

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4235389号
(P4235389)

(45) 発行日 平成21年3月11日(2009.3.11)

(24) 登録日 平成20年12月19日(2008.12.19)

(51) Int.Cl.

F 1

A01N 43/707 (2006.01)
A01P 3/00 (2006.01)
A23L 1/03 (2006.01)
A23L 3/3544 (2006.01)

A01N 43/707
A01P 3/00
A23L 1/03
A23L 3/3544 502

請求項の数 6 (全 9 頁)

(21) 出願番号

特願2002-29218 (P2002-29218)

(22) 出願日

平成14年2月6日(2002.2.6)

(65) 公開番号

特開2003-231676 (P2003-231676A)

(43) 公開日

平成15年8月19日(2003.8.19)

審査請求日

平成17年1月24日(2005.1.24)

(73) 特許権者 000112048

ヒガシマル醤油株式会社

兵庫県たつの市龍野町富永100-3

(74) 代理人 100090941

弁理士 藤野 清也

(74) 代理人 100113837

弁理士 吉見 京子

(74) 代理人 100076244

弁理士 藤野 清規

(72) 発明者 築山 良一

兵庫県龍野市龍野町富永100-3 ヒガシマル醤油株式会社 研究所内

(72) 発明者 塩谷 育生

兵庫県龍野市龍野町富永100-3 ヒガシマル醤油株式会社 研究所内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】新規なピロール誘導体

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

トウガラシ属の植物の果実から高極性溶媒による抽出処理をして得た抽出物を、さらに酢酸エチルによる分配抽出、シリカゲルを用いたクロマトグラフィー及びODSを用いたクロマトグラフィーを含む工程によって精製処理して得られる、下記(a)~(g)の理化学的性質を示し、

(a) 外観 淡色粘稠物

(b) 分子量 (EI-MS) 222 ; m/z222(M+)

(c) 分子式 C₉H₁₀N₄O₃

(d) 溶剤に対する溶解性：エタノール、メタノールに易溶、酢酸エチル、水に可溶、
クロロフォルムに難溶 10

(e) 紫外部吸収スペクトル(MeOH) 257, 293nm

(f) 赤外部吸収スペクトルIR max (KBr)cm⁻¹ : 3361, 2950, 2925, 1718, 1653, 1430, 1170

(g) ¹H-NMR(CD₃CN)ppm : 2.73(1H, dd, J=6.8, 17.6Hz), 3.07(1H, dd, J=9.3, 17.6Hz), 3.35(1H, s), 4.6(2H, s), 5.58(1H, tr, J=8.0Hz), 6.25(1H, d, J= 3.9Hz), 7.06(1H, d, J=3.9Hz), 8.9(1H, s), 9.30(1H, s)

かつそのアセチル体が下記(1)~(9)の理化学的性質を示す5-ヒドロキシメチル-2-フォルミルピロール誘導体を有効成分とする抗菌剤。

(1) 外観 淡色粘稠物

20

- (2) 分子量 (EI-MS) 264 ; m/z264(M+)
 (3) 分子式 C₁₁H₁₂N₄O₄
 (4) 溶剤に対する溶解性：エタノール、メタノールに易溶、クロロフォルム、水に可溶
 (5) 紫外部吸収スペクトル(50%MeOH) 260, 295nm
 (6) 赤外部吸収スペクトルIR max (KBr)cm⁻¹ : 3241, 1791, 1723, 1659, 1492, 1451, 1329, 1311, 1232, 1184, 1045, 915
 (7) ¹H-NMR(CD₃CN)ppm : 2.01(3H,s), 2.76(1H,dd,J=6.8,17.6Hz), 3.09(1H,dd,J=9.3,17.6Hz), 5.09(2H,s), 5.42(1H,tr,J=8.5Hz), 6.41(1H, d,J=3.9Hz), 7.1(1H, d,J=3.9Hz), 9.08(1H,s), 9.39(1H,s)
 (8) ¹³C-NMR(CD₃CN)ppm: 21.0, 38.4, 56.3, 58.3, 113.5, 126.6, 133.4, 139.7, 171.3, 175.6, 180.9
 (9) 質量分析GCMS(EI): 264, 263, 222, 221, 205, 193, 165, 136, 124, 108, 106, 98, 79

