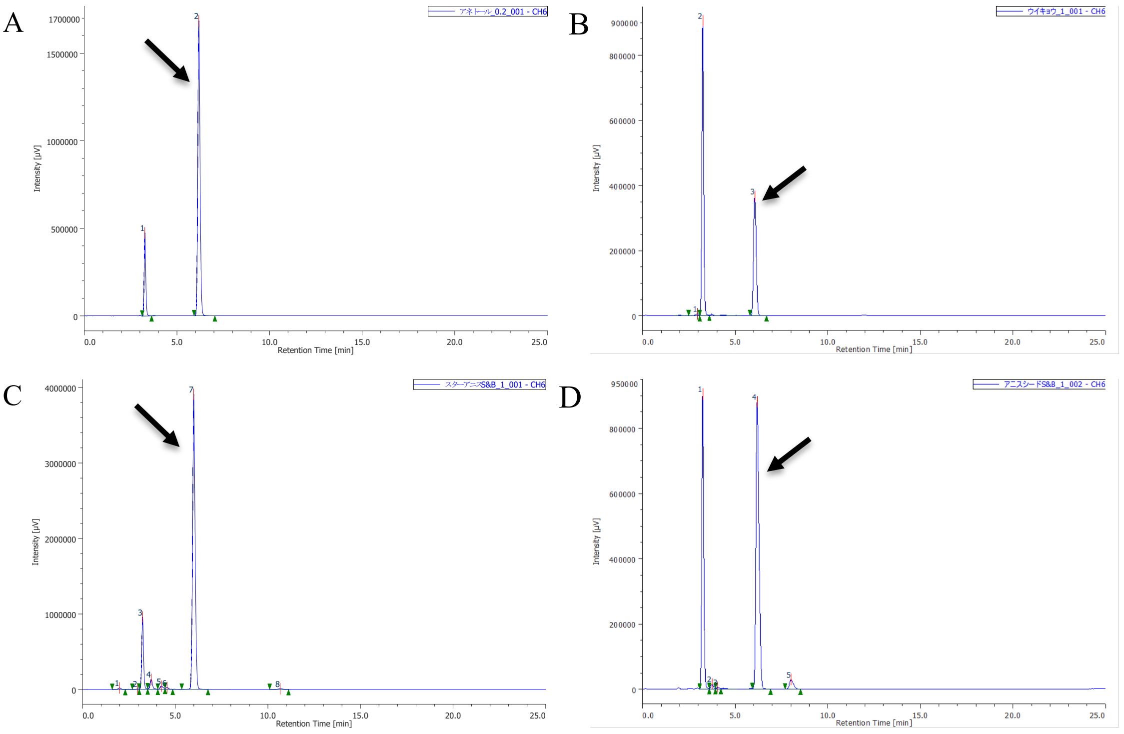


Fig. 5 Anethole 試薬(A)，ウイキョウ(B)，ダイウイキョウ(C) 及びアニス(D)の ¹H-qNMR スペクトル (in acetone-d_6, 500 MHz)

拡大図は anethole の 7-H のシグナル.



C

Fig. 6 Anethole 試薬(A)， ウイキョウ(B)，ダイウイキョウ(C) 及びアニス(D)のの各試料の HPLC クロマトグラム

矢印は anethole のピーク.

