産地別ユズ果汁の糖,有機酸およびアスコルビン酸含量の 高速液体クロマトグラフィーによる分析

余 小林^{1*}・徐 歩前²・沢村正義³

¹ 華南農業大学食品学院 中国広州市天河区五山

² 華南農業大学園芸学院 中国広州市天河区五山

³ 高知大学農学部 783-8502 南国市物部

Determination of Sugar and Organic Acid Contents in Yuzu Juices from Different Districts of Japan by HPLC

Xiaolin Yu^{1*}, Buqian Xu² and Masayoshi Sawamura³

¹ College of Food Science, South China Agricultural University, Wushan Tianhe, Guangzhou, China

² College of Horticulture, South China Agricultural University, Wushan Tianhe, Guangzhou, China

³ Faculty of Agriculture, Kochi University, Monobe, Nankoku 783-8502

Summary

Sugar and organic and ascorbic acid levels were quantitatively determined in Japanese yuzu (*Citrus junos* Tanaka) juices from different 41 producing districts in Japan by HPLC. This study estimated the quantitative constituents of water-diluted yuzu juice by using the conversion index preliminarily determined; a standard addition method was also involved. The sums of glucose, fructose, and sucrose in 41 different yuzu juices ranged from 0.57 to 3.21% with a mean of 1.76%. A maximum of eight organic acids was detected in yuzu juices from 11 producing districts. The major acid was citric, ranging from 2.97 to 4.75%, followed by malic that amounted from 0.21 to 1.00%. Ascorbic acid content ranged from 8.8 to 68.1 mg/100 g with an average of 25.8 mg/100 g.

Key Words: *Citrus junos* Tanaka, yuzu juice, sugars, organic acids, HPLC.

緒 言

ユズ (*Citrus junos* Sieb. ex Tanaka) はミカン科, カンキツ属, 後生カンキツ亜属のユズ区真正ユズ亜区に分類される (岩政, 1976). ユズの発生は中国揚子江上流とされており, 朝鮮半島を経て日本に8世紀頃渡来したとされる. その後, ユズは日本の食文化の発展に重要な役割を果たしてきた. 他のカンキツ類と同様にユズの名称は地方で異なり, ユ (柚), ユノス (柚子, 柚の酢), イズ (出雲) などともよばれている (沢村, 2000). ユズは比較的耐寒性が強く, 日本では山形県から鹿児島県に至るきわめて広い範囲で栽培されている. 1999年度の全国統計では栽培面積が約 1,750 ha, 生産量が約 16,000 t である. 主要産地は四国および九州地方であり, 特に高知県は全国生産量の半分近くを占めている. 今日, ユズの主要生産国は日本と韓国である. ユズの利用法については日本

と韓国で異なり, 日本ではユズ果汁が中心であるのに対して, 韓国ではユズ茶が主体となっている.

香酸カンキツ類の中でも, ユズは独特な香りとさわやかな酸味を有して, 古くから日本人に最も賞用されてきた. 香り成分分析についてはこれまで多くの報告がなされてきた (Njoroge ら, 1994, 1996; Shinoda ら, 1970; Song ら, 1999). また, ユズの特徴的芳香成分に関しては, 最近, トリメチルトリスルフィド, オイゲノール, ボルネオールなどが明らかにされている (Tajima ら, 1990; Song ら, 2000). カンキツ果汁の酸味を左右する不揮発性成分に関しては, 有機酸, 糖, ペクチン含量などが報告されている (Vandercook ら, 1977; Shaw・Wilson, 1983; 沢村ら, 1996, 1979; 八巻, 1989). しかしながら, ユズは全国各地で栽培されているにもかかわらず, これまでの研究報告はせいぜい数産地程度の試料の分析に限定されたものである. 本研究では日本の41産地のユズについて, 糖, 有機酸およびアスコルビン酸を直接搾汁試料から高速液体クロマトグラフィー (HPLC) によって分析することで産地による品質の差の実態を明らかにす

2003年7月22日 受付. 2003年11月27日 受理.

*Corresponding author.