【請求項2】

請求項1記載の5-ヒドロキシメチル-2-フォルミルピロール誘導体を酢酸と反応させることによって得られる、請求項1記載の(1)～(9)の理化学的性質を示す5-アセトキシメチル-2-フォルミルピロール誘導体を有効成分とする抗菌剤。

【請求項3】

トウガラシ属の植物の果実から高極性溶媒による抽出処理をして得た抽出物を、さらに酢酸エチルによる分配抽出、シリカゲルを用いたクロマトグラフィー及びODSを用いたクロマトグラフィーを含む工程によって精製処理して得られる、下記(a)～(g)の理化学的性質を示し、

- (a) 外観 淡色粘稠物
 (b) 分子量 (EI-MS) 222 ; m/z222(M+)
 (c) 分子式 C₉H₁₀N₄O₃
 (d) 溶剤に対する溶解性：エタノール、メタノールに易溶、酢酸エチル、水に可溶、クロロフォルムに難溶
 (e) 紫外部吸収スペクトル(MeOH) 257, 293nm
 (f) 赤外部吸収スペクトルIR max (KBr)cm⁻¹ : 3361, 2950, 2925, 1718, 1653, 1430, 1170
 (g) ¹H-NMR(CD₃CN)ppm : 2.73(1H,dd,J=6.8,17.6Hz), 3.07(1H,dd,J=9.3,17.6Hz), 3.35(1H,s), 4.6(2H,s), 5.58(1H,tr,J=8.0Hz), 6.25(1H,d,J=3.9Hz), 7.06(1H,d,J=3.9Hz), 8.9(1H,s), 9.30(1H,s)

かつそのアセチル体が下記(1)～(9)の理化学的性質を示す5-ヒドロキシメチル-2-フォルミルピロール誘導体を有効成分とする澱粉老化抑制剤。

- (1) 外観 淡色粘稠物
 (2) 分子量 (EI-MS) 264 ; m/z264(M+)
 (3) 分子式 C₁₁H₁₂N₄O₄
 (4) 溶剤に対する溶解性：エタノール、メタノールに易溶、クロロフォルム、水に可溶
 (5) 紫外部吸収スペクトル(50%MeOH) 260, 295nm
 (6) 赤外部吸収スペクトルIR max (KBr)cm⁻¹ : 3241, 1791, 1723, 1659, 1492, 1451, 1329, 1311, 1232, 1184, 1045, 915
 (7) ¹H-NMR(CD₃CN)ppm : 2.01(3H,s), 2.76(1H,dd,J=6.8,17.6Hz), 3.09(1H,dd,J=9.3,17.6Hz), 5.09(2H,s), 5.42(1H,tr,J=8.5Hz), 6.41(1H, d,J=3.9Hz), 7.1(1H, d,J=3.9Hz), 9.08(1H,s), 9.39(1H,s)
 (8) ¹³C-NMR(CD₃CN)ppm: 21.0, 38.4, 56.3, 58.3, 113.5, 126.6, 133.4, 139.7, 171.3, 175.6, 180.9
 (9) 質量分析GCMS(EI): 264, 263, 222, 221, 205, 193, 165, 136, 124, 108, 106, 98, 79

【請求項4】

10

20

30

40

50

請求項 3 記載の5-ヒドロキシメチル-2-フォルミルピロール誘導体を酢酸と反応させることによって得られる、請求項 3 記載の(1)～(9)の理化学的性質を示す5-アセトキシメチル-2-フォルミルピロール誘導体を有効成分とする澱粉老化抑制剤。

【請求項 5】

トウガラシ属の植物の果実から高極性溶媒による抽出処理をして得た抽出物を、さらに酢酸エチルによる分配抽出、シリカゲルを用いたクロマトグラフィー及びODSを用いたクロマトグラフィーを含む工程によって精製処理して得られる、下記(a)～(g)の理化学的性質を示し、

