

高速液体クロマトグラフィーによる輸入食品類の分析

出 来 三 男*

Separation of Some Components in Agricultural Products Imported by High Performance Liquid Chromatography

Mitsuo DEKI*

*Export Division of Nagasaki Customs

1-36 Deshima-machi Nagasaki-shi 850, Japan

A Simple and rapid method for the determination of sugars, fat and oils, vitamins and non-volatile organic acids in imported agricultural products by high performance liquid chromatography was described. The separation of mixed sugars can be completed using a column packed with Zorbax-NH₂ and mobile phase with Acetonitrile-water. Good separation of Scorodose in garlic was shown using a column packed with PMS 60/1000 and by elution with water. Scorodose consist of tetra fructose in balb of garlic was almost completely hydrolyzed in 60 minutes with 0.1N hydrochloric acid, but not hydrolyse by invertase.

The separation profiles of triglycerides of animal and vegetable fats and oils using a column packed with μ -Bondapak C18 and by elution with acetone/methyl alcohol was identical with that of triglyceride by gas chromatography. The separation of non-volatile organic acids was performed using a packed column SCR-100 treated with 2M phosphoric acid.

The method can be utilized for determination of specific components in garlic, ginseng, wine, tea, fruits juice, memma and feed.

—Received Aug. 28, 1982—

1 緒 言

輸入される農産品類については、その関税率表分類に当って所属を決定するため必要な組成分析を行うことが多い。そのため、糖質、脂質及び蛋白質の基本的成分をマクロ的な量として求める定量分析のほか、税表分類に必要な種別の確認、調製加工の有無など一般の食品分析においては不必要な定性分析が要求される。定量な分析法については、関税中央分析所所定分析法及び参考分析法並びに税関分析指針等により統一的な分析法が示されている。一方、

定性分析については対称品目が多種多様であるために、画一的に規定し難い面があり、そのため、これまで主として本誌に各種の分析法が報告されてきた。ここでは、近年分析手段として広く利用されてきた高速液体クロマトグラフィー(以下HPLCと略)が、輸入農産品の分析にどのように活用されているかについて、二・三の具体例を報告する。

HPLCはガスクロマトグラフィー(以下GCと略)と異なり、検体が揮発性でない場合にも適用できる利点がある反面、比較的多量の溶出液(移動相)を使用し、分離成分に応じて充てんカラム(固定相)と移動相を選択しなければならない欠点がある。し

*長崎税関輸出部 850 長崎市出島町1番36号

かし、このことは逆に成分のグループ別の定性分析に有効となる場合もある。また、試料の前処理操作が比較的単純であるところから、恒常的に分析される輸入農産品類の分析手段として有効である。

2 実験方法

2・1 装置及び分離条件

装置：島津 LC-3 高速液体クロマトグラフ

検知器 RID 及び UV

分離条件：固定相として、ZORBAX-NH₂,

ZORBAX-CN, SHIMADZU-PMS (60

-1000), ZORBAX-ODS, SHIMADZ

U-SCR-100 及び μ -Bondapak C₁₈

を使用した。

移動相として、アセトニトリル/水の

各種混合割合の溶液、0.05MKH₂PO₄

水溶液及び 0.2MH₃PO₄ 水溶液を目的

に応じて使用した。ここで使用した試

薬は全て特級であり、有機溶剤及び水

は HPLC 用として精製されたものであ

る。

2・2 試料の調製

糖質を含む試料は、直接水に溶かし、ろ紙でろ過してろ液を検体とした。にんにくりん茎中のスコロドースの分離は、りん茎を細片としたのちアセトンで処理し、脱水及び脱脂したものを粉碎したのち、水で抽出した。水抽出液をメチルアルコール中に注加し、生じた沈殿を遠心分離であつめ、これを再び少量の水に溶かしたのちメチルアルコール中で再沈殿させ、この沈殿をアセトンで処理して乾燥させ粗スコロドースを得た。

油脂はそのままクロロホルムに溶かして検体とした。

その他の試料については、それぞれ各分析例のところで示した。

3 実験結果及び考察

3・1 糖質の分離

糖の還元力を利用した化学的定量法では、共存す

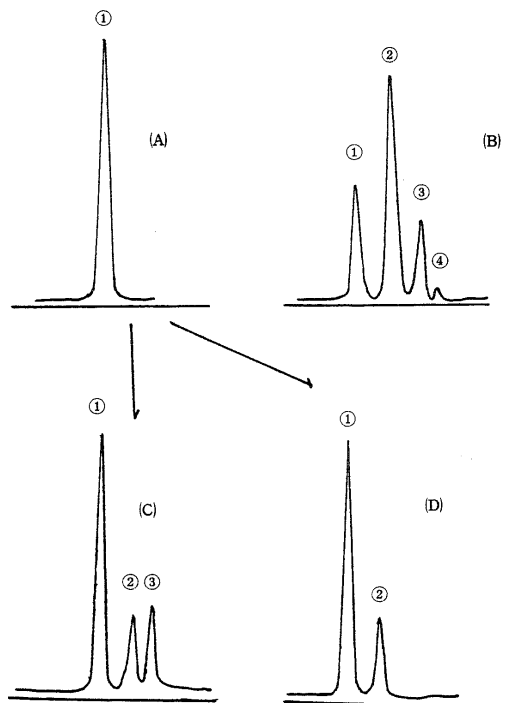


Fig.1 Chromatograms of sugars.

