5 摘 要

加熱重合油の栄養価について白ネズミを用い試験を行ない、つぎの結果を得た。

1) 大豆油およびアミノ油より製した熱重合油、熱酸化重合油の栄養価はいずれも原油より劣った。

2) 熱重合油と熱酸化重合油の栄養価には差があり、後者は前者に劣る。

3) 両重合油そのものとこれらのエステルを比較すると熱重合油については差がないが熱酸化重合油をエステルにすると毒性は著しくなる。

以上の結果によると、熱重合油については、エステル化後もとの重合油の栄養価の程度を推定し得るようだが、熱酸化重合油については、こうした方法は不適当と思われる。

(昭和42年9月22日受理)

文 献

- 1) E.W. Crampton *et al.*, *J. Nutrition*, **43**, 431, 533 (1951); **44**, 177 (1951); **49**, 333 (1953); **60**, 13 (1956); **62**, 341 (1957)
- 2) E.G. Perkins, F.A. Kummerow, *J. Am. Oil Chemists' Soc.*, **36**, 371 (1959)
- 3) 熊沢ら, 油化学, **14**, 167 (1965)

放射化分析による油脂中の銅の定量

平 井 久 夫

ミヨシ油脂株式会社研究所 (東京都葛飾区堀切 4-66-1)

Determination of Copper in Fats by Neutron Activation Analysis

Hisao HIRAI

Research Laboratory, Miyoshi Oil & Fat Co., Ltd. (4-66-1, Horikiri, Katsushika-ku, Tokyo)

A neutron activation method is proposed for the determination of trace quantity of copper, down to submicrogram level, in fats.

The sample and standard are irradiated for 5 hr at a neutron flux of $1.7 \times 10^{12} \text{N} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{sec}^{-1}$. The radiochemical separation consists of extraction of induced activity of ^{64}Cu in hydrochloric acid from toluene solution of the irradiated fat, followed by the anion exchange in hydrochloric acid media. The activity is finally mounted as copper (II) sulfide. The activity measurement is taken on a NaI (TI) crystal coupled with a 256 channel pulse height analyzer.

Radiochemical purity is satisfactory. The chemical yield averages 79.6%, and there is a considerable saving of time in the radiochemical work. The agreement is good for determinations of trace copper, by a colorimetric method preceded by dry ashing along with magnesium nitrate as an ashing aid, and by the neutron activation method. This method is therefore believed as giving a sound basis to the routine analytical work.

1 緒 言

銅は油脂の酸化安定性に影響を与える^{1)~5)}ため、油脂および油脂製品中の銅含有量については正確な知識が要求されている。すでに、発光分光分析法^{6), 7)}、吸光光度法^{8)~10)}、原子吸収分析法^{11), 12)}などによる油脂中の銅の定量法が報告されているが、一般に通常対象としている油脂中の銅の含有量は $10^{-6} \sim 10^{-8} \text{g/g}$ 程度の微量であるため、とくに分析操作中、油脂の分解方法あるいは油脂から銅の酸水溶液などによる抽出方法など、測定前の処理方法に問題がある。近時、放射化分析法が各種試料中の不純物の定量に広く採用されているが、本法は検出感度

が非常に高く^{13), 14)}、またとくに生体、食品などの試料に対しては Szilard-Chalmers 効果が予想され^{15), 16)}、また試薬などによる汚染の影響を考慮する必要がまったくないため油脂試料の分析方法としてすぐれた方法であると思われる。

硬化油については、すでに本法による Høgdahlら¹⁵⁾の報告があるが、試料種数が少なく含有銅量の多少による分析精度などについては明らかでない。また、化学的収率の測定に吸光光度法を使っているなどはん雑である。

本実験では分析試料として、脱金属処理ミリスチン酸に所定量の銅を加えて調製したいくつかの既知試料と市

販硬化油（銅系触媒使用）について放射化分析を行ない、さらに比較の目的と日常的分析方法を確立するために同一試料について乾式灰化法による吸光光度分析も並行して行なった。その結果両方法の測定値の間にかなり良い一致がみられ、とくに放射化分析法は銅量の少ない試料についてもすぐれた結果を示した。また、乾式灰化法による吸光光度法も日常的分析法として使用しうることがわかったので、それらについて報告する。