ることを目的とした。

材料および方法

供試果実

本実験で使用したユズ試料は第1表に示すとおりである。宮城県以南の次の地域ブロックの合計41産地から入手した。すなわち、東北地方、4産地；関東地方、5産地；北陸地方、2産地；中部地方、7産地；近畿地方、5産地；中国地方、5産地；四国地方、6産地；九州地方、7産地。収穫期は1999年11月であり、各市場において最高格付

けに評価されたものを使用した。

分析方法

各産地のユズ果実を無作為に5個抽出し、剥皮後、ハンドプレスで搾汁したものを産地ごとに合わせ、遠心分離(15000×g, 20 min, 4°C)した。産地ごとに上清を分析試料とし、測定するまで-25°Cで冷凍保存した。

HPLCは糖の分析には、Jasco PU-1580(ポンプ), DG-1580-53(デガッサー), Toyo-soda RI-8000(示差屈折計)を用いた。有機酸と還元型アスコルビン酸分析にはJasco Interigent 880-PU(ポンプ), 875-UV(紫外検出

Table 1. Quantitative determination of sugars, organic acids and ascorbic acid in yuzu juices.

Sample No.	Prefecture	Sugar (g/100 g)				Organic acid (g/100 g)			Ascorbic acid (mg/100 g)
		Glucose	Fructose	Sucrose	Total	Citric	Malic	Formic	
1	Miyagi	0.36	0.70	0.79	1.85	3.75	0.89	0.19	7.6
2	Fukushima-1	0.43	0.52	1.08	2.03	4.64	0.94	0.04	25.9
3	Fukushima-2	0.35	0.52	0.96	1.83	4.74	0.59	0.11	22.8
4	Fukushima-3	0.47	0.58	1.51	2.56	3.66	0.54	0.13	44.3
5	Tochigi-1	0.29	0.52	1.47	2.28	4.75	0.88	0.21	28.6
6	Tochigi-2	0.18	0.20	0.45	0.83	3.48	0.70	0.09	24.4
7	Ibaraki	0.41	0.45	0.46	1.32	3.22	0.51	0.05	9.9
8	Saitama	0.35	0.52	1.44	2.31	4.36	0.72	0.22	24.8
9	Kanagawa	0.55	1.00	0.91	2.46	4.67	0.59	0.05	29.2
10	Ishikawa	0.19	0.23	0.41	0.83	3.30	0.48	0.11	13.5
11	Toyama	0.63	1.18	1.40	3.21	3.11	0.46	0.09	52.6
12	Nagano	0.34	0.71	0.96	2.01	4.71	0.81	0.19	43.2
13	Gifu-1	0.22	0.36	0.38	0.96	4.42	0.65	0.16	34.7
14	Gifu-2	0.22	0.29	0.44	0.95	4.25	0.79	0.25	22.0
15	Shizuoka-1	0.50	0.84	1.44	2.78	4.72	0.58	0.04	13.8
16	Shizuoka-2	0.29	0.36	0.43	1.08	3.58	0.86	0.04	14.6
17	Mie-1	0.22	0.20	0.52	0.94	4.04	0.49	0.09	26.2
18	Mie-2	0.48	0.51	1.63	2.62	4.29	0.81	0.06	16.8
19	Kyoto-1	0.35	0.54	0.69	1.58	3.86	0.78	0.25	27.8
20	Kyoto-2	0.32	0.72	1.81	2.85	4.69	0.63	0.14	29.8
21	Nara	0.15	0.13	0.29	0.57	3.10	0.21	0.10	8.8
22	Wakayama	0.22	0.32	0.50	1.04	3.35	0.76	0.06	21.7
23	Hyogo	0.40	0.46	0.84	1.70	4.75	0.72	0.10	32.1
24	Hiroshima-1	0.21	0.25	0.93	1.39	4.61	0.79	0.10	14.8
25	Hiroshima-2	0.50	0.89	0.87	2.26	3.37	0.54	0.06	25.9
26	Shimane	0.31	0.88	0.97	2.16	3.12	0.24	0.12	10.8
27	Yamaguchi-1	0.22	0.24	0.51	0.97	4.66	0.76	0.09	29.4
28	Yamaguchi-2	0.59	0.68	1.23	2.50	4.13	0.65	0.12	31.2
29	Ehime-1	0.25	0.43	0.42	1.10	4.70	0.68	0.07	20.0
30	Ehime-2	0.24	0.26	0.47	0.97	3.16	0.30	0.08	18.3
31	Ehime-3	0.50	1.06	1.14	2.70	4.36	0.69	0.12	30.5
32	Tokushima	0.18	0.20	0.34	0.72	3.42	0.60	0.04	13.8
33	Kochi-1	0.60	0.59	0.60	1.79	4.51	0.85	0.10	48.2
34	Kochi-2	0.88	1.04	1.21	3.13	3.45	0.78	0.11	30.8
35	Fukuoka-1	0.46	0.48	1.23	2.17	4.60	0.83	0.18	36.3
36	Fukuoka-2	0.45	0.51	0.94	1.90	4.51	0.94	0.23	23.5
37	Oita-1	0.31	0.17	0.27	0.75	2.97	0.55	0.06	14.8
38	Oita-2	0.34	0.41	0.90	1.65	4.71	0.87	0.19	68.1
39	Miyazaki-1	0.29	0.34	1.46	2.09	4.40	1.00	0.12	36.5
40	Miyazaki-2	0.36	0.52	0.63	1.51	4.66	0.95	0.16	24.8
41	Miyazaki-3	0.27	0.42	0.65	1.34	4.57	0.77	0.11	20.7
Mean		0.37	0.52	0.87	1.76	4.08	0.68	0.12	25.8