Column : SCR-100

Mobile phase : water

Flow rate : 50Kg/cm²

Detector : RI Detector

(A) : Mixtures of Dextrin, Lactose, Maltose and Sucrose

(B) : Authentic Samples

(C) : (A) hydrolyzed by inuertase

(D) : (A) hydrolyzed by γ -glucosidase

① Dextrin, Lactose, Maltose, Sucrose;

② Glucose; ③ Fructose; ④ Galactose

る還元糖が含量として求められるので、直接還元糖として表わす場合のほかは利用できない。関税率表という砂糖には、しょ糖 (Sucrose) のほか、糖みつ及び人造はちみつ (転化糖並びに天然はちみつと転化糖の混合物) も含まれるので関税率表の分類に当って、「砂糖を加えたもの」の認定は化学分析上非常に複雑である。従って、糖質の分析に当っては、食品に含まれる糖質の種別 (例えば天然はちみつか異性化糖か) と、その量的な割合を知る必要がある。酵素法による混合糖等の分離定量は優れた方法であり、税関分析法として既に定着しているが、乳糖と

麦芽糖の共存下における分離定量には難点がある。

HPLC による混合糖の定量は、カラム充てん剤の開発により最近では、単糖類相互、二糖類相互間の分離も十分であり、迅速分析法として最も適している。SCR-100 を固定相カラムとし、移動相に水を用いて分離すると、二糖類相互間の分離は困難であるが、ぶどう糖と果糖の分離はよく、定量値の再現性もよく、 $50 \mu\text{g}$ 程度の定量が可能である。この SCR-100 を用いると麦芽糖及び乳糖と共存するしょ糖を定量することもできる。すなわち、しょ糖を含有する試料について、あらかじめぶどう糖及び果糖の含有量を HPLC により求めておき、つぎに、この試料にインペルターゼを作用させ (37°C , 60 分間反応) たのち、HPLC で分離し、増加したぶどう糖又は果糖の量からしょ糖を求めることができる¹⁾。これらの分析例を Fig. 1 に示した。同様な手順により粉乳中に添加されたデキストリンの含有量を γ

ーグルコシダーゼ分析解法を利用して定量した。

二糖類相互の分離には、ZORBAX-NH₂ 又は μ -BONDAPAK CARBOHYDRATE が適している。ZORBAX-NH₂ を固定相とし、移動相にアセトニトリル/水の混液を用いて分離する場合に、移動相の水の割合を高めると溶出速度は早くなるが、果糖とぶどう糖の相互分離が悪くなる。アセトニトリル/水の混合比は 7 : 3 ~ 8 : 2 が適当であった。

試料をあらかじめエチルエーテル/メチルアルコール (8 : 2V/V) 混液に分散させ、脱脂したのち、水と共に摩砕し、これをろ過したのち、たんぱく質に富む試料にあつては除たんぱく処理を行ったものを検体とする。

ZORBAX-NH₂, CH₃CN/H₂O=7 : 3 (V/V) 0.7ml/min, RID の条件で標準糖質を分離した結果を Fig. 2 に示した。この条件では、しょ糖、麦芽糖及び乳糖の分離は十分であり、分析所要時間は約 16 分間であった。また、インテグレータのピーク強度を用い、絶対検量線法により各種糖質を定量したところ、いずれも再現性のよい結果が得られた。

3・2 油脂の分離

GC による油脂の分析は構成脂肪酸組成及びトリグリセリド組成の分析が行われている。関税率表分類で要求される油脂の分析は、油脂の種類の判別のほか、異種脂肪の混合割合を求める場合が多い。従って、油脂をけん化後構成脂肪酸を分離する分析法では、低級脂肪酸の損失が大きく再現性のよい結果は得られ難い。GC によるトリグリセリドの分析は、前処理なしに直接分離する点で優れているが、GC 操作において高温分析を必要とする難点がある。しかし、油脂の種別の分析、混合油脂の分離定量には極めて有用である²⁾。一方、GC によるトリグリセリドの分離は、トリグリセリドを構成する脂肪酸基の不飽和度に関係であり、アシル基の炭素数の総和として各ピークが示されるので、例えば、牛脂、ココア脂、大豆油等のように C₁₆~C₁₈ を主な構成脂肪酸とする油脂では類似したトリグリセリドパターンを示す。

HPLC による油脂の分離については μ -BONDAPAK-C₁₆ を用い大豆油を分析した例をはじめとしていくつかの報告があり³⁾、既報において PERMAPHAS

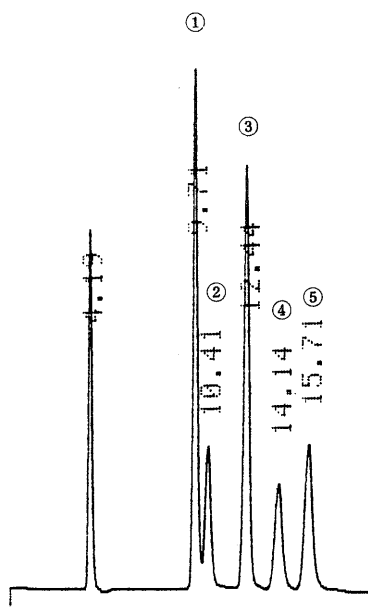


Fig.2 Chromatogram of Mixed Sugars
 Column : Zorbax-NH₂
 Mobile phase : acetonitrile/water=70 : 30 (v/v)
 Flow rate : 0.7 ml/min,
 RI Detector
 ① : Fructose, ② : Glucose, ③ : Sucrose,
 ④ : Maltose, ⑤ : Lactose

