

デキストリン中の還元糖分の定量分析法

この定量分析法は、デキストリンとして輸入されるでん粉分解物で、関税率表第35類注2に規定されている“ぶどう糖として計算した還元糖の含有量”を求める必要があるものに適用する。

1. 試験方法の概略 この分析法は、デキストリン(でん粉分解物)に含まれているぶどう糖、麦芽糖などの還元糖分をぶどう糖として定量する場合に適用し、次の手順にしたがって行う。

- ① 水分の定量
- ② レイン・エイノン法による還元糖分の定量
- ③ ぶどう糖として計算した還元糖の含有率(%)の計算

2. 試液の調製及び力価の標定

2.1 試液の調製

(1) 標準転化糖溶液

しょ糖(試薬) 4.75 g を正確に量り取り、90 mL の水を使用して 500 mL 容メスフラスコに移し入れる。これに塩酸(比重 1.18) 5 mL を加え、20～30 °C で3日間放置したのち、水を加えて定容し、冷暗所に保存する。その 50 mL を 200 mL 容メスフラスコにとり、フェノールフタレインを指示薬として 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で中和したのち、水を加えて定容する。

これを標準転化糖溶液としてフェーリング溶液の力価の標定に用いる。

(2) 1%メチレンブルー溶液

メチレンブルー1 g を水に溶かして 100 mL とする。

(3) フェーリング溶液

A 液 : 硫酸銅($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 34.639 g を水に溶かして 500 mL とし、2日間放置後ろ過する。

B 液 : 酒石酸カリウムナトリウム($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) 173 g と水酸化ナトリウム 50 g を水に溶かして 500 mL とし、これを2日間放置後ろ過する。

2.2 フェーリング溶液の力価の標定 フェーリング溶液 A 液 5.0 mL 及び B 液 5 mL を 200 mL 容三角フラスコにとり、50 mL 容ビュレットを用いて標準転化糖溶液 19.5 mL を加える。電熱器上で2分間沸とうさせたのち、メチレンブルー溶液 4 滴を加え、煮沸しながら標準転化糖溶液を滴下し、青色が消失したところを終点とする。滴定は沸とうし始めてから3分以内に終了する。この滴定を3回行い、その平均値を求める⁽¹⁾。

力価は次式により求められる。

$$\text{力価}^{(2)} = \frac{20.36}{A}$$

ただし、A : 消費した標準転化糖溶液の量(mL)

注1) 3回の平均値を滴定値とするが、各滴定値の差は0.1 mL 以内とする。

注2) 力価は小数点以下第4位を四捨五入し、 1 ± 0.02 の範囲内におさめる。

3. 試料の調製 分析試料は、試料の性状に応じて、次により調製する。

3.1 固体試料 粉末又は結晶状とし、塊がある場合は砕き、よく混合する。

3.2 液体試料 液体中に結晶又は塊状物が析出している場合には、密閉容器に入れ、60～70 °C の水浴中に浸せき

して溶解し、よく振り混合したのち室温に冷却する。

4. 水分の定量 水分の定量は、試料の性状により、次の方法で行う。

4.1 固体試料 3. で調製した均一試料 約 2 g をあらかじめ恒量にしたひょう量びんに正確に量り取り、真空乾燥器で 70 °C、4 時間乾燥する。次にデシケーター中で室温まで放冷したのち、重量を量る。更に、1 時間ずつ真空乾燥を繰り返して、減量が 2 mg 以下の変化になった時を恒量に達したとみなす。

4.2 液体試料 乾燥助剤として、あらかじめひょう量びんに海砂⁽³⁾を約 15 g とりひょう量びんに入る程度のガラス棒とともに 105 °C の乾燥器中で乾燥して恒量を求める。次に、3. で調製した均一試料を固形分として約 2 g に相当する量を正確に量り取り、必要があれば少量の水を全体が浸るまで加え、時々ガラス棒でかき混ぜながら水浴上で加熱して大部分の水を揮散させる。さらに、105 °C の乾燥器内で時々かき混ぜ、ほとんど乾燥するまで乾かしたのち、真空乾燥器に移し、70 °C で 4 時間乾燥する。デシケーター中で室温まで放冷したのち重量を量る。1 時間ずつ真空乾燥を繰り返して恒量を求める。減量が、2 mg 以下の変化になった時を恒量に達したとみなす。

注 3) 海砂の代わりにセライト(けいそう土)を用いることができるが、この場合は約 5 g とする。

4.3 水分の計算 試料中の水分は、次式により算出する。数値は小数点以下第 2 位を四捨五入する。

$$\text{水分(\%)} = \frac{W_0 - W_1}{W_0} \times 100$$

ただし、 W_0 : 試料の採取量(g)

W_1 : 乾燥後の試料の重量(g)

5. 還元糖分の定量

5.1 検液の調製 3. で調製した均一試料 約 10 g⁽⁴⁾を正確に量り取り、水に溶かして 500 mL 容メスフラスコに移し入れ、水を加えて定容し検液とする。

注 4) デキストリン中の還元糖分がぶどう糖として約 10% の場合の試料採取量の目安である。

5.2 滴定操作 フェーリング溶液 A 液 5.0 mL 及び B 液 5 mL を 200 mL 容三角フラスコに採り、50 mL 容ビュレットを用いて、5.1 で調製した検液 15 mL を加え、2.2 の要領にしたがって滴定し、これを予備滴定とする。

更に同様にして、予備滴定で得た滴定数より約 1 mL 少ない量の検液を加え、2.2 の要領にしたがって滴定する。

ここで得た検液の消費量にフェーリング溶液の力価を乗じ、この数値から 6. レイン・エイノン糖量表(ぶどう糖)を用いて還元糖濃度(mg/100mL)をぶどう糖として求める。

5.3 還元糖分の計算 試料の乾燥状態におけるぶどう糖として計算した還元糖の含有量は次式により算出する。

数値は小数点以下第 2 位を四捨五入する。

$$\text{DE(\%)} = \frac{Ds}{2(100 - M)S} \times 100$$

DE(%) : 試料の乾燥状態におけるぶどう糖として計算した還元糖の含有量(%)

Ds : 6. レイン・エイノン糖量表(ぶどう糖)を用いて求めた検液 100 mL 中のぶどう糖量(mg)

M : 4. でひょう量した試料の水分(%)

S : 5.1 でひょう量した試料の採取量(g)

6. レイン・エイノン糖量表(ぶどう糖)

(別表)

糖液 所要量 (mL)	糖類	糖液 所要量 (mL)	糖類
	ぶどう糖 mg/100mL		ぶどう糖 mg/100mL
15	327	33	152.4
16	307	34	148
17	289	35	143.9
18	274	36	140
19	260	37	136.4
20	247.4	38	132.9
21	235.8	39	129.6
22	225.5	40	126.5
23	216.1	41	123.6
24	207.4	42	120.8
25	199.3	43	118.1
26	191.8	44	115.5
27	184.9	45	113
28	178.5	46	110.6
29	172.5	47	108.4
30	167	48	106.2
31	161.8	49	104.1
32	156.9	50	102.2

7. 参考文献

- (1) 浜口栄次郎、桜井芳人編：シュガーハンドブック 朝倉書店（1964）
- (2) 中村道徳、鈴木繁男編：澱粉科学ハンドブック 朝倉書店（1976）
- (3) 日本食品工業学会食品分析法編集委員会編：食品分析法 光琳（1982）
- (4) International Organization for Standardization: ISO 5377-1981, ISO 5381-1983
- (5) Official Method of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists（1980）