2 実 験

2.1 銅の核的性質

銅の核的性質は Table-1 のとおりである。

2.2 試 薬

試料の調製および放射化分析に使用した試薬

蒸留水（イオン交換水を硬質ガラス製蒸留器で再蒸留）
塩酸（和光純薬工業（株）製精密分析用試薬）
硝酸（和光純薬工業（株）製精密分析用試薬）
硫酸（和光純薬工業（株）製精密分析用試薬）
発煙硝酸（(株) 三共化学工業所製特級試薬）
過酸化水素（三菱江戸川化学（株）製特級試薬）
メタノール（東京化成工業（株）製特級試薬を再蒸留）
トルエン（和光純薬工業（株）製クロマトグラフィー用試薬）

エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム（同仁薬化学研究所製特級試薬）

吸光光度分析に使用した試薬

蒸留水、塩酸などは上記と同じものを用いた。
硝酸マグネシウム（国産化学（株）製特級試薬）；200 g を蒸留水に溶解し、1 l とする。
エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム（同仁薬化学研究所製特級試薬）；50 g を蒸留水に溶解し、1 l とする。
コンゴレッド試験紙（東洋濾紙（株）製）
アンモニア水（和光純薬工業（株）製精密分析用試薬）
クロロホルム（同仁薬化学研究所製吸収スペクトル用純溶媒）
ジエチルアンモニウムジエチルジチオカルバメート（東京化成工業（株）製特級試薬）；10 g をクロロホ

ルムに溶解し、1 l とする。

2.3 試 料

2.3.1 ミリスチン酸の脱金属処理

市販ミリスチン酸（東京化成工業（株）製一級試薬）120 g をトルエン 400 ml に溶解し、1 l 分液漏斗に移して 6 N-塩酸 80 ml ずつで 7 回抽出し、メチルオレンジ指示薬を用いて洗液が中性になるまで水洗した。ついでエチレンジアミン四酢酸二ナトリウム塩の 0.5% 水溶液 (wt/vol) 100 ml ずつで 3 回振とう抽出して、充分に水洗を行ない、溶剤と水分を水流ポンプ下に加熱 (120°C, 2 hr) して留出したのち Vioque ら¹⁷⁾ の方法に準じて、非水用イオン交換樹脂 Amberlist 15 (Rohm & Haas Co., 製) による脱金属処理を行なった。すなわち、充分に前処理した樹脂 70 g を 2.2 cm φ の硬質ガラス製カラムに充てんし、これにミリスチン酸のトルエン-メタノール溶液 (トルエン 200 ml, メタノール 200 ml) を注加し、1 ml/15 min の速度で流出し、溶剤を留去して脱金属ミリスチン酸 113 g を得た。

なお、ガスクロマトグラフィーによる脂肪酸組成はミリスチン酸 97.3%, ラウリン酸 2.7% である。

2.3.2 硬化油

銅系触媒による市販硬化油, mp 27°C, A.V. 1.1.

2.3.3 標準銅溶液

あらかじめ酸洗いし、清浄にした電解銅 0.1001 g を精ヒョウし、1:1 硝酸水溶液 2 ml を加えて溶解したのちメスフラスコを用い、蒸留水を加えて 100 ml とした。ついで、その 5 ml を 100 ml に希釈し、さらにその 5 ml をメタノールを用いて 250 ml とし、1 μg/ml の標準銅メタノール溶液を調製した。

なお、下記の中性子照射における標準銅試料のための 20 mg/ml, 100 μg/ml の標準銅溶液はつぎのようにして調製した。すなわち、電解銅 1.0008 g を精ヒョウし、1:1 硝酸水溶液 10 ml を加え加熱溶解し、蒸留水で 50 ml に希釈した (20 mg/ml)。ついでその 5 ml を採取し 1 l に蒸留水で薄めて銅量 100 μg/ml の標準溶液を調製した。これらの調製はすべて 27~29°C の室温下に行なった。

2.3.4 分析試料

脱金属処理ミリスチン酸（以下脱金属ミリスチン酸と略記）および硬化油 30~40 g をそれぞれ 100 ml ナシ型フラスコに精ヒョウし、これに 2.3.3 で調製した標準銅-メタノール溶液の所定量をホールピペットあるいはマイクロピペット（柴田化学器械工業（株）製）を用いて添加し、さらに添加量の少ないものについてはメタノール 20~30 ml を、また硬化油についてはア

Table-1 Nuclear data for copper.