器), ERC-3115 α (デガッサー)を用いた。

1. 糖分析条件

カラム: Wakosil 5NH₂ (4.6 mm i.d. $\times$ 250 mm), 温度: 35°C, 移動相: CH₃CN:H₂O=80:20, 流速: 1.0 ml/min.

2. 有機酸分析条件

カラム: Wakosil 5C₁₈ (4.6 mm i.d. $\times$ 250 mm), 温度: 30°C, 移動相: 0.2% HPO₃, 流速: 1.0 ml/min, 検出波長: 210 nm.

3. 還元型アスコルビン酸分析条件

カラム: Wakosil 5C₁₈ (4.6 mm i.d. $\times$ 250 mm), 温度: 40°C, 移動相: 0.2% HPO₃, 流速: 1.0 ml/min, 検出波長: 254 nm.

HPLC 用 試 料

すべての分析において, 水は Auto Pure WQ501 (Millipore 社製) により得られた超純水 (Milli Q 水) を使用した。被検液は測定直前にメンブレンフィルター FM-22 (孔径 0.22 μ m, 富士フィルム) でろ過した後, HPLC 分析用試料液とした。

標準添加法

標準添加法を用いて, 糖, 有機酸および還元型アスコルビン酸定量のそれぞれの補正係数 (F) を以下の方法であらかじめ求めた。補正係数を求める実験および搾汁試料の分析実験におけるすべての測定は 3 回繰り返した。基準試料として 41 試料の中から無作為に試料 No. 2 を選んだ。

一方, 糖溶液として, ブドウ糖, 果糖およびショ糖の各標準液を調製した。また, 有機酸溶液として, クエン酸, リンゴ酸およびギ酸の各標準液, さらに, 還元型アスコルビン酸についても標準液を調製した。試料 No. 2 の果汁 0.5 ml に, 糖, 有機酸または還元型アスコルビン酸のそれぞれの標準液から等差間隔で 6 種類の濃度になるように加えた。各添加試料ならびに No. 2 の果汁 (0.5 ml) をそれぞれ Milli Q 水で 5 ml に定容した。HPLC により測定し, $y = a + bx$ の直線式を作成した。この直線式において, $y = 0$ の X 軸との交点の絶対値 $X = |a/b|$ を求めた。ここで, $x = 0$ のときの Y 軸との切片 a は水希釈試料の HPLC による標準添加法による補正前の測定値である。標準添加法による補正係数は次のとおりとなる。

$$F = X/a$$

ここで得られた補正係数 F は標準添加法に基づくものである。41 個の搾汁試料の直接または水希釈分析試料の測定値に F を乗じたものを定量値とした。

結 果

直接搾汁法および標準添加法

本研究ではろ過した原果汁を直接 HPLC で測定する方法を設定した。一般に, 果汁分析では 80% エタノール処理することによって, ペクチン, 繊維類などの不溶性固形物の除去が行われる (小曾戸, 1978; 沢村ら, 1979;