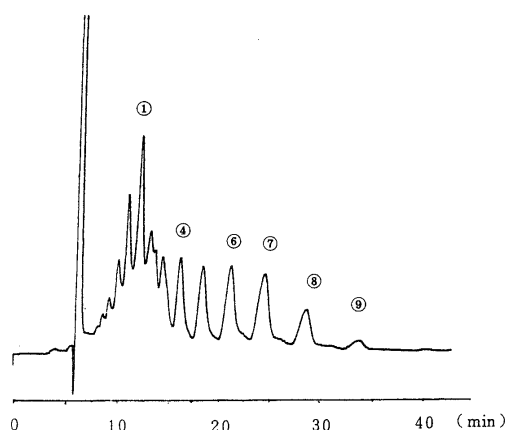


Fig.3 Chromatogram of Butter Fat
Column : μ -Bondapak C₁₈
Mobile phase : Acetone/methyl alcohol=
 1 : 1 (v/v)
Flow rate : 0.5 ml/min
R1 Detector
 ① C₃₈, ④ C₄₄, ⑥ C₄₈, ⑦ C₅₀, ⑧ C₅₂,
 ⑨ C₅₄

E-ODS を用いて各種植物油脂の分離条件を検討した結果を報告した⁴⁾。ここでは、 μ -BONDAPAK-C₁₈ を用いてアセトン/メチルアルコール混合溶剤を移動相として各種油脂を分離し、HPLC による混合油脂の分離定量の可能性について検討した。

移動相のメチルアルコールの割合を増すと各ピークの保持時間は長くなるが、ピークのパターンには大きな変化がなく、Fig.3 に示したように、バターのカロマトグラムは、GC のトリグリセリドパターンにかなり類似している。アシル基の炭素数 C₂₈ ~ C₅₄ に相当する各トリグリセリドピークのうち、C₂₈ ~ C₄₄ の各ピークの分離が十分でないが、C₄₆ ~ C₅₄ の各ピークの分離は十分であり、これらの各ピークの相対強度は GC における対応するピーク類に比較して低下している。大豆油のカロマトグラムも GC のそれと類似しており、この条件における HPLC での分離は GC のトリグリセリド分離に対応していることがわかる。

バターと大豆油を混合した調製油脂について分離した結果を Fig.4 に示した。この混合油脂のカロマ

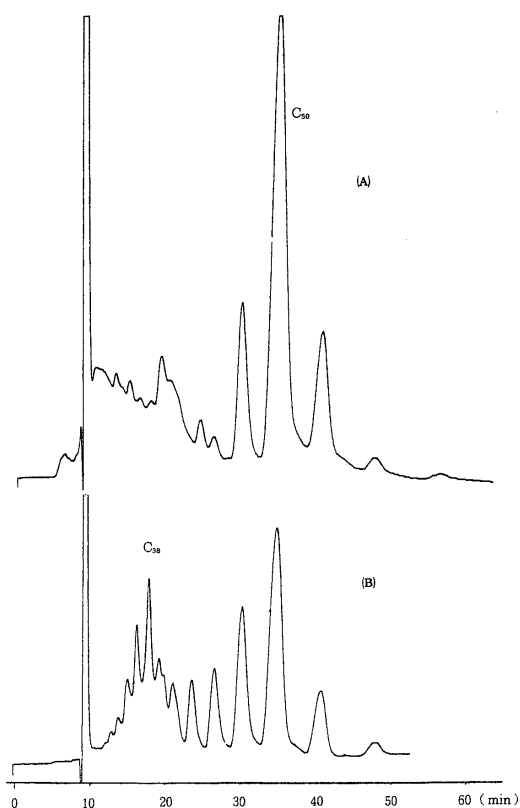


Fig.4 Chromatograms of Soy Bean Oil (A) and Mixed Fats (B)
Conditions are same as in Fig.3.
Mixed fat (B) : Soy bean oil 30 parts +
 Butlen fat 70 parts.

トグラムは、両者を重ね合せたピークパターンを示しており、C₄₈ ~ C₅₄ のピークパターンからバターと大豆油の混合油脂の割合を求めることができる。ココア脂とバターの混合物については検討していないが、この場合も大豆油と同様に分離できる可能性がある。HPLC による分離は GC の場合と異なり、熱的な影響がないためピークの再現性がよく、混合油脂の定量分析にも適しているものと考えられる。ODS を用いた逆相分離では、トリグリセリドの不飽和度の違いによる分離が可能であるが、現われるピークパターンが複雑であり、混合油脂の混合割合を求める場合には適当でない。(Fig.5)

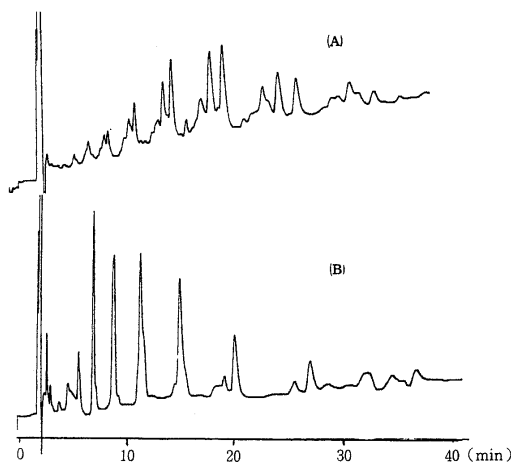


Fig.5 Chromatograms of Butter Fat and Coconut Oil
Column : Zorbax-ODIS
Mobile phase : isopropyl alcohol/ Acetone/ Acetonitrile (1 : 3 : 4(v/v))
Flow rate : 1.5ml/min
R1 Detector
(A) : Butter fat, (B) : Coconut oil