Target nuclide	Abundance in natural element (%)	Isotopic activation cross-section (barns)	Product on neutron irradiation	Radiation and energy (MeV)	Half-life
⁶³ Cu	69.1	3.9±0.8	⁶⁴ Cu	EC; β ⁻ , 0.57 β ⁺ , 0.66 γ,	12.8 hr
⁶⁵ Cu	30.9	1.8±0.4	⁶⁶ Cu	β ⁻ , 2.6 γ,	5.1 min

セトン 25 ml を加えて加熱，溶解したのち，減圧下に溶剤を留去して，下記に示す試料を調製した。

未処理ミリスチン酸	(略記号 RM)
脱金属ミリスチン酸	(略記号 FM)
脱金属ミリスチン酸+銅 0.010 ppm 添加	(略記号 FM ₁)
脱金属ミリスチン酸+銅 0.10 ppm 添加	(略記号 FM ₂)
脱金属ミリスチン酸+銅 1.0 ppm 添加	(略記号 FM ₃)
硬化油	(略記号 HO)
硬化油+銅 0.50 ppm	添加(略記号 HO ₁)

2.4 放射化学分析

2.4.1 照 射

充分に酸洗いし乾燥させたポリエチレン棒ビン (1 cm ϕ $\times$ 3.5 cm) に各試料を約 1 g それぞれ精ヒョウし，水浴中で加温溶解したのち，ポリエチレン袋に密封した。別に標準試料として 硝酸銅水溶液 (Cu^{2+} , 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$) 0.1 ml をマイクロピペットを用いて正確に採取して，東洋濾紙 No. 5 C (9 cm ϕ) の中心に浸み込ませ，約 3 $\times$ 2.5 cm のク形に折ってポリエチレン袋に密封した。これらを同一の照射用カプセル中に封じて，東京原子力産業研究所 (株) 原子炉 (HTR) の炉心照射設備中で熱中性子束密度 $1.7 \times 10^{12} \text{ n}/\text{cm}^2/\text{sec}$ 下に 5 hr 照射し，おもに ^{64}Cu (n, γ) ^{64}Cu の核反応を行なった。

2.4.2 放射化学的分離

試料は照射後約 16 hr 後に炉より取り出し，Fig.-1 に示すように処理した。まず，50 ml 分液漏斗中にトルエンで溶解，洗浄しながら完全に洗い流し，全量を 20 ml としたのち 6 N-塩酸 10 ml と担体銅 20 mg を加え，2 min 振とうして塩酸相を 50 ml ビーカーに移す。同じ操作を有機相についてももう一度繰り返す，塩酸相を合併する。塩酸相に 30% 過酸化水素 1~2 滴加え，飛散しないように注意しながら砂浴上で約 10 ml に加熱濃縮する。

ついで，あらかじめ 8 N-塩酸で処理した Cl 型陰イオン交換樹脂 Amberlite CG 400 (Rohm & Haas Co., 製) のカラムに注加し，8 N-塩酸 30 ml，6 N-塩酸 30 ml で洗い，流出液は捨てる。つぎに，4 N-塩酸を流し，流出液に Cu^{2+} の薄黄緑色液が出始めたときただちに 2 N-塩酸に切り換え Cu^{2+} を溶離する (約 35~40 ml)。溶出液を蒸留水で 70 ml に薄め，約 60~70°C に加温して硫化水素ガスを 5~6 min 通し，沈殿を東洋濾紙 No. 5 C (9 cm ϕ) でろ過する。ろ紙は上述標準銅試料と同じく 3 $\times$ 2.5 cm に折りたたんでポリエチレン袋に密封し， r 線測定試料を調製した。

2.4.3 計 測

2.4.2 で調製した硫化銅の沈殿は RCL 社製 256 チャンネル波高分析器に 3 $\times$ 3 in 井戸型 NaI (Tl) シンチレーター (芳沢鉛工業 (株) 製) を接続して ^{64}Cu の β^+ 崩壊によって放出される 0.51 Mev の消滅 r 線 (半減期

Fig.-1 Separation pathway after irradiation.