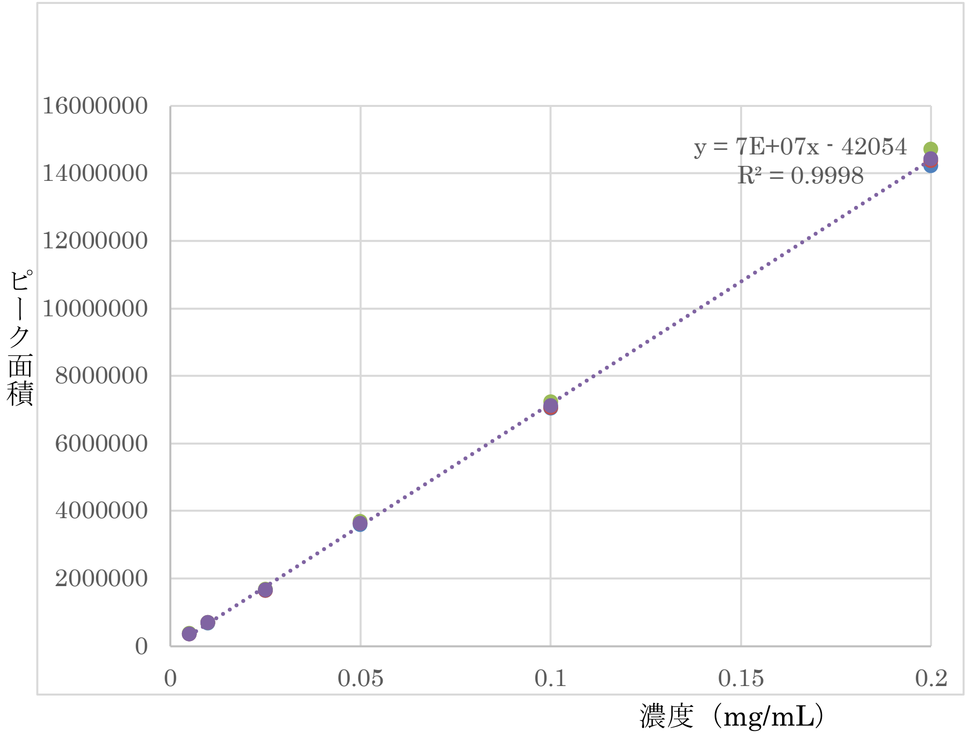


Fig.7　HPLC における anethole の検量線

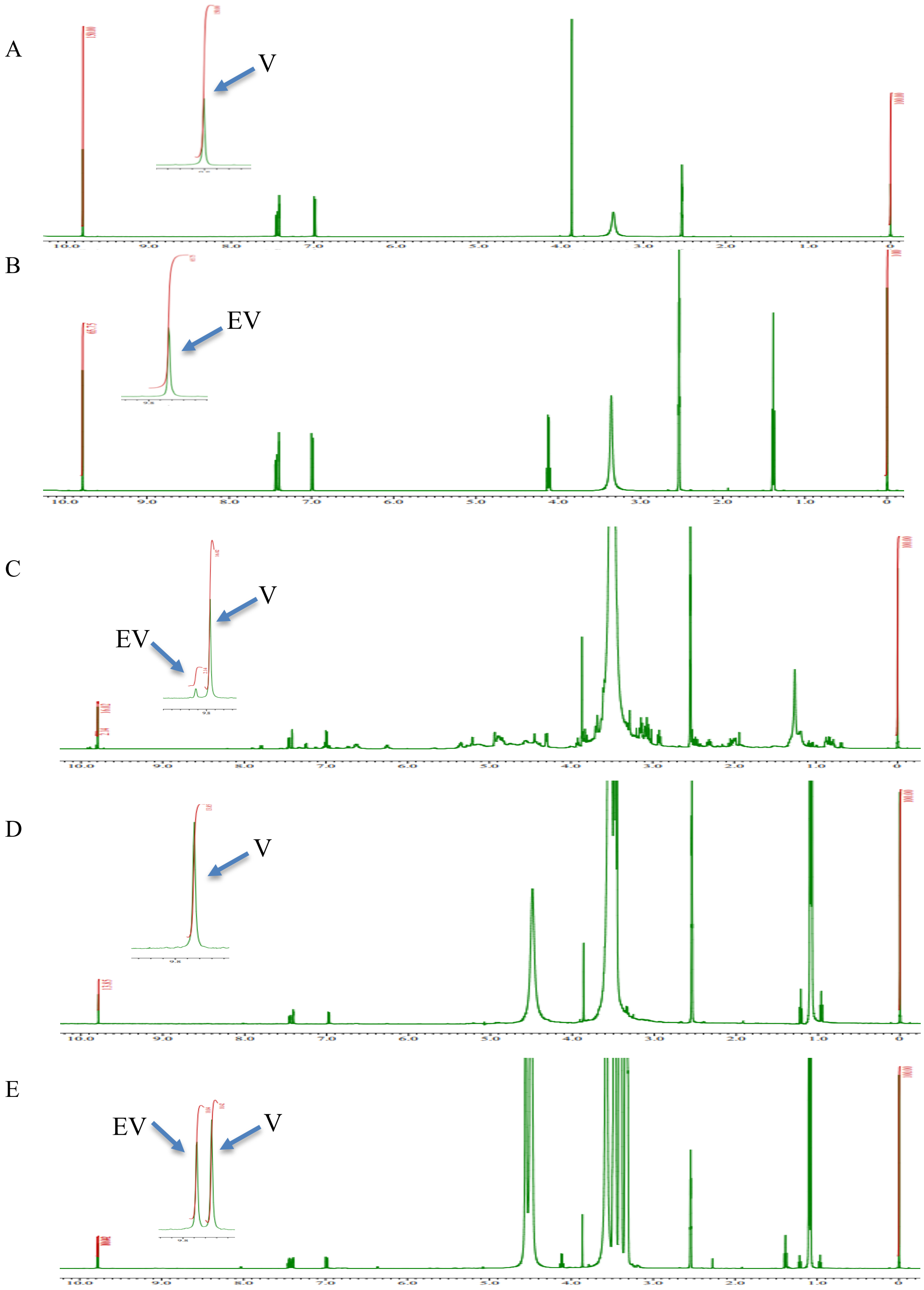


Fig. 7 Vanillin 試薬(A), ethylvanillin 試薬(B)と生薬バニラ(C), バニラエッセンス(D), バニラオイル(E)の各試料の ^{1}H-qNMR スペクトル (in DMSO-d_6, 500 MHz)