3・3 有機酸の分離

ジカルボン酸類の定性的な分析としてペーパークロマトグラフィーが広く利用されている。等速泳動法による分離は迅速分析に適しているが数種のジカルボン酸類の同時分析には難点がある。HPLC による有機酸の分析は強陰イオン交換樹脂を固定相とした分離が一般的であり、SHIMADZU SCR-101H による分離例が報告されている。ここでは陰イオン交換樹脂を充てんした SHIMADZU SCR-100 をあらかじめ $2\text{MH}_3\text{PO}_4$ 溶液を移動相として、 $0.5\text{ml}/\text{min}$ の流速で 48 時間処理したのち、このカラムを用いて、 $0.2\text{MH}_3\text{PO}_4$ を移動相として数種のジカルボン酸混合物を分離した。

Fig.6 に示したように、Citric acid, Tartaric acid, Malic acid, Lactic acid 及び Succinic acid 等の分離は十分であり、この条件で最も保持時間の長い Succinic acid の溶出時間は約 20 分であった。これらのジカルボン酸類は、移動相のりん酸溶液の濃度を変えても分離性状に著しい変化はみられなかった。

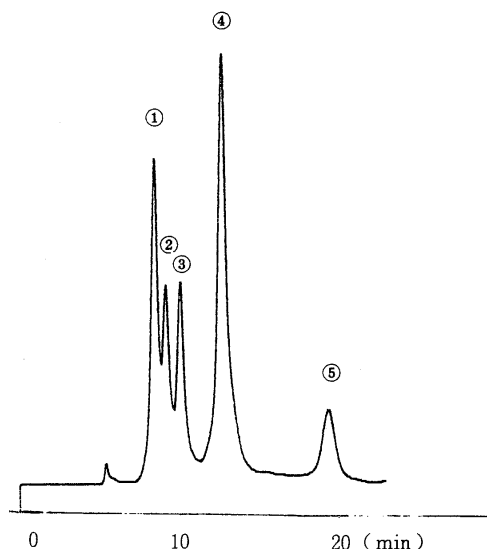


Fig.6 Chromatogram of Organic Acids
Column : SCR-100 treated with $2\text{M H}_3\text{PO}_4$
Mobile phase : $0.2\text{M H}_3\text{PO}_4$
Flow rate : 1.0 ml/min
Detector : UV at 210 nm
① : Citric acid, ② : Tartaric acid, ③ : Malic acid, ④ : Lactic acid, ⑤ : Succinic acid (?)

この条件で、輸入オレンジジュース及び輸入メンマ中の有機酸を分離した結果を Fig.7 に示した。オレンジジュースは、試料をろ過し、ろ液を直接検体とした。また、メンマについては、その 10g を 10ml と摩砕したのち遠心分離し、上澄液を更にろ過し、ろ液を検体とした。オレンジジュースでは、Citric acid 及び Tartaric acid のピークが確認された。メンマでは、Citric acid, Acetic acid のほか、Lactic acid の顕著なピークが現われており、このことからこの試料は乳酸発酵を経ていることが確認され、税表分類上の有効な知見となった。

3・4 ビタミン類の分離

食品類の分析において、ビタミン類の定性分析は煩雑なもののひとつであるが、HPLC は各種ビタミン類の分離分析に極めて有効である。水溶性ビタミン類のうち、VB₁, VB₂, VB₆, VB₁₂ 及びニコチン酸アミド類の標準試料の混合物を ZORBAX-CN を

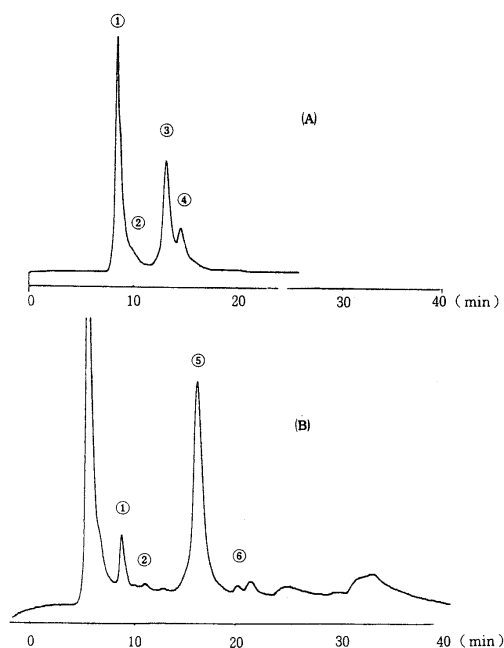


Fig.7 Chromatograms of Organic Acids in Orange Juice (A) and Memma (B)
Column : SCR-100 treated with 2M H_3PO_4
Mobile phase : 0.1 M H_3PO_4
Detection : UV at 210nm
Flow rate : 0.7ml/min
 ① : Citric acid, ② : ?, ③ : Tartaric acid,
 ④ : Malic acid, ⑤ : Lactic acid, ⑥ : Acetic acid

カラムとし、 $0.01\text{MKH}_2\text{PO}_4$ (10%メチルアルコール添加)水溶液を移動相として分離した結果を Fig.8 に示した。