12.8 hr) を選んで測定し，標準試料との相対測定¹⁸⁾ によって銅の定量を行なった。

2.4.4 化学的収率の測定

2.4.2 で得られた試料の化学的収率は，硝酸銅水溶液 (Cu^{2+} , 20 mg/ml) 1 ml を東洋濾紙 No. 5 C (9 cm ϕ) 上に滴下し，3 $\times$ 2.5 cm に折りたたみ，ポリエチレン袋に密封したものを標準試料とし，これを 1 週間冷却した計測済みの硫化銅試料とともに HTR の第 1 気送管で熱中性子束密度 $5.7 \times 10^{11} \text{ n}/\text{cm}^2/\text{sec}$ 下に 2 sec 放射化し，放射能の相対測定を行なって求めた。

2.5 吸光光度法

本法による銅の定量については多くの報告があるが，ここでは Borchardt ら¹⁹⁾ や Sandall²⁰⁾ の方法に準じて行なった。

2.5.1 分解

試料 5~20 g (銅量の多少によって加減する) を石英かくはん棒を備えた透明石英製分解ザラ (深さ 3 cm, 直径 9 cm) に精ヒョウし，20% 硝酸マグネシウム溶液 0.5 ml (試料量 10 g 以下のときは 0.3 ml) をピペットを用いて加える。ついで，ホットプレート上で飛散しないようにかくはんしながら徐々に加熱し，水分を蒸発させたのち，さらに昇温して 6 hr で炭化する。つぎに電気炉に移し，ときどき空気を供給しながら 4~5 hr を要して徐々に 500°C まで昇温し，さらに 4~5 hr 500~550°C に保って灰化する。灰を 5 ml の 6 N-塩酸で加熱溶解しつぎの比色操作に供する。

2.5.2 比色法

試料溶液を 50 ml スキープ形分液漏斗に移し，水で 20 ml とする。ついで，エチレンジアミン四酢酸二ナトリウム溶液 10 ml を加え，コンゴーレッド試験紙を用いて，アンモニア水で中和し，さらに 2.5 ml を過剰に

加える。

室温まで冷却し、ジエチルアンモニウムジエチルジチオカルバメート試薬 5 ml をピペットで正確に加え、KM 式万能シェーカー (株式会社イワキ製) で 2 min 振とうする。分液漏斗下部の流出管に詰めたガラスワールを通して吸光度測定用の 1 cm ガラスセルにクロロホルム溶液を移し、10 min 後に 435 m μ における吸光度を日立分光光度計 EPU-2 A 型を用いて測定する。同時に空試験を行なう。

3 結 果

定量結果を Table-2, 3 および Fig.-2 に示した。

Table-2 は放射化分析の結果であり、試料 FM', FM₂', HO' は中性子照射後、硝酸と発煙硝酸を用いた湿式分解法²¹⁾、注¹⁾によって酸化したのち Fig.-1 のイオ

Table-2 Determination of copper by neutron activation analysis.

Sample	Copper added (ppm)	Copper found (ppm)	Copper recovered (ppm)
RM	0	0.024 (av. 0.026)	—
FM	0	0.011 0.015 (av. 0.013)	—
FM'	0	0.017 0.014 (av. 0.016)	(av. 0.013)
FM''	0	0.009 0.013 (av. 0.011)	—
FM ₁	0.010	0.021 0.026 (av. 0.024)	0.011
FM ₂	0.10	0.102 0.100 (av. 0.101)	0.088
FM ₂ '	0.10	0.095 0.101 (av. 0.098)	0.085
FM ₂ ''	0.10	0.115 0.103 (av. 0.109)	0.096
FM ₃	1.0	0.93 0.93 (av. 0.93)	0.92
HO	0	0.074 0.082 (av. 0.078)	—
HO'	0	0.098 0.100 (av. 0.099)	(av. 0.086)
HO''	0	0.083 0.079 (av. 0.081)	—
HO ₁	0.50	0.58 0.54 (av. 0.56)	0.48

*1) FM', FM₂', HO' treated by the wet ashing method after irradiation.

FM'', FM₂'', HO'' treated by the dry ashing method after irradiation.