拡大図のシグナルは vanillin（矢印 V）と ethylvanillin（矢印 EV）のアルデヒド基プロトンのシグナル

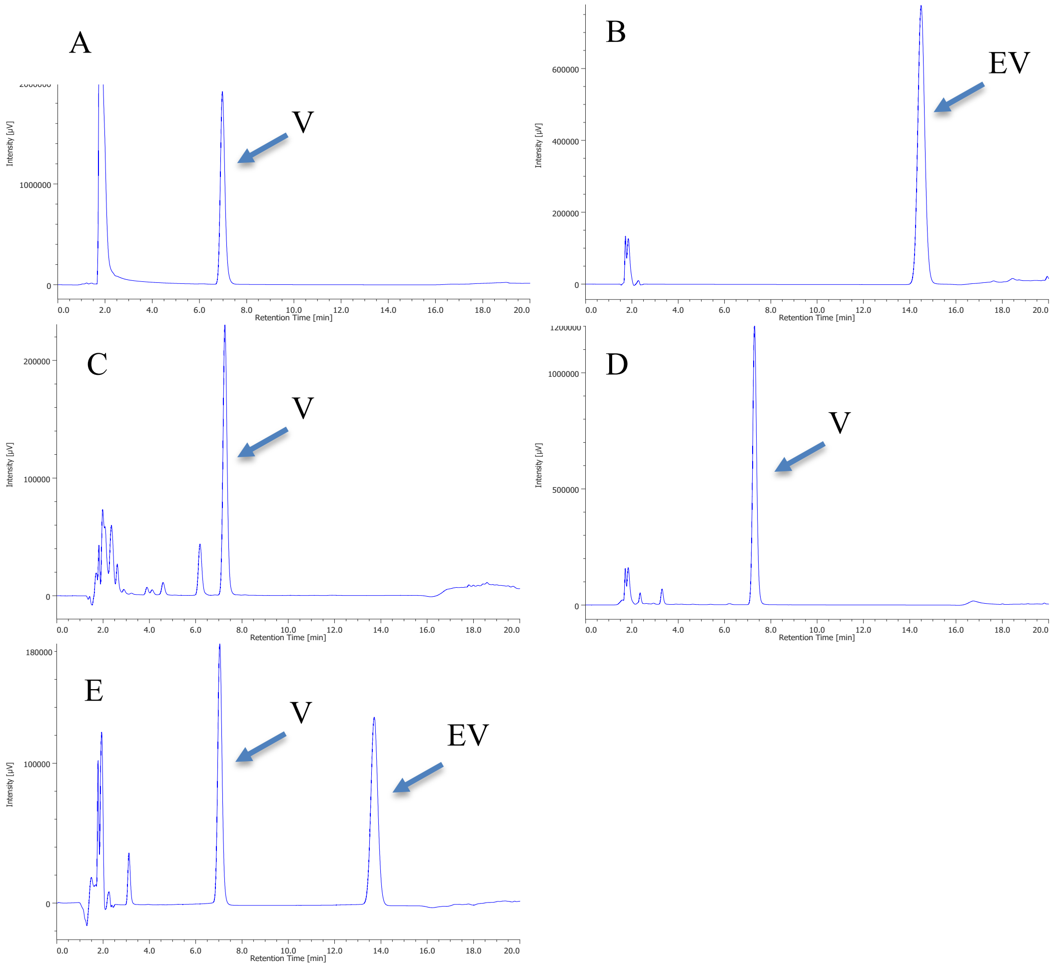


Fig. 8　Vanillin 試薬(A)，ethylvanillin 試薬(B)と生薬バニラ(C)，バニラエッセンス(D)，バニラオイル(E)の各試料の HPLC クロマトグラム．
矢印 V と矢印 EV はそれぞれ vanillin と ethylvanillin のピーク