佐々木, 2000)。一方, 藤原ら (1999) により温州ミカン果汁の簡易試料調製法として直接搾汁液を使用する方法も報告されている。本研究においては, 直接搾汁法により試料調製を行い, さらに特定の試料を基準試料として, 標準添加法を導入してより正確な定量を試みた。

糖については, ブドウ糖, 果糖, ショ糖の分別定量を行った。第 1 図は搾汁法における標準添加法の結果を示す。いずれも良好な直線性を示し, 決定係数 R^2 は 0.996 以上であった。補正係数はブドウ糖 (F_G), 果糖 (F_F) でそれぞれ, 0.995, 0.952 であった。ショ糖 (F_S) では 1.000 であり, 搾汁法では定量性に他の成分の影響を受けないことが示唆された。

次に, 有機酸について, 糖と同様のデータ処理を行い,

Fig. 1. Relationship between amount of additional sugars to the juice sample and estimated amount of sugars. The conversion indices of glucose, fructose and sucrose are: $F_G = 0.995$; $F_F = 0.952$; $F_S = 1.000$, respectively.

その結果を第2図に示す。ユズ果汁の主要有機酸のクエン酸とリンゴ酸、そして少量酸の中で比較的濃度の高かったギ酸について示した。搾汁法の標準添加法による検量線は良好な直線性を示した。決定係数 R^2 はクエン酸、リンゴ酸、ギ酸でそれぞれ、0.999, 0.988, 0.994であった。また、補正係数 F はそれぞれ、0.983, 0.987, 1.042

Fig. 2. Relationship between amount of additional organic acids to the juice sample and estimated amount of organic acids. The conversion indices of citric, malic and formic acids are: $F_{CA} = 0.983$; $F_{MA} = 0.987$; $F_{FA} = 1.042$, respectively.

Fig. 3. Relationship between amount of additional ascorbic acid to the juice sample and estimated amount of ascorbic acid. The conversion index of ascorbic acid is: $F_{AC} = 1.000$.

であった。

還元型アスコルビン酸の結果を第3図に示す。標準添加法によって優れた直線性を示し、 R^2 は1.000であった。アスコルビン酸の抽出は通常、メタリン酸水溶液を用いて行われる(佐々木・青柳, 2000)。しかしながら、今回、果汁の水希釈液は標準添加法を用いた補正係数が1.000であったことから、pHが2.2と低いユズ果汁では、測定操作中のアスコルビン酸の分解は起こらないと考えられる。また、直接、糖、有機酸およびアスコルビン酸の同時定量のために同一の水希釈液を被検液とすることが示唆された。

糖の分別定量

第1表に示すように、全試料を通じて、ブドウ糖、果糖、ショ糖が検出され、それぞれについて分別定量を行った。定量値はすべて、搾汁試料からの直接測定値を標準添加法から得られる補正係数 F を乗じた値で表わされている。これら3つの糖の総含量は0.57~3.21% (w/w)であり、全国平均値は1.76%であった。いずれの試料の入手時期も11月であったが、産地によって糖含量に差がみられた。含量の高かった試料として、No. 11 (3.21%), No. 34 (3.13%), No. 20 (2.85%), No. 15 (2.78%), No. 31 (2.70%), No. 18 (2.62%)があげられた。一方、含量が低いのはNo. 21 (0.57%), No. 32 (0.72%), No. 37 (0.75%), No. 10 (0.83%), No. 6 (0.83%)などの試料であった。

