

ノート

## 砂糖とソルビトールからなる調製品の定量値について

長井 哲也, 吉田 紀子\*

### Consideration on Quantitative Analysis of Sugar and Sorbitol Preparations

Tetsuya NAGAI, Noriko YOSHIDA\*

\*Kobe Customs Laboratory

12 - 1 Shinko - cho, Chou - ku, Kobe - shi, 650 Japan

Errors in quantitative analysis by sampling method of sucrose and sorbitol in sugar preparation was investigated by HPLC.

It was found that errors in quantitative analysis by HPLC was caused by differences of raw materials (sugar and sorbitol), in grain and by sampling methods.

#### 1 緒 言

最近, 大量の砂糖にソルビトールやデキストリン等を加えた, いわゆる砂糖調製品の輸入が急増している。これらの調製品は主に税表番号第 2106 項 90 号で申告されるが, ソルビトールやデキストリンの含有量によっては 糖価安定事業団への売り渡し義務のある税表番号第 1702 項 90 号に該当する可能性があり, また, 第 2106 項 90 号内においても, ショ糖分の含有量が 85% を超えるかどうかにより, その細分が異なり著しい税率格差があることから, 税関では一般に保留分析の対象となっている。

ところで, 現在輸入が頻繁におこなわれている砂糖調製品には, 大別して, 砂糖 (約 83%) とソルビトール (約 17%) からなるものと, 砂糖 (約 80 ~ 85%), ソルビトール (約 6 ~ 7%) 及びデキストリン (約 10%) からなるものの 2 種類がある。

これらの砂糖を主成分として調製品はその配合率が分類上のボーダーラインに調製されていること, 使用原料間の粒子性状が著しく異なるためサンプリングに起因する定量誤差が生じ易いこと等から, その定量値に関して関係者間で行き違いが生じることがある。

ここでは, 砂糖 (約 83%) とソルビトール (約 17%) からなる輸入砂糖調製品中のショ糖分及びソルビトール分を高速液体クロマトグラフィー (HPLC) で同時定量し, サンプリングにより生じる定量誤差の実態を解明するとともに, より効果的なサンプリング方法について検討したので, その結果を報告する。

#### 2 . 実 験

##### 2 . 1 試薬及び試料

試薬: ショ糖, ソルビトール, イソブタノール等 (和光純薬製特級)

試料: 輸入砂糖調製品各種

袋より小分けした瓶詰めの分析依頼用検体 6 系統 / 約 30 検体

20 ~ 30KG 袋入りのもの (輸入時の形態) 4 検体

##### 2 . 2 装置及び測定条件

HPLC: 日立 L - 6000

カラム: GELPACK GL - C614 (糖分析専用)

検出器: RI (日立 LC - 3000)

流速: 1.0ml / min

温度: カラムオープン / 60 , 測定場所 / 常温

##### 2 . 3 定量方法

HPLC 内部標準法により, 関税中央分析所報, 第 32 号, P33 に記載の方法で行った。

#### 3 . 結果及び考察

##### 3 . 1 HPLC の再現性について

HPLC によるショ糖をはじめとする糖類の分析は, 各種滴定法及び酵素法に比べて迅速であるうえ, 定量値の再現性も比

\*神戸税関業務部分析部門 〒650 神戸市中央区新港町12 - 1

較的安定しているため輸入食料品の糖分析においては極めて利用価値が高く、筆者らも頻繁に利用している方法の一つであり、通常の分析においては定量結果に特に問題は認められない。

しかしながら、サンプリング方法により定量値の変動を検討する場合は測定方法に起因する誤差(検知器の精度、カラム状態の変動等)をできるだけ排除しなければならない。そのため、標準品(試薬)を用いて測定条件に伴う定量値の変動についても検討した。

Table. 1 に一定の割合で配合した試薬しよ糖と試薬ソルビトールの混合物の定量結果を、また、Table. 2 にしよ糖、ソルビトール及び内部標準からなる検量線用溶液を連続再注入することにより調べた定量値の変動状態を示す。

その結果、現行の HPLC 条件は、寄与率の低いソルビトールの定量値は安定しているが、寄与率が高いしよ糖の定量値は室温の変化及びカラムの状態等で連続した測定においても幾分変動する傾向が認められるため、しよ糖とソルビトールだけからなる混合物の場合は 100%補正をするのが望ましいことが判明した。

### 3.2 輸入品の定量

Table. 3 に砂糖(約 83%)とソルビトール(約 17%)からなる輸入品 A-1、A-2、B 及び C のしよ糖分及びソルビトール分の定量結果を示す。また、Fig. 1 に Table. 3 のしよ糖分を図式化したものを示す。

これらの輸入品のサンプリングは、いずれも、20~30Kg のバッグ(輸入時の一般的な形態)数袋より適量を取り出して均質化したのち瓶詰めにして分析室へ託送されたものである。なお、定量にあたっては分析室で縮分法等により再均質化したものを検体とした。