この条件で輸入された飼料用調製品について水溶性ビタミン類を分離した。すなわち、試料 10g をエチルエーテル 50ml に分散させ、攪拌したのちろ過し、不溶物に水 100ml を加えて摩砕し、遠心分離して上澄液をろ過し、ろ液を検体とした。Fig.9 に示したように、VC のほかに、ニコチン酸アミド、 VB_2 、 VB_6 、 VB_1 及び VB_{12} のピークが検出され、これらの各成分は、輸入品のラベル記載のビタミン類と一致した。

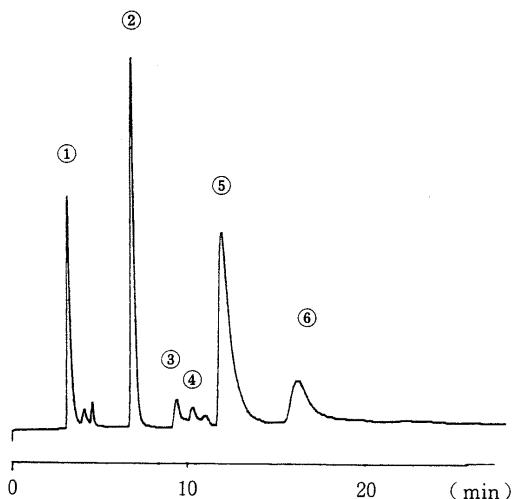


Fig.8 Chromatogram of Water Soluble Vitamins
Column : Zorbax-CN
Mobile phase : $0.01\text{MKH}_2\text{PO}_4$ in 10% methyl alcohol
Detection : UV at 254nm
Flow rate : 0.7ml/min
 ① : VC, ② : Nicotinic acid amide,
 ③ : VB_2 , ④ : VB_6 , ⑤ : VB_1 , ⑥ : VB_{12}

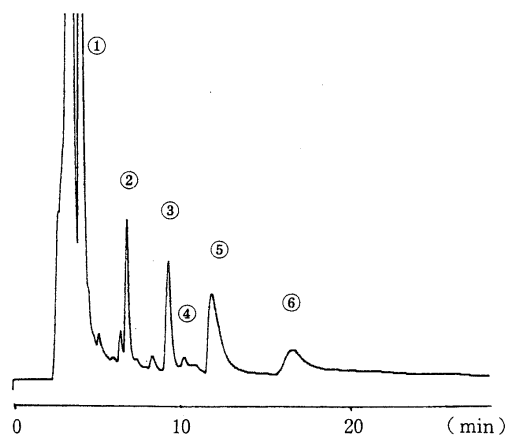


Fig.9 Chromatogram of Water Soluble Vitamins in Feed Preparation
conditions are same as in Fig. 8

脂溶性ビタミン類の標準試料混合物について Zorbax-ODS を用い、 n -ヘキサン/イソプロピルアルコール混合溶剤を移動相として分離した結果を

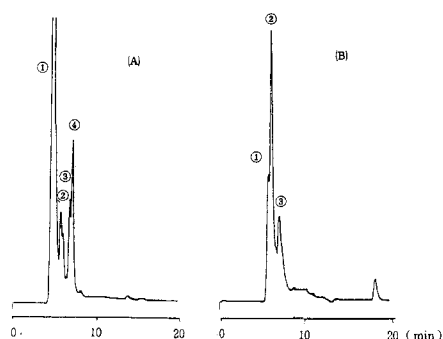


Fig.10 Chromatograms of Authentic Vitamins (A) and Fat Soluble Vitamins in Feed Preparation(B)

Column : Zorbax—ODS

Mobile phase : n—Hexane—Isopropyl alcohol (99 : 1 v/v)

Flow rate : 0.5ml/min

Detection : UV at 254 nm

① V.A—palmitate, ② V.E, ③ V.A—acetate, ④ V.D₃

Fig. 10(A)に示した。VA と VE の分離は十分でないが、VA と VD の分離はよく、脂溶性ビタミン類の定性的確認には役立つものと考えられる。

この条件で輸入飼料中の添加ビタミン類を分離した。すなわち、試料 10g にエチルエーテル 50ml を加え、振とう抽出したのち、エーテル層を分取しこれをろ過し、ろ液は蒸発乾固したのち再び n—ヘキサン 50ml を加えて溶かし、再びろ過したのちろ液を検体とした。Fig.10(B)にその結果を示した。VA—パルミテート、VE、VA—アセテート及び VD₃ に相当するピークが確認された。

3・5 人参エキスの糖質及びサポニンの分離

人参エキスは紅参をつくる工程で、生根を蒸煮するときに浸出する水溶成分を濃縮して得られるのが一般的であるが、最近ではヒゲ根を直接熱水で抽出し、その抽出液を濃縮して得られるものもある。したがって、人参エキスは、その製法及び原料の部位によってもかなり成分的に異なることが予想される。ここでは、韓国産の人参エキスについて、糖組成とサポニン類について分離した結果を示した。人参エ