- (a) 外観 淡色粘稠物
- (b) 分子量 (EI-MS) 222 ; m/z222(M+)
- (c) 分子式 C₉H₁₀N₄O₃
- (d) 溶剤に対する溶解性：エタノール、メタノールに易溶、酢酸エチル、水に可溶、クロロフォルムに難溶
- (e) 紫外部吸収スペクトル(MeOH) 257, 293nm
- (f) 赤外部吸収スペクトルIR max (KBr)cm⁻¹ : 3361, 2950, 2925, 1718, 1653, 1430, 1170
- (g) ¹H-NMR(CD₃CN)ppm : 2.73(1H, dd, J=6.8, 17.6Hz), 3.07(1H, dd, J=9.3, 17.6Hz), 3.35(1H, s), 4.6(2H, s), 5.58(1H, tr, J=8.0Hz), 6.25(1H, d, J= 3.9Hz), 7.06(1H, d, J=3.9Hz), 8.9(1H, s), 9.30(1H, s)

かつそのアセチル体が下記(1)～(9)の理化学的性質を示す5-ヒドロキシメチル-2-フォルミルピロール誘導体を有効成分とする澱粉糊化促進剤。 20

- (1) 外観 淡色粘稠物
- (2) 分子量 (EI-MS) 264 ; m/z264(M+)
- (3) 分子式 C₁₁H₁₂N₄O₄
- (4) 溶剤に対する溶解性：エタノール、メタノールに易溶、クロロフォルム、水に可溶
- (5) 紫外部吸収スペクトル(50%MeOH) 260, 295nm
- (6) 赤外部吸収スペクトルIR max (KBr)cm⁻¹ : 3241, 1791, 1723, 1659, 1492, 1451, 1329, 1311, 1232, 1184, 1045, 915
- (7) ¹H-NMR(CD₃CN)ppm : 2.01(3H, s), 2.76(1H, dd, J=6.8, 17.6Hz), 3.09(1H, dd, J=9.3, 17.6Hz), 5.09(2H, s), 5.42(1H, tr, J=8.5Hz), 6.41(1H, d, J=3.9Hz), 7.1(1H, d, J=3.9Hz), 9.08(1H, s), 9.39(1H, s)
- (8) ¹³C-NMR(CD₃CN)ppm: 21.0, 38.4, 56.3, 58.3, 113.5, 126.6, 133.4, 139.7, 171.3, 175.6, 180.9
- (9) 質量分析GCMS(EI): 264, 263, 222, 221, 205, 193, 165, 136, 124, 108, 106, 98, 79

【請求項 6】

請求項 5 記載の5-ヒドロキシメチル-2-フォルミルピロール誘導体を酢酸と反応させることによって得られる、請求項 5 記載の(1)～(9)の理化学的性質を示す5-アセトキシメチル-2-フォルミルピロール誘導体を有効成分とする澱粉糊化促進剤。

【発明の詳細な説明】 40

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、新規なピロール誘導体、およびその用途に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、抗菌性物質に関しては多くの報告がある。ピロール誘導体についても医薬品、抗菌剤として多くの化合物が開発され利用されており、多くの抗菌性化合物が知られている。化学物質の生理作用はその構造に依存するところが大きく、なお、利用面に適したより有効な抗菌活性を有する新規な化合物が要望されている。

また、澱粉は水と共に加熱され糊化した後に食されるものであるが、糊化した澱粉は、そ 50

の直後から経時に老化と呼ばれる現象が始まる。澱粉の老化によって、食品の食感、食味、アミラーゼによる消化率の低下などが生じる。このため澱粉の老化防止あるいは糊化を促進することが試みられ、その手段として、例えば乳化剤や糖類を添加する方法やアルカリ等の化学的処理を行う方法などが知られている。しかし、それぞれに用途が限定されるなどの問題があり、これらに有効な化合物の開発が要望されている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上述のような事情に鑑み、抗菌作用、澱粉老化防止、澱粉糊化促進作用を有し、特に食品に適用した場合においても安全且つ食感を損なわない新規なピロール誘導体を提供することを課題とする。