糖組成にも試料による違いがみられた。ブドウ糖と果糖の比率は同じかもしくは果糖の方が若干高い傾向を示した。特に、No. 26は果糖の割合がブドウ糖の2.8倍高かった。還元糖(ブドウ糖+果糖)と非還元糖(ショ糖)の比の平均値は約1.0であったが、還元糖の割合が特に高かった試料は、No. 33 (2.0), No. 7 (1.9), No. 37 (1.8), No. 9 (1.7), No. 29 (1.6), No. 25 (1.6)およびNo. 34 (1.6)であった。一方、ショ糖の比率が高かったのは、No. 39 (2.3), No. 24 (2.0), No. 5 (1.8), No. 20 (1.8), No. 8 (1.7), No. 18 (1.6)であった。以上のように、ユズ果汁の糖含量は産地によって異なり、また還元糖含量と非還元糖含量の比についても一定の傾向はみられなかった。同一試料で簡易屈折計を用いて可溶性固形物含量を測定した場合(Sawamuraら, 2001)、試料No. 1が10.3%でもっとも高い値を示した。しかしながら、今回のHPLCによる分析では、合計糖含量は1.85%で全国平均値より若干高い程度であった。他の試料にも同様の傾向がみられ、必ずしも可溶性固形物含量とHPLCによる糖定量値とは関連性はみられなかった。これは可溶性固形物含量の測定が被検液中のブドウ糖、果糖、ショ糖以外の共存物質の影響を受けることによるものと考えられる。

有機酸含量

本HPLC分析条件で、あらかじめシュウ酸、L-酒石酸、ギ酸、リンゴ酸、乳酸、酢酸、マレイン酸、クエン

酸, コハク酸, *trans*-アコニット酸の10種類の有機酸について測定した. 分析試料の有機酸の同定は標準有機酸の保持時間の一致で行った. 41種類のユズ果汁試料において, 共通して含まれる有機酸として, 主要有機酸のクエン酸と, 少量酸のリンゴ酸およびギ酸があげられた. 乳酸とコハク酸はすべての試料で検出されなかった. その他の有機酸は微量で0.1%以下であり, 試料の種類により検出されないものもあった. 乳酸とコハク酸以外の8種類の有機酸すべて検出された試料は, 試料 No. 4, No. 5, No. 8, No. 11, No. 14, No. 20, No. 23, No. 33, No. 34, No. 36, No. 39の11種類の試料であった. クエン酸, リンゴ酸およびギ酸の分析値を第1表に示す. それぞれの有機酸含量は, 2.97~4.75, 0.21~1.00, 0.04~0.25 g/100 gであった. クエン酸含量が高かったのは, No. 23, 5, 3, 15, 38, 12の試料で4.71 g/100 g以上であった. 一方, No. 37, No. 21, No. 11, No. 26, No. 30は2.97 g/100 g以下と低い含量であった. 同一県内でも産地の違いによる顕著な差がみられたところは, No. 38とNo. 37(それぞれ, 4.71, 2.97 g/100 g), No. 29とNo. 30(4.70, 3.16 g/100 g)であった.

クエン酸とリンゴ酸の比をみると, リンゴ酸1に対して, クエン酸の割合は4.2~14.8と産地によって差があることが示された. 全試料の平均値は6.0であった. 特に, クエン酸の比率が高かったのは, No. 21(14.8), No. 26(13.0), No. 30(10.5)であった. 一方, クエン酸の割合が4.5以下と低かったのは, No. 16, No. 1, No. 39, No. 22, No. 34であった. 少量成分のギ酸については, 0.04~0.25 g/100 gであった. 特に含量の高い産地は, No. 19, No. 14, No. 36, No. 8(0.22~0.25 g/100 g)であった. 一方, 含量が0.04 g/100 gであったところがNo. 2, No. 15, No. 16, No. 32であった.

本研究では, 8種類の有機酸がユズ果汁から検出された. 沢村ら(1979)は酸用カンキツ果汁, さらにイオン交換樹脂処理したあと, 汎用型液体クロマトグラフを用いてイオン交換樹脂カラムによる分析を行っている. このとき, ユズ果汁ではクエン酸およびリンゴ酸含量はそれぞれ, 5.03%, 0.57%であった. 本研究では41産地のユズ果汁を搾汁後水で抽出したものをを用いて測定を行ったが, その測定平均値はそれぞれ4.08%と0.68%であり, 沢村ら(1979)の結果と近似していた. このことは, 水希釈液についてODSカラムを用いたHPLC分析定量値の妥当性を示すものといえよう.