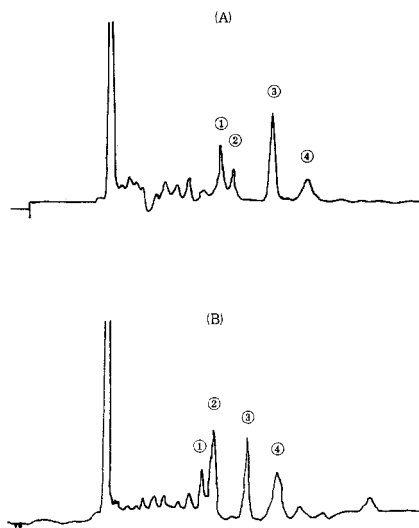


Fig.11 Chromatograms of Sugars and Saponins in Panax Ginseng

Column : Zorbax—NH₂

Mobile phase : Acetonitrile/Water (70:30v/v)

Flowrate : 0.7ml/min

Detection : R1 Detector

(A) : Roots (Ginseng Radix alba),

(B) : Roots (Hige)

① : Fructose, ② Glucose, ③ Sucrose, ④ Maltose

キス 1g を水 10ml に溶かし、ろ過したのちろ液を直接検体として使用した。また、朝鮮人参根（白参）及びそのヒゲ根をそれぞれ粉碎したのち、熱水抽出したのち抽出液をろ過し、ろ液を検体とし、人参エキスのものと比較した。

Fig.11(A)は、人参ひげ根の熱水抽出物のクロマトグラムであり、果糖、ぶどう糖、しょ糖及び麦芽糖の各ピークのほか、サポニンに相当する多数のピークが現われている。fig.11(B)は、ひげ根を除いた根茎の熱水抽出物のクロマトグラムであり、サポニンに相当するピークは両者の間に著しい相違はないが、ぶどう糖、麦芽糖の割合が相対的に高くなっており、オリゴ糖に相当するピークも現われている。根茎ではひげ根に比較してでん粉含有量が著しく高く、抽出工程においてこれらのでん粉が部分的に加水分解し、相対的にぶどう糖、麦芽糖及びオリゴ糖

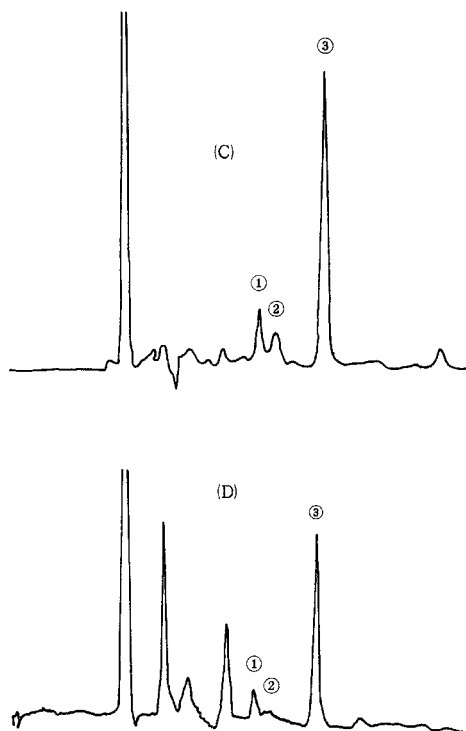


Fig.12 Chromatograms of Sugars and Spaponins in Panax Ginseng
 Conditions are same as in Fig.11
 (C) : Panax Ginseng extracts (Korea),
 (D) : Americanginseng

の割合を高めているものと考えられる。Fig.12(C)は韓国産の人参エキスのクロマトグラムであり、熱水抽出物に比較してしょ糖の割合が著しく高くなっている。このことは、しょ糖を添加した可能性もあるが、原料により糖組成にバラツキがあるので更に検討する必要がある。Fig.12(D)はアメリカ産のセイヨウニンジン粉末として輸入されたものであり、その熱水抽出物のクロマトグラムである。果糖、ぶどう糖、しょ糖及び麦芽糖の各ピークが現われているが、サポニンに相当する位置に顕著なピークが現われており、Panax Ginseng のサポニクロマトグラムと著しく異なっている。

3・6 茶葉の熱水抽出物の分離

輸入される中国産の茶は、製法が明確でなく銘柄外観からも製法を判別できないものが多い。輸入茶のうち発酵茶及び半発酵茶は物品税の対象になるため、発酵工程を経たものか否かの判別が必要となる。一般に紅茶にみられるように発酵工程を経た茶葉はかつ色を呈しており、未発酵の緑茶と外観が異なっており、その熱水抽出液の着色も相異している。しかし、中国茶のなかには緑茶を後発酵させて製造するものもあり、外観は紅茶と類似しており発酵の有無の判別に苦慮する場合が多い。

茶の分析に関しては、カフェイン、ビタミンC等の組成分析のほか、微量の香気成分に関する報告は多いが、これらは発酵工程の有無を判別するのには役立たない。ここでは各種タイプの茶葉の熱水抽出物を

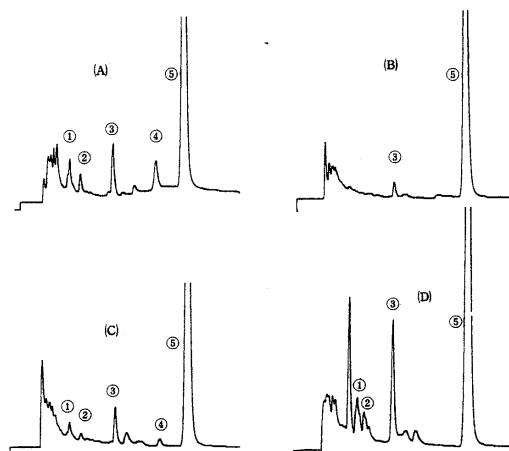


Fig.13 Chromatograms of Some Components in water Extracts of Green and Black Tea

Column : Zorbax-CN

Mobile phase : 0.01 MKH₂PO₄ (in 10% Methyl alcohol)