10

【0004】

【課題を解決するための手段】

本発明者等は、上記の課題を解決するべく、研究した結果、先にトウガラシからの抽出物に澱粉老化防止作用があることを見出し特許出願(特願2000-304784号)した。そして、さらに研究を進めた結果、トウガラシの一品種であるパプリカ(paprika:英名)果実からの抽出物に抗菌作用、澱粉老化防止作用、澱粉の糊化促進作用を有する物質を見出しこれを単離することに成功し、本発明を完成した。本発明者等によって見出された物質は分子式 $C_9H_{10}N_4O_3$ を有し、5-ヒドロキシメチル-2-フォルミルピロール骨格を有する新規化合物である。この化合物は後述する物理化学的性質から推定される。

【0005】

本発明は、このような5-ヒドロキシメチル-2-フォルミルピロール骨格を有する新規化合物に関する。また、本発明はこの化合物を有効成分とする抗菌剤、澱粉老化防止剤、澱粉糊化促進剤に関するものである。

20

【0006】

本発明化合物は、パプリカ、ピーマンなどのトウガラシに属する植物を抽出し、分離精製することによって得ることができる。抽出原料の植物は主にパプリカの果実を利用するものがよく、乾燥したものでも乾燥していないものでもよく、またパプリカ粉末として利用されている材料を用いることも、油性の溶剤で色素成分などを抽出した残渣を利用することもできる。抽出溶剤としては、本発明化合物を溶解できる溶剤であればよく、好適には水、メタノール、エタノールあるいはこれらの混合溶媒を用いる。また、予めヘキサンなどの低極性溶媒で脱脂、脱色処理をし、その後高極性の溶媒で抽出することにより、後の精製処理を容易にすることもできる。抽出温度や抽出時間あるいは溶媒の量などは、特に制限されることはなく、通常は原料の2~10容量倍程度の溶媒を用いて、常温から溶媒の沸点以下の温度で1~24時間程度抽出操作を行えばよい。また、回収量を向上させるために、使用する溶媒量や時間を適宜選択したり、溶媒を取り換え繰り返し抽出してもよい。抽出液は、必要に応じて、活性炭などによる脱色処理、濃縮処理などを行い、分離精製処理を行う。分離精製は、その性状を利用して通常の分離手段、例えば、溶媒分配抽出法、吸着クロマト、分配クロマトなど各種のクロマトグラフィーなどを単独でまたは適宜組み合わせて精製単離する。また、精製工程の途中においてピロール環の5位のヒドロキシメチル基にアセチル基を導入した誘導体として精製単離することもできる。例えば、アセチル基の導入は、粗精製品をピリジンに溶解し、氷水で冷却しながら無水酢酸を加えて常温で一晩反応させ、その後水を加えて、酢酸エチルで抽出し水で洗浄後、乾燥してクロロフォルム-メタノールを溶離剤とするシリカゲルカラムクロマトグラフィーによって分画単離する。置換基の導入は精製工程のどの段階で行ってもよいが、好ましくはある程度精製された段階で行う。

30

【0007】

上述のようにして得られる本発明化合物は、後述する実施例に見られるように、酵母、グラム陽性菌、グラム陰性菌に対して抗菌力を有し、また糊化澱粉の老化を抑制する作用や澱粉の糊化を促進する作用があることが見出された。従って、本発明化合物を有効成分とする抗菌剤、澱粉の老化抑制剤あるいは澱粉の糊化促進剤として利用できる。本発明化合

40

50

物をこれらの有効成分とする場合、好ましくは水やエタノールなどの溶液として、あるいは糖やデキストリンなどで希釈して用いる。その使用濃度は適用する対象によって適宜決められる。

【0008】

本発明化合物は、抗菌剤として使用する場合は、種々の食品、例えばハム、ソーセージ類、ハンバーグ等に0.001~0.1重量%添加することがよく、また澱粉の老化抑制剤あるいは澱粉の糊化促進剤として使用する場合は、澱粉質食品、例えばパン、インスタント麺、あるいは米飯に0.0001~0.1重量%添加するとよい。これらの添加は製造工程のいかなる段階で行ってもよい。