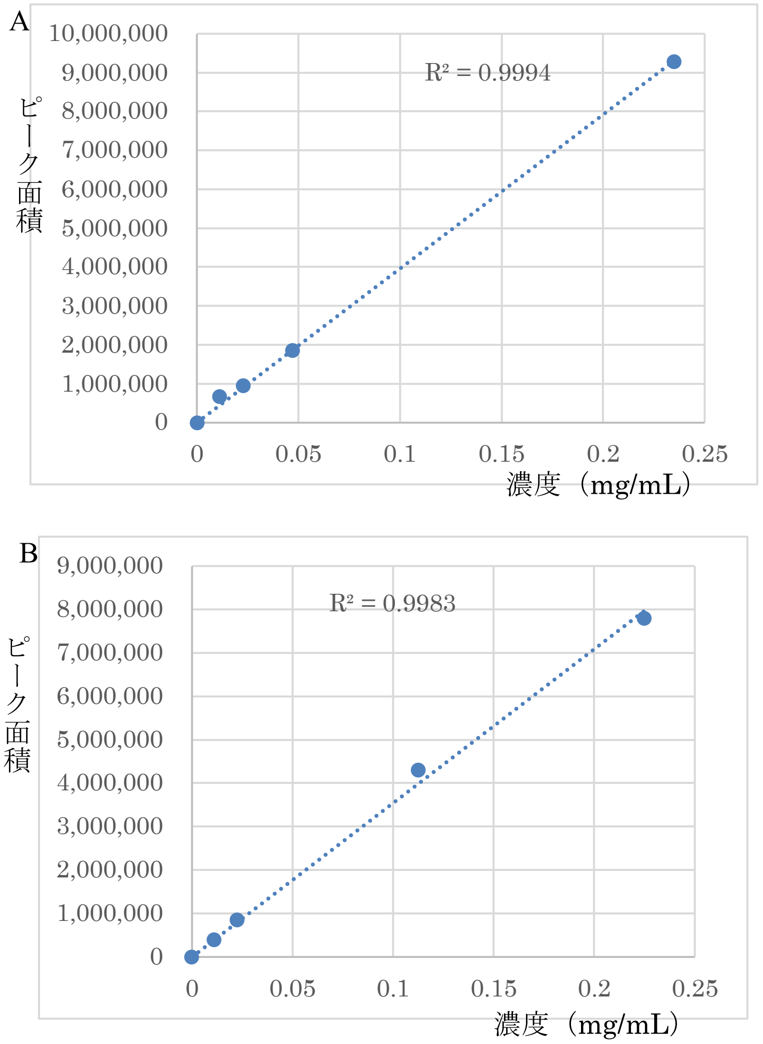


Fig.9　HPLC における vanillin (A)と ethylvanillin (B)の検量線

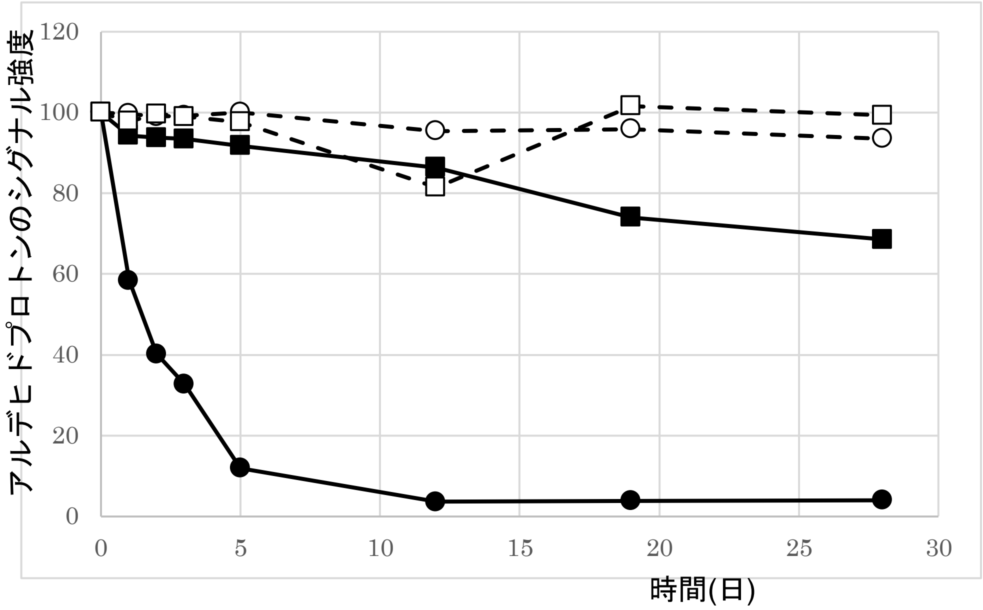


Fig.10　0 日目を 100 としたときの cinnamaldehyde の アルデヒド基のプロトンシグナル積分値の変化

CD_3OD 中（●, 実線）， CD_3CN 中（■, 実線）CD_3OD-D_2O 中（○, 点線）

CD_3CN-D_2O 中（□, 点線）で測定

Table 1 ^{1}H-qNMR スペクトルの測定条件

分光計	日本電子　ECA500
観測範囲	−5 ～ 15 ppm
データポイント数	32000
フリップアングル	90°
パルス待ち時間	60 秒
積算回数	8 回
スピン	なし
プローブ温度	25℃

Table 2　Anethole 試薬，ウイキョウ，ダイウイキョウ，アニス中の anethole の含有率

samples	[1]H-qNMR での含有率(%)			HPLC での含有率(%)		
	平均±SEM			平均±SEM		
Anethole 試薬	98.12	±0.03	(n = 3)			
日本薬局方ウイキョウ	0.54	±0.02	(n = 3)	0.54	±0.03	(n = 3)
ダイウイキョウ A	2.02	±0.03	(n = 3)	1.96	±0.02	(n = 3)
ダイウイキョウ B	7.32	±0.15	(n = 3)	6.82	±0.09	(n = 3)
