

# 高速液体クロマトグラフィー

## HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY

### 電気伝導度検出器を用いた 有機酸分析法

#### Determination of Organic Acids by HPLC in Combination with Electric Conductivity Detection

食品中に含まれる有機酸は食品の風味を決定する重要な成分であり、アミノ酸や糖と並んで、その分析の必要性が認められています。高速液体クロマトグラフィーによる分析においては、従来、有機酸は吸光光度法により検出されていましたが、検出波長がカルボキシル基の吸収に由来する205nm付近であるため、夾雑成分の影響を受けやすく、試料によっては複雑な前処理を必要とし、

なかには分析が困難な場合もありました。そのため、最近では、pH指示薬（酸塩基滴定指示薬）を用いた方法や誘導体化法がポストカラム反応検出法として応用され、検出上の選択性を向上させる試みがなされています。

ここでは、イオン性物質の選択的な高感度検出器である電気伝導度検出器を用いた新しい分析法について紹介します。

#### ■分析方法

##### Method of Analysis

電気伝導度検出器は分析対象成分が引き起こすイオン量の変化を測定する検出器であり、そのため有機酸のように、解離してイオンとなる成分の検出には好適といえます。しかしながら、有機酸分析の場合、通常分離に用いられているイオン排除クロマトグラフィーでは移動相に酸性水を用いるため、バックグラウンド比電伝導度が高くなるうえに、有機酸の解離が抑制されて成分に対する応答性の低下が起こりますので、そのままでは高感度

での検出は望めません。

そこで、本法では、カラムから溶出した移動相に緩衝液を混合し、pHを中性付近で固定する方法を採用しています。その結果、有機酸は十分に解離するため感度が向上し、しかも緩衝剤によって解離度も一定となるために直線性も良好になっています。Fig.1に分析システムの流路図を示します。

Table 1 分析条件  
Analytical conditions for organic acids

	for separation
Column	: Shim-pack SCR-102H(8.0mmI.D.×300mmL.)
Mobile phase	: 5mM p-toluenesulfonic acid
Flow rate	: 0.8mL/min
Temperature	: 45°C
	for detection
Reagent	: 5mM p-toluenesulfonic acid, 20mM Bis-Tris and 100μM EDTA
Flow rate	: 0.8mL/min
Temperature	: 48°C
Detection	: electric conductivity

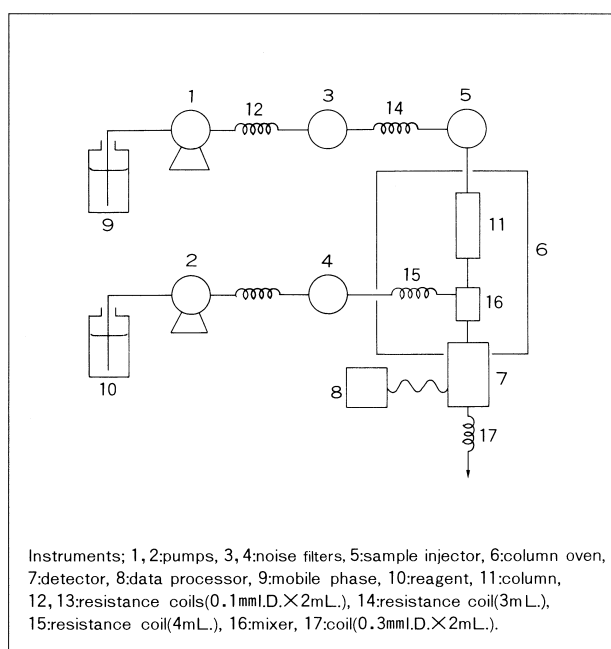


Fig.1 分析システムの流路図  
Flow diagram of HPLC for organic acids

## ■分析例

### Applications

Fig.2に有機酸標準溶液のクロマトグラムを示します。また、分析例として、しょう油、ビール、およびレモン果汁のクロマトグラムをFig.3～5に示します。いずれの試料もメンブランフィルタでろ過しただけで、そのろ液

5  $\mu\text{l}$  (レモン果汁のみ1  $\mu\text{l}$ ) を注入して分析しています。これらの分析例では1本のカラムを使用していますが、さらに十分な分離状態が必要な場合には2本のカラムを直列に接続して使用されることをお勧めします。