本法で分析したクエン酸およびリンゴ酸含量の和は, 既報(Sawamuraら, 2001)での滴定酸度に比べ, 0.9~1.4%高い値となっている. ユズ果汁の水希釈液には遊離酸と結合酸が存在する. 本法ではHPLCの移動相に0.2%メタリン酸を使用しているために, HPLC分析時には結合酸が遊離し, 定量値は総酸を示すことになる. このために, 滴定酸度に比べてやや高い値となったものと考えら

れる.

還元型アスコルビン酸

還元型アスコルビン酸含量の全国平均値は25.8 mg/100 gであった. No. 38の試料は特に高く68.1 mg/100 gであった. また, No. 11およびNo. 33の試料もそれぞれ52.6, 48.2 mg/100 gであった. 一方, 20 mg/100 g未満の試料は11点あった. 特に, No. 21, No. 7, No. 26の試料では10 mg/100 g前後と低かった.

考 察

本HPLC法による糖, 有機酸および還元型アスコルビン酸の定量では, 果汁被検液は搾汁液をろ過した後, 水希釈液を直接分析に供するものである. 標準添加法における検討では, 搾汁果汁に化合物を添加する理由から, 基準試料No. 2の果汁濃度は10倍に希釈されている. これに加えられた糖, 有機酸および還元型アスコルビン酸の添加量は搾汁原液における濃度域を想定した量とした. すなわち, 標準添加法における被検試料において, 添加物量が搾汁中の濃度と約10倍の開きがあるのは, 実際の分析に即した定量法を目的としているためである.

著者ら(Sawamuraら, 2001)は, 全国のユズ精油に関してガスクロマトグラフ-質量分析法(GC-MS)による同位体比分析法を開発した. すなわち, ユズ精油中に共通して存在する10種類のモノテルペン化合物の分子量ピーク(*m/z* 136)とその同位体ピーク(*m/z* 137)の強度比を測定することにより, 種類および生育環境の違いを数量化しうるものである. この方法によれば, 産地識別をスコア別に行うことが可能となる. スコア数と市場評価との関係を見ると, 高い市場評価のある産地は高いスコア数をもつ傾向にあった. しかし, スコア数と化学量論的に表された品質成分との関連性については不明である. 一般に, 糖および酸含量は果汁の重要な品質決定因子である. そこで以前に得たユズ精油の10個のモノテルペン炭化水素の同位体分析におけるスコア(Sawamuraら, 2001)と, 今回HPLCで得た主要な糖, 有機酸およびアス

Table 2. Coefficient of determination between the discriminative scores of isotope ratios of yuzu essential oils and the contents of sugars, organic acids and ascorbic acid of yuzu juices.

Components	R^2
Glucose	0.338
Fructose	0.086
Sucrose	0.002
Sugar total	0.054
Citric acid	0.085
Malic acid	0.102
Formic acid	0.016
Ascorbic acid	0.003

コルビン酸含量のそれぞれの分析値との相関を調べた。その結果を第2表に示す。決定係数 R^2 はいずれの因子でもきわめて低く無相関と考えられた。すなわち、ブドウ糖で 0.338, 果糖で 0.086, ショ糖で 0.002, それらの糖の合計量で 0.054 であった。ブドウ糖で比較的高い値を示したものの、同位体比との関連性はほとんどないものと考えられる。一方、クエン酸で 0.085, リンゴ酸で 0.102, ギ酸で 0.016 であり、また、還元型アスコルビン酸で 0.003 であった。これらの一般的な品質決定因子は熟度、産地、貯蔵条件など種々の条件により変動するため、産地特性または産地識別因子とするのは難しいと考えるのが一般的である。これに対して、生体成分の同位体比分析は一般成分分析とは異なる次元のものである。今回の解析結果から、同位体比分析値と一般成分(糖, 有機酸, アスコルビン酸)値との相関がないことが明らかとなった。これは同位体比データの独立性を示唆するものと考えられる。