注1) 試料を 1 l の硬質ガラス製ビーカーに移し、濃硫酸 5% を含む濃硝酸 5 ml を加え、時計ガラスでおおって 300 ~ 350°C のホットプレート上で加熱した。

硝酸が蒸発したら、ビーカーをプレートより移して冷却し、濃硝酸 5 ml を加えてふたたび加熱した。この操作を 4 回繰り返して茶カッ色の残留物を得たので、発煙硝酸に切り換え、同様な操作を 6 回繰り返して微量の白色残サを得た。これに 6 N-塩酸 10 ml を加えて加熱溶解し、試料溶液を得た。

ン交換処理を行ない測定したものである。また、FM'', FM₂'', HO'' は 2.5.1 の乾式分解法によって灰化したのち、湿式分解物と同じく Fig.-1 の処理を行ない測定した値である。これらの結果から、それぞれの処理方法の間にはとくに有意差はみられないようである。

Table-3 Determination of copper by the dry ashing colorimetric method.

Sample	Copper added (ppm)	Copper found (ppm)	Copper recovered (ppm)
RM	0	0.028 0.030 0.024 0.027 (av. 0.027)	—
FM	0	0.019 0.015 0.011 0.014 (av. 0.015)	—
FM ₁	0.010	0.024 0.034 0.030 (av. 0.029)	0.014
FM ₂	0.10	0.12 0.14 0.12 (av. 0.13)	0.12
FM ₃	1.0	0.97 0.95 0.98 (av. 0.97)	0.96
HO	0	0.10 0.13 0.11 0.14 (av. 0.12)	—
HO ₁	0.50	0.66 0.73 0.70 (av. 0.69)	0.57

回収銅量は脱金属ミリスチン酸の測定銅量 0.013 ppm および硬化油についてはその測定銅量 0.086 ppm をそれぞれさし引いた値である。また、FM は試薬一級ミリスチン酸 RM を酸洗い、有機錯塩化剤抽出、イオン交換樹脂処理の各脱金属操作を行なったものであるが、元の試料の銅量 0.026 ppm が半量の 0.013 ppm に減じたにすぎないことは注目すべきことである。

Table-3 は Table-2 と同一試料について吸光度法によって得た結果である。この結果は放射化分析に比して全般的にいくぶん高い値を示している。

Fig.-2 は Table-2 および Table-3 の結果を図示したもので、両直線は最小二乗法によって描いたものである。回収銅量 (ppm) を y, 添加銅量 (ppm) を x とすると、それぞれの回帰線式はつぎのようである。

放射化分析; $y = 0.964x$

吸光光度法; $y = 1.154x$

4 考 察

この種の試料に対する放射化分析の有利性は Szilard-Chalmers 効果の応用である。これは、放射性核種の反跳エネルギーは通常の化学結合エネルギー 1~5 eV に対

Fig.-2 Comparison of activation analysis and the colorimetric method.

して 100~1000 eV(20~200 の質量をもつ原子)の高いエネルギーであるため¹⁶⁾, ^{64}Cu は酸性水溶液によって容易に抽出されることを利用したものである。しかし, Brune¹⁶⁾の実験結果をみると必ずしも 100%の回収率を得ることはむずかしいようである。本実験の結果では, 通常の塩酸抽出法, 濃硝酸+発煙硝酸による湿式分解法, 酸化助剤として硝酸マグネシウムを用いた乾式灰化法のそれぞれの間に有意差は認めがたく, 一応試料中に存在している銅のほとんどが抽出されているように考えられる。このように, 本放射化分析においては汚染除去に塩酸抽出法を有効に利用できるが, 他の分析方法においては酸抽出によって目的金属を定量的に抽出することはむずかしい。

なお, 放射化分析には, 放射線源が使用されるため実験場所などが限定され, 日常の分析法としては一般的ではない。そこで, 吸光光度法による測定もあわせて検討した。吸光光度法は古くから広く行なわれており, 分析精度が高い²²⁾などすぐれた方法であるが, なんらかの方法で試料を分解して吸光度測定用溶液を調製しなければならない。通常, 湿式分解法が最も一般的に採用されているが^{19), 23)}, 試薬による汚染などの問題がある¹⁹⁾。