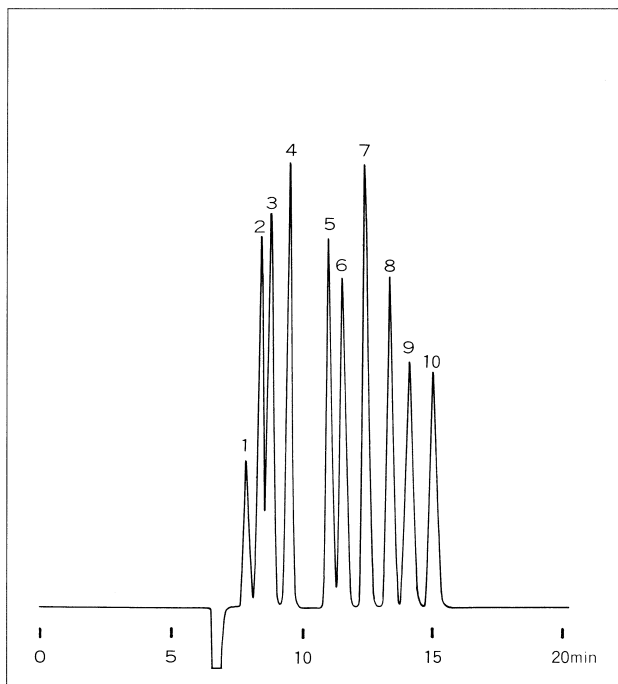


Fig.2 標準溶液のクロマトグラム  
Chromatogram of a standard solution

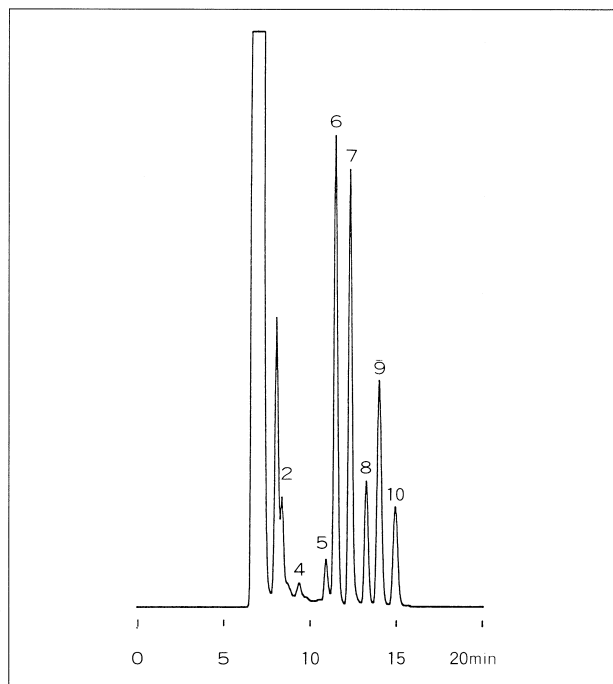


Fig.3 しょう油の分析例  
Chromatogram of soy sauce

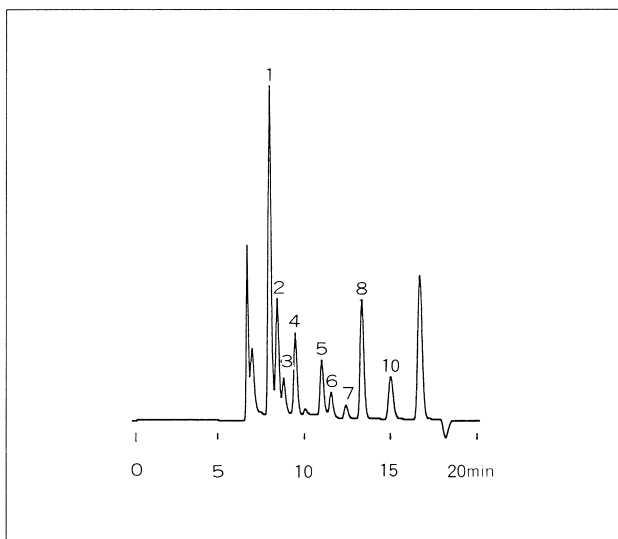


Fig.4 ビールの分析例  
Chromatogram of beer

Peaks; 1:phosphoric acid, 2:citric acid, 3:pyruvic acid, 4:malic acid, 5:succinic acid, 6:lactic acid, 7:formic acid, 8:acetic acid, 9:levulinic acid, 10:pyroglutamic acid. The amount:1 $\times 10^{-2}$  equivalents each.

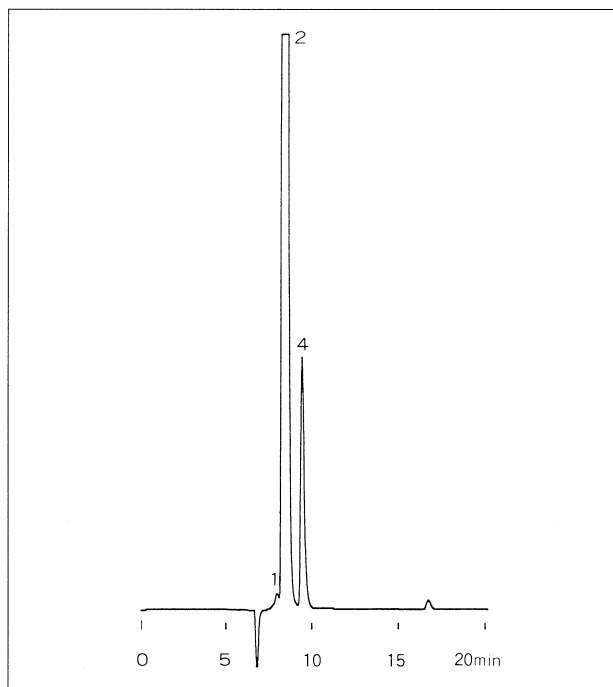


Fig.5 レモン果汁の分析例  
Chromatogram of lemon juice

初版発行：1988年6月

**島津製作所** 分析計測事業部  
応用技術部

島津分析コールセンター

● 0120-131691(携帯電話不可)  
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。  
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>  
会員制Webの閲覧だけでなくいろいろな情報サービスが受けられます。