Flow rate : 0.7 ml/min

Detection : UV at 254 nm

(A) : Black Tea (Lipton),

(B) : Green Tea (Japan),

(C) : Black Tea (China),

(D) : Uron Tea (China)

① VC, ② ? ③ Theofirin, ④ Catechol,
 ⑤ Caffeine

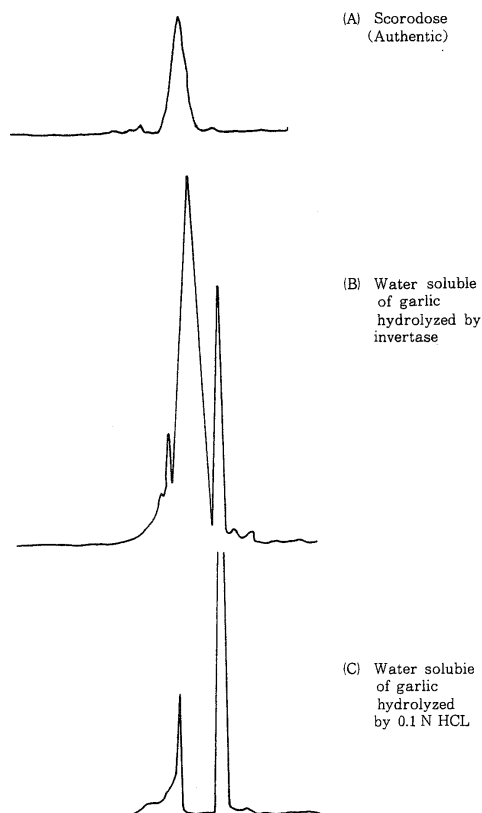


Fig.14 Chromatograms of Scorodose in Garlic
 Column ; PSM-60/1000,
 Mobile phase : Water
 Flow rate : 0.6ml/min
 Detection : R1 Detector

物を HPLC により分離し、それぞれのピークパターンを比較した。すなわち、試料 5g を 50ml の水に分散させ、沸とう浴上で 10 分間加温したのちろ過し、ろ液を検体とした。Zorbax-CN を用いて 0.01MKH₂PO₄ (10%メチルアルコール添加) 水溶液を移動相として分離した。紅茶 (リプトン) の水抽出物クロマトグラムでは、カフェインの強いピークのほかカテコール、テオフィリン、アスコルビン酸などに相当するピークが現われている。緑茶では、カフェインの強いピークのほかには顕著なピークはみられずクロマトグラムに違いがある。中国紅茶と称するものでは、リプトン紅茶と類似したパターンを示

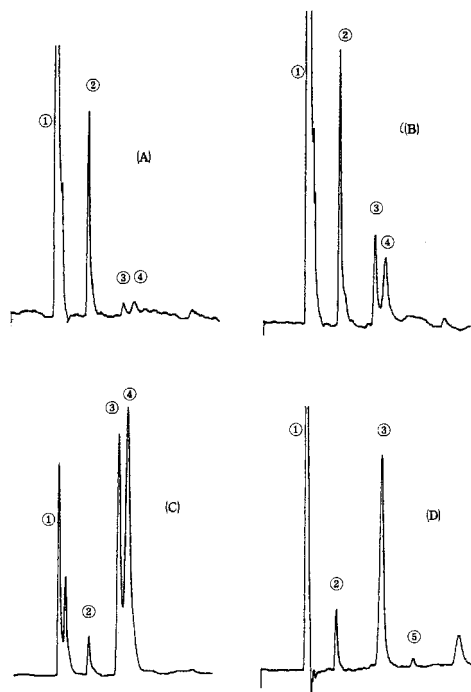


Fig.15 Chromatograms of Some Components in Wine
 Column : Zorbax-NH₂
 Mobile phase : Acetonitrile/Water= 70 : 30 (v/v)
 Flow rate : 0.7ml/min
 Detection : R1 Detector
 (A) : Red Wine, (B) : White Wine, (C) : Red Wine (Sweet), (D) : Japanese Sake
 ① Ethyl alcohol, ② Glycerine,
 ③ Fructose, ④ Glucose, ⑤ Sucrose

している。ウーロン茶の抽出物のクロマトグラムは紅茶や緑茶のそれとは異なっている。これらの結果を Fig.13 に示した。

3・7 にんにく中のスコロドースの分離

にんにく鱗茎は糖質に富んでおり、特に果糖の 4 量体であるスコロドースの含有量が多い。にんにく及びにんにくエキス中のしょ糖分を定量する場合に、塩酸加水分解法によるとしょ糖含有量が高い値として計算されるが、これはスコロドースの加水分