【0009】

以下実施例を挙げて本発明を詳しく説明する。

【実施例1】

(本発明化合物(I)の製造)

市販の粉末パプリカ1kgにn-ヘキサン5Lを添加して、常温で一晩攪拌しながら抽出した後固液分離して得られる固体分からヘキサンを除去した。この粉末に20%エタノールを5L添加して常温で一晩静置後固液分離して抽出液を得た。この抽出液を合成吸着剤HP2MG(三菱化成製)500mlを充填し20%エタノールで平衡化したカラムに流し、更に20%エタノール3Lを流して洗浄した。その後溶離液として60%エタノール2Lを流して回収し、40℃で減圧濃縮した。その1/100量を採取して減圧乾燥し、粗精製物1とした。残りに水100mlを添加して溶解し、酢酸エチルで3回抽出し、酢酸エチル層を採取した。酢酸エチル抽出液は無水硫酸ナトリウムを用いて脱水後、濃縮乾燥した(粗精製物2)。

このようにして得られた粗活性成分をシリカゲルを吸着剤としたカラムクロマトグラフィーで目的物質を含む画分を分画した。溶離液としてクロロフォルム-メタノールを用い25:1~10:1までの直線グラジェントを行った。この画分を濃縮後、STR ODS-II(信和化工株式会社製)を用いた高速液体クロマトグラフィー(20~50%メタノール)によって本発明化合物(I)を含む画分を分取し、濃縮乾固した(粗精製物3)。

更に、クロロフォルム-メタノール(93:7)を溶離液とするシリカゲルカラムクロマトグラフィーを行い、本発明化合物(I)20mgを得た。この化合物は、分子量、紫外外部吸収スペクトル、赤外部吸収吸収スペクトル、NMR等の結果より、5-ヒドロキシメチル-2-フォルミルピロール誘導体であることが推定される。

【0010】

実施例1で得られた本発明化合物(I)の物理化学的性質を以下に示す。

(a) 外観 淡色粘稠物

(b) 分子量 (EI-MS) 222; m/z222(M+)

(c) 分子式 C₉H₁₀N₄O₃

(d) 溶剤に対する溶解性：エタノール、メタノールに易溶、酢酸エチル、水に可溶、クロロフォルムに難溶。

(e) 紫外部吸収スペクトル(MeOH) 257, 293nm

(f) 赤外部吸収スペクトルIR max (KBr)cm⁻¹: 3361, 2950, 2925, 1718, 1653, 1430, 1170

(g) ¹H-NMR(CD₃CN)ppm: 2.73(1H, dd, J=6.8, 17.6Hz), 3.07(1H, dd, J=9.3, 17.6Hz), 3.35(1H, s), 4.6(2H, s), 5.58(1H, tr, J=8.0Hz), 6.25(1H, d, J=3.9Hz), 7.06(1H, d, J=3.9Hz), 8.9(1H, s), 9.30(1H, s)

【0011】

【実施例2】

(本発明化合物(II)の製造)

実施例1で得た本発明化合物(I)10mgをピリジン0.2mlに溶解し、氷水で冷却しながら無水酢酸0.05mlを添加し、常温で一晩放置した。その後5mlの水を加え、酢酸エチル3mlで5回抽出した。酢酸エチル層は1%の塩酸1mlで洗浄、更に水2mlで3回洗浄し、その後、無水硫酸ナトリウムを加えて乾燥後、減圧濃縮した。これをクロロフォルム-メタノール(100:

10

20

30

40

50

:0~95:5)を溶離液とするシリカゲルカラムクロマトグラフィーによって分画し、本発明化合物(II)9mgを得た。この化合物は、分子量、紫外部吸収スペクトル、赤外部吸収スペクトル、NMR等の結果より、5-アセトキシメチル-2-フォルミルピロールの1位の置換体であることが確認された。また、置換基は5,6-ジヒドロ-4-オキソ-3(H)-1,2,3-トリアジンであり、その5位または6位と接合していると考えられる。従って、本発明化合物(II)は、5-アセトキシメチル-2-フォルミルピロールの1位に5,6-ジヒドロ-4-オキソ-3(H)-1,2,3-トリアジンがそのトリアジン環の5位または6位で接合している、すなわち、1-(5,6-ジヒドロ-4-オキソ-3(H)-1,2,3-トリアジン-5-イル)-5-アセトキシメチル-2-フォルミルピロール、または1-(5,6-ジヒドロ-4-オキソ-3(H)-1,2,3-トリアジン-6-イル)-5-アセトキシメチル-2-フォルミルピロールである。