摘 要

41産地のユズ搾汁の水希釈液について、あらかじめ標準添加法で求めた補正係数を用いて、糖, 有機酸およびアスコルビン酸含量のHPLCによる定量を行った。糖分析において、ブドウ糖, 果糖, ショ糖について分別定量した。41産地の糖含量は0.57~3.21%であり、全国平均値は1.76%であった。有機酸分析では8種類の有機酸が11産地のユズ果汁から検出された。主要酸はクエン酸で2.97~4.75%であった。次いで、リンゴ酸が0.21~1.00%であった。還元型アスコルビン酸含量は8.8~68.1 mg/100 gであった。全試料の平均値は25.8 mg/100 gであった。

引用文献

- 藤原孝之・坂倉 元・伊藤 寿. 1999. 高速液クロマトグラフィーによる果実搾汁液の糖分析における簡易試料調製法. 日食工誌. 46: 81-88.
- 岩政正男. 1976. 柑橘の起源と進化. 柑橘の分類. p. 9-40. 柑橘の品種. 静岡県柑橘農業協同組合連合会. 静岡.
- 小曾戸和夫. 1978. 試験および検査. p. 446-479. 日本果汁協会編. 果汁・果実飲料事典. 朝倉書店. 東京.
- Njoroge, S. M., H. Ukeda, H. Kusunose and M. Sawamura. 1994. Volatile components of Japanese yuzu and lemon oils. *Flavour Fragr. J.* 9: 159-166.
- Njoroge, S. M., H. Ukeda and M. Sawamura. 1996. Changes in the volatile composition of yuzu (*Citrus junos* Tanaka) cold-pressed oil during storage. *J. Agric. Food*

- Chem.* 44: 550-556.
- 佐々木弘子. 2000. 糖および糖アルコールの分別定量法. p. 111-117. 新食品分析ハンドブック. 菅原龍幸・前川昭男編. 建帛社. 東京.
- 佐々木弘子・青柳康夫. 2000. 有機酸の分別定量. p. 242-243. ビタミンC. p. 233-239. 新食品分析ハンドブック. 菅原龍幸・前川昭男編. 建帛社. 東京.
- 沢村正義. 2000. 日本ユズ精油の特性と活性作用. *Aroma Research* 1: 14-19.
- Sawamura, M., T. Ito, A. Une and H. Ukeda. 2001. Isotope ratio by HRGC-MS of *Citrus junos* Tanaka (yuzu) essential oils: *m/z* 137/136 of terpene hydrocarbons. *Biosci. Biotech. Biochem.* 65: 2622-2629.
- 沢村正義・黒岩範久・栗山敏直・楠瀬博三. 1996. ユズと無核ユズの果実特性について. *食品工誌.* 33: 773-778.
- 沢村正義・楠瀬博三. 1979. 酸用カンキツの有機酸および糖について. *日食工誌.* 11: 503-507.
- Shaw, P. E. and C. W. Wilson III. 1983. Organic acid in orange grapefruit and cherry juices quantified by high-performance liquid chromatography using neutral resin or propylamine columns. *J. Sci. Food Agric.* 34: 1258-1288.
- Shinoda, N., M. Shiga and K. Nishimura. 1970. Constituents of yuzu (*Citrus junos*) oil. *Agric. Biol. Chem.* 34: 234-242.
- Song, H. S., M. Sawamura, T. Ito and H. Ukeda. 1999. Chemical compositions of the volatile part of yuzu (*Citrus junos* Tanaka) peel cold-pressed oils from Japan and Korea. *Flavour Fragr. J.* 14: 383-389.
- Song, H. S., M. Sawamura, T. Ito, K. Kawashimo and H. Ukeda. 2000. Quantitative determination and characteristic flavour of *Citrus junos* (yuzu) peel oil. *Flavour Fragr. J.* 15: 245-250.
- Tajima, K., S. Tanaka, T. Yamaguchi and M. Fujita. 1990. Analysis of green and yellow yuzu peel oils (*Citrus junos* Tanaka). Novel aldehyde components with remarkably low odor thresholds. *J. Agric. Food Chem.* 38: 1544-1548.
- Vandercook, E. 1977. Organic acids. p. 208-228. In: S. Nagy, P. E. Shaw and M. K. Veldhuis (eds.) *Citrus science and technology*, Vol. 1. AVI Publishing, Connecticut.
- 八巻良和. 1989. カンキツ果汁中の有機酸組成. *園学雑.* 58: 587-594.