過塩素酸+強酸法は所要酸量少なくして, 効果的に分解できるため, 広く用いられているが, 爆発などの危険性が伴うため Sandell²⁰⁾は日常の分析法としての使用を避けるように勧めている。本実験の Table-2 で示した Middleton ら²¹⁾の濃硝酸+発煙硝酸法は分解に 4~5 hr を要する程度で, 油脂の分解方法として最も適したものの一つと考えられるが無銅発煙硝酸の入手は容易でなく, 本実験のように 1 ppm 以下の微量銅を対象とする場合には薬品による銅の混入が多く, 定量は困難である(放射化分析では試薬などによる汚染の影響はほとんど無視できる)。

一方, 乾式灰化法による場合は揮発や容器への吸着の

ため, 再現性に乏しい^{24)~27)}。本実験では灰化に先立ち, 硝酸マグネシウム水溶液を油脂採取量 10 g 以下の場合 0.3 ml を, また 10 g 以上の場合 0.5 ml を加えて徐々にホットプレート上で加熱し, ついで鉄製パーナーで加熱し, smoke off して炭化したのち電気炉中で十分に空気を供給しながら徐々に加熱して 500~550°C で灰化した。このようにして得られた値は Table-3 にみられるようになりに良い精度を示し, 放射化分析値との一致も満足すべきものである。したがって, 本乾式灰化-吸光光度法は常用分析法として, 価値ある方法といえよう。

なお, 銅量の少ない試料については添加銅量とやや違った値を示しているが, 試料採取量を大とし, 灰化中の汚染などに多くの注意を払う必要がある。これは, 本法の難点といえよう。

放射化分析において, ここでは Kraus ら²⁸⁾や Pfriepfer ら²⁹⁾のイオン交換分離法を準拠して Cl 型陰イオン交換樹脂によるカラムクロマトグラフィーを行なった。本法による最終の ^{64}Cu の γ スペクトルは標準試料のそれと完全に一致しており, 汚染除去は充分に行なわれている。また carrier の収率は平均 79.6% であった。また, 本放射化学分離に要する時間は約 20~30 min であり, 迅速に行なえる。

化学的収率の測定は再放射化法をとったが, この場合は γ 線計測によって容易に結果が得られ, 化学操作を含まないため最も簡便な方法といえる。ただ, 照射や計測に伴う誤差^{18), 30)}が多少はいってくることは避けられない。

なお, 放射化分析において, 測定値に影響する因子として担体銅添加までの損失, 中性子束の不均一性, 自己しゃへい(遮蔽), 統計的な変動, 測定における幾何学的な変動など^{18), 30)}があげられており, これらについては充分注意を払った。しかし, 必然的な誤差として統計的な変動, 中性子束密度の不均一性, 測定における幾何学的な変動などが伴う。放射化分析における誤差は対象とする試料の種類や照射条件などによって異なってくるが, 通常 10%前後が示されている^{9), 14), 18), 29)}。

以上, 本実験の結果からつぎのようなことがいえる。

放射化分析はとくに 0.01 ppm 程度の微量銅の分析に適している。

また, 酸化助剤として硝酸マグネシウムを用いる乾式灰化-吸光光度法は, ジエチルアンモニウムジエチルジチオカルバメート試薬抽出溶液中の銅量が 0.75 $\mu\text{g}/5\text{ ml}$ 以上になるような条件下で測定すればかなり良い結果が得られる。

また, 放射化分析において, 照射試料についての塩酸抽出, 湿式分解, 乾式灰化の各方法の間に有意差は認められなかった。

終わりに本研究に御懇切なる御指導をいただいた千葉大学工学部分析化学教室, 黒田太郎教授ならびに東京原子力産業研究

所放射線応用第 1 課, 中井重次課長および有馬省一氏に感謝します。また, 本研究の発表を許可されたミヨシ油脂株式会社に感謝の意を表します。

(昭和 42 年 9 月 30 日受理)