ダイウイキョウ C	5.48	±0.11	(n = 3)	5.42	±0.20	(n = 3)
ダイウイキョウ D	5.99	±0.11	(n = 3)	5.82	±0.14	(n = 3)
アニス A	1.33	±0.01	(n = 3)	1.45	±0.02	(n = 3)
アニス B	1.14	±0.02	(n = 3)	1.25	±0.01	(n = 3)

試薬の純度表示は>96%

Table 3　Vanillin 試薬，ethylvanillin 試薬，生薬バニラ，バニラエッセンス，バニラオイル中の vanillin 及び ethylvanillin の含有率

	vanilline		ethylvanillin	
samples	^{1}H-qNMR での含有率(%)	HPLC での含有率(%)	^{1}H-qNMR での含有率(%)	HPLC での含有率(%)
	平均±SEM	平均±SEM	平均±SEM	平均±SEM
vanillin 試薬[*]	96.78 ±0.09		n.d.	
ethylvanillin 試薬[#]	n.d.		99.30 ±0.19	
生薬バニラ A	0.44 ±0.02	0.44 ±0.03	0.039 ±0.002	n.d.
生薬バニラ B	0.42 ±0.01	0.42 ±0.04	0.045 ±0.001	n.d.
バニラエッセンス	0.77 ±0.01	0.77 ±0.01	n.d.	n.d.
バニラオイル	0.65 ±0.02	0.72 ±0.01	0.64 ±0.01	0.59 ±0.01

[*]試薬の純度表示は>98%　[#]試薬の純度表示は>97%