この結果からわかるように、通常のサンプリング方法では瓶ごとの差のみならず、一応均質化でできたと考えられる一つの瓶内においても 1%以上の誤差が生じている。このように大きな定量値の変動は、穀粉調製品やミルク調製品等(共に微粉末)では見受けられず、砂糖とソルビトール混合物特有のものである。その主たる要因としては、グラニュー糖と顆粒状ソルビトールの粒子サイズ及びかさ比重等が異なるため両者が均質になり

にくいことから、仮に工場出荷時にはほぼ完全に均質化されていたとしても、運送途中や現場でのサンプリング時に再分離が生じ易いためと考えられる。

### 3.3 サンプリング方法により測定値の変動について

Table. 4 に輸入品 C を用いたサンプリング方法の違いによる粒子性状の変化と定量値の差異を示す。また、Fig. 2 に Table. 4 のしよ糖分を図式化したものを示す。

輸入品 C は今回の実験に使用した他の輸入品と同様にしよ糖分 83%で申告されたものであるが、Fig. 1 で示したように実測平均値は、Bottle (A) で 84.5%、Bottle (B) で 86.1%とサンプリングにより税表分類上のボーダーライン(85%)をまたぐものである。そこで、輸入時の形態である 30Kg 袋を入手し、サンプリング方法による定量値の変動の実態を解明するとともに、より効果的な均質化方法について検討した。

その結果、Table. 4 及び Fig. 2 の左欄に示した運送用袋の内部ですでに 83.5~86.9%と 3%以上のバラツキが生じているため現場におけるサンプリングの良否が最終的な定量結果に大きな影響を与えることが判明した。

なお、分析室におけるより効果的な均質化方法としては、サンプルデバイザー等での縮分に加えてミキサーでの検体の微粉化が比較的有效なことが判明した。

## 4. 要 約

砂糖及びソルビトールからなる砂糖調製品中のしよ糖分及びソルビトール分のサンプリング方法の違いによる定量値の変動(バラツキ)について HPLC を用いて検討した。

その結果、しよ糖分及びソルビトール分の定量値の変動(バラツキ)の最も大きな要因は、原料の粒子性状の違いに起因する袋(又はサンプルボトル)内部での試料の非均質化であることが判った。

このため現場におけるサンプリングに際しては、申告物品全体を代表するサンプルの抽出と同時に各袋内における非均質化を出来る限り排除したサンプリングが必要と考えられる。

Table 1 Quantitative analyses of mixtures of standard sucrose and sorbitol by HPLC

			Rate, mixed ( w % )		Rate, measured (100% Correction)	
Compound A	SUC'	75.6	→	75.0	(75.9)	
	SOR'	24.4	→	23.9	(24.1)	
Compound B	SUC'	86.2	→	85.6	(86.0)	
	SOR'	13.8	→	13.4	(14.0)	
Compound C	SUC'	93.9	→	92.8	(94.0)	
	SOR'	6.1	→	5.9	( 6.0)	
Compound D	SUC'	78.6	→	77.9	(78.6)	
	SOR'	21.4	→	21.2	(21.4)	

Table 2 Reproducibility of HPLC (Sucrose 83.3% and Sorbitol 16.7%) Measurement

		Rate, Measured		(100% Correction)		Room Temp
Day		SUC'	SOR'	SUC'	SOR'	
1/17	(1)	83.2	16.8	(83.2)	(16.8)	27℃
	(2)	83.2	16.8	(83.2)	(16.8)	27℃
1/24	(1)	84.0	16.8	(83.4)	(16.6)	25℃
	(2)	84.0	16.8	(83.4)	(16.6)	25℃
	(3)	83.9	16.8	(83.4)	(16.6)	24℃
	(4)	83.9	16.8	(83.4)	(16.6)	23℃
	⋮					
	(8)	86.3	16.8	(83.7)	(16.3)	under 15℃
	(9)	86.5	16.8	(83.8)	(16.2)	under 15℃
1/25	(1)	83.8	16.7	(83.4)	(16.6)	24℃
	(2)	83.5	16.8	(83.2)	(16.8)	26℃

Table 3 Quantitative analyses of Import goods A - 1, A - 2, B and C (Sucrose 83% and Sorbitol 17% or 16%)

A - 1		A - 2		B		C	
SUC'	SOR'	SUC'	SOR'	SUC'	SOR'	SUC'	SOR'
Bottle 1		Bottle 1		Bottle 1		Bottle 1	
(1)	82.4 17.1	81.4 18.7	83.5 16.0	85.7 14.0			
(2)	83.0 16.1	81.3 18.8	84.3 15.5	84.2 15.3			
(3)	83.6 15.8	82.6 17.4	82.0 17.0	83.4 16.3			
Bottle 2		Bottle 2		Bottle 2		Bottle 2	
(1)	84.3 15.3	82.4 17.3	83.8 15.7	86.7 13.3			
(2)	84.5 15.3	82.1 17.4	84.2 15.3	84.8 15.0			
(3)	85.1 14.5	82.6 17.2	85.1 14.4	86.9 13.1			
A V	83.8 15.7	82.1 17.8	83.8 15.7	85.3 14.5			

Table 4 Difference in measurement by sampling methods (Import goods C)