文 献

- 1) A.E. King, H.L. Roschen, W.H. Irwin, *Oil and Soap*, **10**, 105, 204 (1933)
- 2) N.W. Ziels, W.H. Schmidt, *Oil and Soap*, **22**, 327 (1945)
- 3) K.S. Markley, W.H. Goss "Soybean Chemistry and Technology" (1944), Chemical Publishing Co., Brooklyn, N.Y.
- 4) E.T. Denisov, N.M. Emanuel, *Zhur. Fiz. Khim.*, **30**, 2499 (1956)
- 5) S.S. Kondratenko, Y. Pokorniy, G. Tanicek, *Maslo-zhir. Prom.*, **33**, 8 (1967)
- 6) R.T. O'Connor, D.C. Heinzelman, M.E. Jefferson, *J. Am. Oil Chemists' Soc.*, **24**, 185 (1947); *ibid.*, **25**, 408 (1948)
- 7) E.H. Melvin, J.E. Hawley, *J. Am. Oil Chemists' Soc.*, **28**, 346 (1951)
- 8) D.C. Abbott, R.D.A. Polhill, *Analyst*, **79**, 547 (1954)
- 9) A. Vioque, *Mikrochim. Acta.*, 804 (1956)
- 10) 油化学, **14**, 373 (1965)
- 11) J.B. Willis, *Australian J. Dairy Technology*, **19**, 70 (1964)
- 12) W.W. Turner, *J. Am. Oil Chemists' Soc.*, **44**, 129 (1967)
- 13) W.W. Meinke, *Science*, **121**, 177 (1955)
- 14) H.J.M. Bowen, *International J. Applied Radiation and Isotopes*, **4**, 214 (1959)
- 15) O.T. Høgdahl, S. Melson, *Anal. Chem.*, **38**, 1414 (1966)
- 16) D. Brune, *Anal. Chem. Acta.*, **34**, 447 (1966)
- 17) A. Vioque, T. Albi, M.A. Albi, *Fette-Seifen Anstreichmittel*, **68**, 303 (1966)
- 18) C.E. Crouthamel "Applied Gamma-Ray Spectrometry" (1960), Pergamon Press, Ltd., England
- 19) L.G. Borchardt, J.P. Butler, *Anal. Chem.*, **29**, 414 (1957)
- 20) E.B. Sandell "Colorimetric Determination of Trace of Metals" 3rd ed. (1959), Interscience, N.Y.
- 21) G. Middleton, R.E. Stuckey, *Analyst*, **79**, 138 (1954)
- 22) 村上 "実験化学講座 23, 生物化学 I" p. 549 (1957), 丸善, 東京
- 23) T.T. Gorsuch, *Analyst*, **84**, 135 (1959)
- 24) A.A.D. Comrie, *Analyst*, **60**, 532 (1935)
- 25) L.F. Bailey, J.S. McHargue, *Plant Physiol.*, **20**, 79 (1945)
- 26) J.G. Maltby, *Nature*, **160**, 468 (1947)
- 27) F. Bamford, *Analyst*, **59**, 101 (1934)
- 28) K.A. Kraus, F. Nelson "Anion Exchange Studies of the Fission Products", Proceedings of the International Conference on the Peaceful Use of Atomic Energy, vol 7, p. 113, Session 9 B 1, p. 837, United Nations (1956)
- 29) G. Pfrepper, H. Koch, *Mikrochim. Acta.*, **3**, 488 (1966)
- 30) 村上訳 "放射能利用分析入門" (1966), 産業図書

含トコフェロール濃縮物の利用に関する研究 (第 2 報)

濃縮物添加豚脂の A.O.M. 安定性と還元性物質の抗酸化性

立川 東 洋 一・竹 内 隆 啓

兵庫県工業奨励館 (神戸市須磨区行平町 3 丁目)

Studies on Utilization of Concentrate Containing Tocopherols. II.

A.O.M. Stability of Lard Adding Concentrate and Antioxidant Ability of Reducing Substances

Toyokazu TATSUKAWA and Takahiro TAKEUCHI

Industrial Research Institute, Hyogo, Pref. (Yukihira-chō, 3-chōme, Suma-ku, Kobe)

In the previous paper, the authors reported that the tocopherol concentrate composed of hydrocarbones, tocopherols, higher alcohols, fatty acid methyl esters and other components, was separated into six kind of fractions by employing TLC. It was recognized that there were two kind of reducing substances in those fractions containing hydrocarbones and other non-polar materials.

In this paper, several concentrates were prepared by mixing to the deodorized condensate from the rice bran oil (4.8% tocopherol content) with the tocopherol concentrate (42.6% tocopherol content), each fractions were prepared by means of the same method as the previous report, and two kind of fractions, one of which contained A-1 component and another contained A-2 component