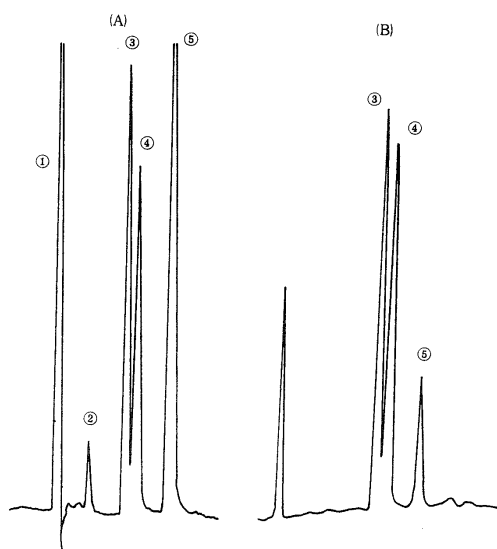


Fig.16 Chromatograms of sugars in Chinese port wine and orange juice

Conditions are same in Fig.15

- ① Ethyl alcohol, ② Glycerine, ③ Fructose,
④ Glucose ⑤ Sucrose

(A) : Chinese Port Wine, (B) : Orange Juice

解に起因するものと考えられる。にんにくの水抽出物は PSM-60/1000 を固定相とし、水を移動相として分離すると、スクロースに相当する顕著なピークが検出される。この水抽出物にインペルターゼを作用させたのち同様に分離すると、スクロースに相当するピークに変化がなくインペルターゼによるスクロースの分解は起こらないことが示された。しかし、0.1 NHCl により沸とう溶液中で加熱すると、スクロースは容易に加水分解され、分解生成物である果糖の顕著なピークが検出される。スクロースの加水分解は、0.1 NHCl で 60 分間にほとんど完全に行われるものと考えられる。これらの結果を Fig.14 に示した。

3・ワインのグリセリン及び糖の分離

Zorbax-NH₂ を用いてワインを直接注入して分離した結果を Fig.15 に示した。フランス産赤ワイン及び白ワインはいずれもエチルアルコールの強い

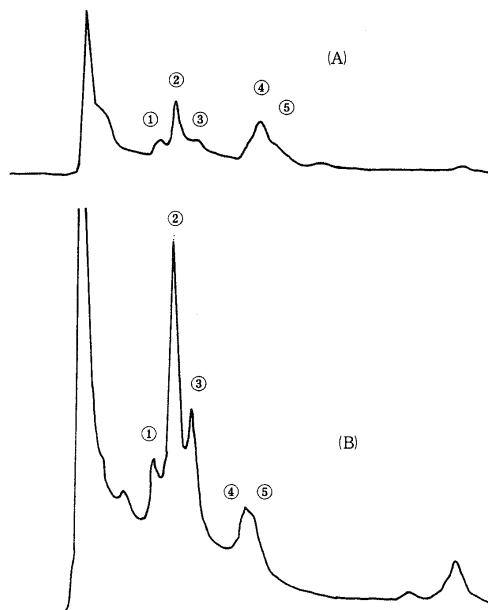


Fig.17 Chromatograms of Organic Acids in

Wine (A) and Grape Must(B)

Column : SCR-100 treated with 2M H₃PO₄

Mobile phase ; 0.1MH₃PO₄

Flow rate : 0.6ml/min

Detection ; UV at 210nm

- ① citric acid, ② Tartaric acid, ③ Malic acid,
④ Lactic acid, ⑤ Succinic acid

ピークのほかに、グリセリンに相当する強いピークのほか、ぶどう果汁に由来する果糖及びぶどう糖のピークが検出される。中国産ポートワイン（砵酒）のクロマトグラムは甘味ワインのそれに類似しているが、しょ糖の顕著なピークが認められた。（Fig.16）日本酒（清酒）では、果糖のピークは検出されなかった。

グレープマストの有機酸を分離した結果を Fig.17 に示した。Citric acid, Tartaric acid, Lactic acid, 及び Succinic acid の各ピークが検出され、これらのピークパターンは白ワインの有機酸の組成とよく類似していた。

4 総 括

輸入食品中の糖質、油脂、ビタミン及び有機酸等の HPLC による分離について検討した。糖質は Zorbax-NH₂ を固定相カラムとし、移動相にアセトン／水 (7 : 3 (V/V)) を用いて分離し混合糖の分離及び定量を行った。にんにく中に含まれる果糖 4 量体であるスコロドースは GPC カラム PMS60/1000 を固定相カラムとし、水を移動相として容易に分離できた。スコロドースの塩酸加水分解物から果糖のみを確認するが、インベルターゼにより処理しても果糖のピークは検出されなかった。

μ -Bondapak C₁₈ を固定相カラムとし、メチルアルコール／アセトン系の混合溶剤を用いて動物性油脂としてバターのトリグリセリド組成を分析した。バターのトリグリセリドのクロマトグラムは、ほぼ

GC でのトリグリセリドのピークパターンに類似している。バターと大豆油の混合油脂のクロマトグラムでは、両者を重ね合せたピークパターンをしており、これらのうち特徴的なピークを対象として両者の混合割合を定量できる可能性を示した。

飼料中の水溶性及び脂溶性ビタミン類は Zorbax-CN 及び Zorbax-ODS を固定相としてそれぞれ分離した。

ジカルボン酸類は、あらかじめりん酸溶液で処理した SCR-100 を固定相として分離した。この条件により、果汁、メンマ及びワイン中のジカルボン酸類を迅速に分離することができた。

茶葉の熱水抽出物中のカフェイン、カテコール、テオフィリン及びアスコルビン酸等を分離し、これらの挙動を緑茶、紅茶及び半発酵茶について比較した。

5 文 献

- 1) 宮城好弘, 出来三男 : 本誌, **19**, **65** (1978)
- 2) 出来三男, 加藤時信, 蒲谷恭一 : 本誌, **12**, **11** (1972)
- 3) S. Wada, C. Koizumi and J. Nonaka : 油化学, **26**, **96** (1977)
- 4) 川端省三, 出来三男 : 本誌, **18**, **45** (1978)