この物質0.5mgをとり常法によるエステル加水分解を行い精製して得られた物質は、シリカゲルTLCのRf値、HPLC(ODSカラム)による溶出時間、紫外部吸収スペクトル、¹H-NMRスペクトルは原料である本発明化合物(I)と完全に一致したことから、本発明化合物(I)のアセチル誘導体であることが確認された。従って、

本発明化合物(I)は、5-ヒドロキシメチル-2-フォルミルピロールの1位に5,6-ジヒドロ-4-オキソ-3(H)-1,2,3-トリアジンがそのトリアジン環の5位または6位で接合している、すなわち、1-(5,6-ジヒドロ-4-オキソ-3(H)-1,2,3-トリアジン-5-イル)-5-ヒドロキシメチル-2-フォルミルピロール、または1-(5,6-ジヒドロ-4-オキソ-3(H)-1,2,3-トリアジン-6-イル)-5-ヒドロキシメチル-2-フォルミルピロールである。

【0012】

実施例2で得られた本発明化合物(II)の物理化学的性質を以下に示す。

(1) 外観 淡色粘稠物

(2) 分子量 (EI-MS) 264 ; m/z264(M+)

(3) 分子式 C₁₁H₁₂N₄O₄

(4) 溶剤に対する溶解性：エタノール、メタノールに易溶、クロロフォルム、水に可溶。

(5) 紫外部吸収スペクトル(50%MeOH) 260, 295nm

(6) 赤外部吸収スペクトルIR max (KBr)cm⁻¹ : 3241, 1791, 1723, 1659, 1492, 1451, 1329, 1311, 1232, 1184, 1045, 915

(7) ¹H-NMR(CD₃CN)ppm: 2.01(3H,s), 2.76(1H,dd,J=6.8,17.6Hz), 3.09(1H,dd,J=9.3,17.6Hz), 5.09(2H,s), 5.42(1H,tr,J=8.5Hz), 6.41(1H,d,J=3.9Hz), 7.1(1H,d,J=3.9Hz), 9.08(1H,s), 9.39(1H,s)

(8) ¹³C-NMR(CD₃CN)ppm: 21.0, 38.4, 56.3, 58.3, 113.5, 126.6, 133.4, 139.7, 171.3, 175.6, 180.9

(9) 質量分析GCMS(EI): 264, 263, 222, 221, 205, 193, 165, 136, 124, 108, 106, 98, 79

【0013】

【実施例3】

実施例1の粉末パプリカに代えてピーマンから本発明化合物(I)を以下のようにして製造した。市場から購入した新鮮なピーマン500gを粉碎し、40%エタノール500mlを加えて抽出した。この抽出液を20%エタノールで平衡化させた50mlのダイヤイオン2MGを充填したカラムに通液し、20%エタノール500mlで洗浄後、60%エタノール100mlを流して回収した。この液を濃縮後10mlの水に溶解し、酢酸エチル50mlで抽出して抽出液を得た。この液を濃縮し、クロロフォルム-メタノール(93:7)を溶離液としたシリカゲルクロマトグラフィー、更に、ODSカラムを用いた高速液体クロマトグラフィーで40%メタノールで溶出し、本発明化合物(I)約1mgを得た。

【0014】

【実施例4】

実施例1の粉末パプリカに代えてシシトウから本発明化合物(I)を以下のようにして製造した。市場から購入した新鮮なシシトウ500gを粉碎し、40%エタノール500mlを加えて抽出