	Random sampling (from 30Kg bag)		Mixed by devicer		Powdered by mixer	
	SUC'	SOR'	SUC'	SOR'	SUC'	SOR'
FACE/TOP	84.9	14.9	A/1	84.1 15.8	A/1	85.3 14.7
	84.8	15.0	A/2	84.7 15.2	A/2	84.8 15.3
			A/3	85.2 14.7	A/3	84.6 15.2
FACE/MID	86.8	13.3				
	86.9	13.1				
FACE/UND	84.5	15.2	B/1	84.9 14.9	B/1	85.3 14.5
	85.7	14.0	B/2	85.9 14.2	B/2	85.1 14.7
			B/3	85.8 14.1	B/3	84.8 15.0
BACK/RIG	86.5	13.5				
	86.7	13.3				
BACK/LEF	83.5	16.3				
	84.9	14.9				
(AV)	85.5	14.4	(AV)	85.1 14.8	(AV)	85.0 14.9
(AD)	1.11	1.03	(SD)	0.62 0.58	(SD)	0.27 0.29

ノート 砂糖とソルビトールからなる調製品の定量値について

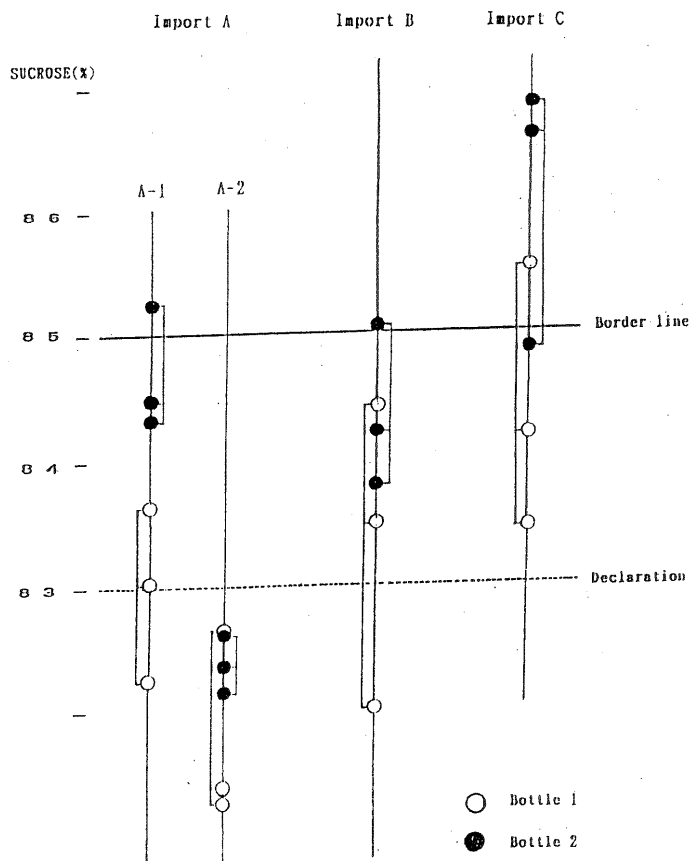


Fig.1 Sucrose content of import goods

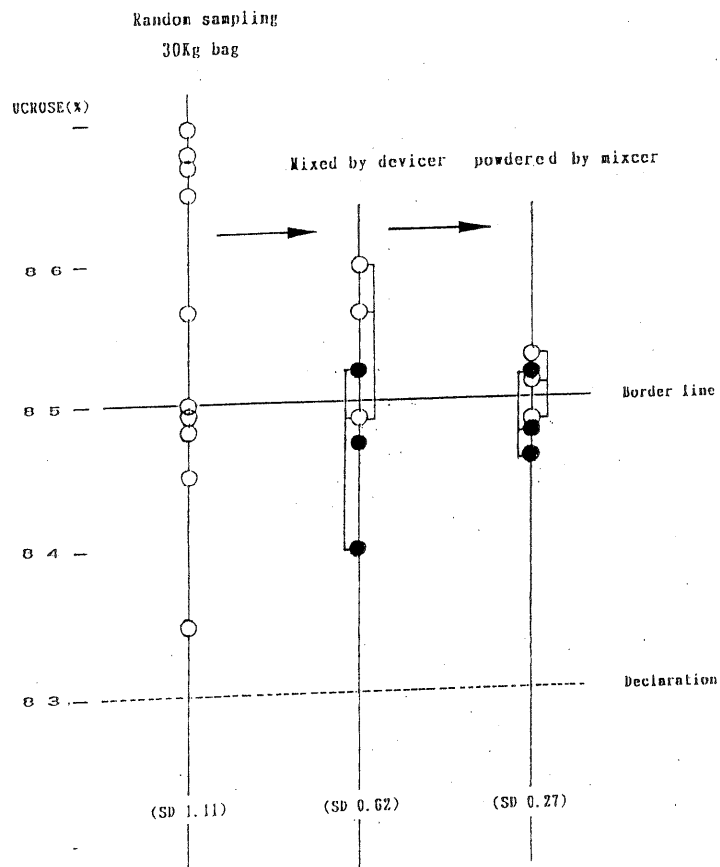


Fig.2 Difference in sucrose content by sampling methods (Import goods C)