10

20

30

40

50

した。この抽出液を20%エタノールで平衡化させた50mlのダイヤイオン2MGを充填したカラムに通液し、20%エタノール500mlで洗浄後、60%エタノール100mlを流して回収した。この液を濃縮後10mlの水に溶解し、酢酸エチル50mlで抽出して抽出液を得た。この液を濃縮し、クロロフォルム・メタノール(93:7)を溶離液としたシリカゲルクロマトグラフィー、更に、ODSカラムを用いた高速液体クロマトグラフィーで40%メタノールで溶出し、本発明化合物(I)約0.8mgを得た。

【0015】

【実施例5】

(抗菌力試験)

本発明化合物(I)および(II)が抗菌力は、次の試験によって確認した。試験の対象菌には酵母 Saccharomyces cerevisiae IFO 0203、グラム陽性菌として Bacillus subtilis IFO 3007、グラム陰性菌として Escherichia coli K-12 IFO 3301を用いた。抗菌試験は8mm径のペーパーディスクを用いるペーパーディスク法で行い、ペーパーディスクに本発明化合物(I)および(II)を別々に10 μ gづつ含浸させたときの阻止円径を求めた。なお、Bacillus subtilis、Escherichia coliについては、普通ブイヨン寒天培地で30~2日間培養後、Saccharomyces cerevisiaeについてはポテトデキストロース寒天培地で25~5日間培養後、それぞれ判定した。結果を表1に示す。

【0016】

【表1】

抗菌力試験

	本発明化合物(I) 阻止円径	本発明化合物(II) 阻止円径
<u>Saccharomyces cerevisiae</u> IFO 0203	12mm	11mm
<u>Bacillus subtilis</u> IFO 3007	12mm	11mm
<u>Escherichia coli</u> K-12 IFO 3301	10.5mm	11mm

【0017】

【実施例6】

(澱粉老化抑制試験)

米160gを洗浄後、水240mlと本発明化合物(I)、本発明化合物(II)および比較例として粗精製物1, 2, 3(実施例1参照)をそれぞれ20 μ gを加えて炊飯した。同様に本発明化合物を添加しない対照区を調製した。得られた炊飯を10℃で20時間保存した。保存前後の糊化度をBAP法で測定し、その差を算出して老化度とした。結果を表2に示す。

【0018】

【表2】

10

20

30

40

澱粉老化度(ΔBAP)試験

添加物		
本発明	化合物(I)添加	6.5
	化合物(II)添加	9.0
比較例	粗精製物 1	14.0
	粗精製物 2	12.6
	粗精製物 3	10.2
対照	無添加	15.0

以上のとおり本発明(I)、(II)はともに澱粉老化抑制効果を有し、更に、比較例の粗精製物の精製度が高くなるに従って澱粉老化抑制効果が上昇した。

【0019】

【実施例7】

糊化促進試験は、次のように行った。本発明化合物(I)または(II)10 µg添加した1%の馬鈴薯澱粉溶液50mLを100℃で10分間加熱した。糊化度は600nmにおける透過度を測定した。また、この液を2倍に希釈して1%のヨウ素液を0.5mL添加して610nmのODを測定することで行った。結果を表3に示す。

【0020】

【表3】

糊化促進試験

添加物		透過率	ヨウ素添加後の OD
本発明	化合物(I)添加	88%	1.7
	化合物(II)添加	88%	1.6
対照	無添加	85%	1.5

【0021】

【発明の効果】

本発明化合物(I)および(II)は、新規化合物であって、従来食されている食品から得られ、抗菌作用、澱粉の老化抑制作用および糊化促進作用を兼ね備えている。従って、澱粉含有食品に添加することによって、調理後の保存性を増し、保存後においても美味しく食することができる。また、澱粉含有食品以外の食品に添加してその保存性を高めることができる。

10

20

30

40

フロントページの続き

(72)発明者 村田 達雄

兵庫県龍野市龍野町富永100-3 ヒガシマル醤油株式会社 研究所内

審査官 鳥居 福代

(56)参考文献 特開2001-178385(JP,A)

特公昭46-007247(JP,B1)

特開平10-298179(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

A01N 43/707

A01P 3/00

A23L 1/03

A23L 3/3544

C07D 403/00

CAplus(STN)

REGISTRY(STN)