

米粉とでん粉誘導体調製品中の米粉の定量分析法

この分析法は、米粉とでん粉誘導体からなる調製品中の米粉の含有量の定量をする方法である。

1. 試験方法の概略 この分析法は、米粉とでん粉誘導体からなる調製品中の窒素をケルダール法又は燃焼法（改良デュマ法）で定量し、原料米粉及び原料でん粉誘導体⁽¹⁾の窒素量との比較により分析試料中の米粉含有割合を算出するものである。

注1) 原料でん粉誘導体の定性は、税関分析法「でん粉誘導体の分析法」により実施されたい。

2. 試薬及び機器 機器は、ケルダール法又は燃焼法（改良デュマ法）を基とした自動窒素測定装置を用いる。使用する試薬及びその調製法は、各自動窒素測定装置のマニュアルに従うものとする。

3. 測定操作 ケルダール法又は燃焼法（改良デュマ法）によるものとする。

3.1 ケルダール法による方法

3.1.1 分解 分析試料約1g、原料米粉約1g及び原料でん粉誘導体約2gをそれぞれ異なる薬包紙に正確に量り取り、試料を包むように薬包紙を折りたたみ、それぞれを異なる分解管に入れる。また、ブランクとして薬包紙のみを入れた分解管も用意する。

各分解管に、分解促進剤を加えた後、濃硫酸10mLを加え、突沸に注意しながら徐々に過酸化水素水10mLを加える。

これらの分解管をケルダール分解装置にセットする。分解温度と分解時間の条件は、標準試料として試薬特級のトリプトファンを使用した際の窒素の回収率が98%以上100%以下であることを確認して決定する。

《分解温度と分解時間の検討事例》

(一次) 200 °C (20 min)

(二次) 420 °C (110 min)

3.1.2 蒸留・滴定 使用する機器のマニュアルに従い分析試料、原料米粉及び原料でん粉誘導体中の窒素量を求める。

分析試料、原料米粉及び原料でん粉誘導体中の窒素含有割合は、次式により算出する。

$$\text{窒素含有割合 (\%)} = \frac{Q}{M} \times 100$$

ただし、Q：試料中の窒素量 (mg)

M：試料採取量 (mg)

3.2 燃焼法（改良デュマ法）による方法

3.2.1 検量線の作成 エチレンジアミン四酢酸ナトリウム（純度99.0%以上で窒素含有率が記載されたもの）を、窒素量として約0.2mgから30mgの範囲で20点程度をすず箇に正確に量り取り、燃焼法（改良デュマ法）を基とした自動窒素測定装置により窒素ガスのピーク面積値を求める。得られたピーク面積値を、採取したエチレンジアミン四酢酸ナトリウム中の窒素量に対してプロットし、検量線を作成する（グラフ参照）。

3.2.2 標準品の測定 試薬特級のL-リジン塩酸塩150mgをすず箇に正確に量り取り、燃焼法（改良デュマ

法) を基とした自動窒素測定装置により窒素ガスのピーク面積値を求める。3.2.1 で作成した検量線から採取したL-リジン塩酸塩中の窒素量を算出し、窒素の回収率が98 %以上100 %以下であることを確認する。

3.2.3 試料の測定 分析試料、原料米粉及び原料でん粉誘導体各々約200 mgをそれぞれ異なるすず箔に正確に量り取り、燃焼法(改良デュマ法)を基とした自動窒素測定装置により窒素ガスのピーク面積値を求める。3.2.1で作成した検量線から採取した試料中の窒素量を算出する。

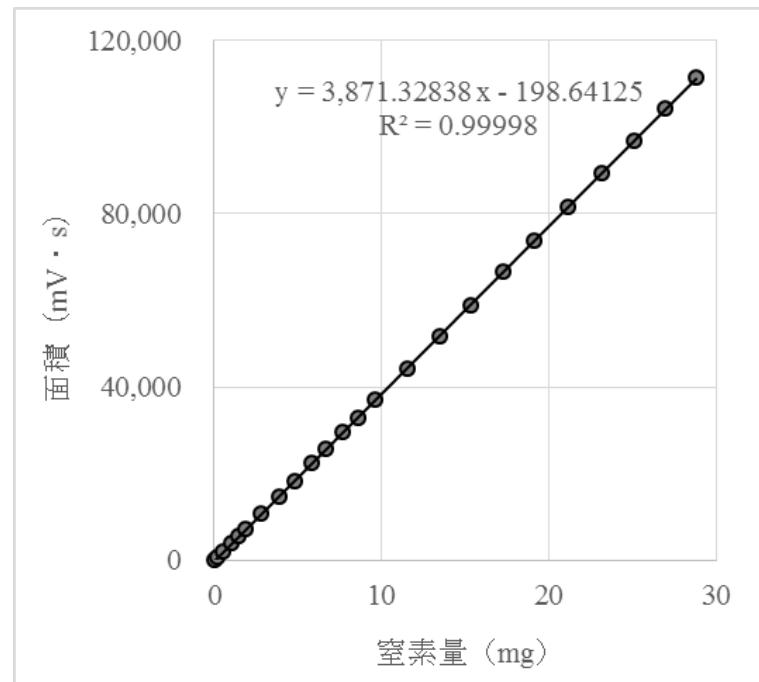
分析試料、原料米粉及び原料でん粉誘導体中の窒素含有割合は次式により算出する。

$$\text{窒素含有割合 (\%)} = \frac{Q}{M} \times 100$$

ただし、Q：検量線より求めた試料中の窒素量 (mg)

M：試料採取量 (mg)

EDTA 重量 (mg)	窒素量 (mg)	面積 (mV · s)
0	0	3.85947
2.15	0.2058	785.67701
5.71	0.5459	2058.34186
10.52	1.0086	3825.33757
15.16	1.4624	5640.17246
19.74	1.8744	7164.46741
29.70	2.8389	10831.27921
40.66	3.8800	14779.19052
50.28	4.8244	18406.18057
61.12	5.8646	22413.47790
69.83	6.6901	25586.03918
80.41	7.7157	29552.43006
89.68	8.5972	32957.85916
100.63	9.6352	36949.91957
120.42	11.5496	44346.26136
140.47	13.4622	51734.41753
160.26	15.3518	59031.51808
180.16	17.2788	66512.02508
199.56	19.1426	73763.19966
220.72	21.1625	81613.27119
240.65	23.1320	89351.45296
260.81	25.0544	96903.08648
279.91	26.9096	104226.16054
299.44	28.7685	111554.97551



《参考》エチレンジアミン四酢酸ナトリウムの測定結果及び検量線

4. 水分の定量 分析試料、原料米粉及び原料でん粉誘導体各々約2 gをあらかじめ恒量にしたそれぞれ異なる秤量びんに正確に量り取り、105 °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後、重量を量る。さらに1時間ずつ105 °Cで乾燥を繰り返して、減量が2 mg以下になった時点を恒量に達したとみなす。

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。

$$\text{水分 } (\%) = \frac{M_0 - M_1}{M_0} \times 100$$

ただし、 M_0 ：試料の採取量 (g)

M_1 ：乾燥後の試料の重量 (g)

5. 米粉含有割合の計算

5.1 ドライベースにおける米粉含有割合の計算 分析試料、原料米粉及び原料でん粉誘導体の窒素含有割合及び水分を求めた後、次式によりドライベースにおける分析試料の米粉含有割合を算出する。数値は、小数点以下第2位を四捨五入する。

$$\text{ドライベースにおける米粉含有割合 } (\%) X_d = \frac{x_s - x_p}{x_r - x_p} \times 100$$

ただし、

$$x_s = \frac{100 \times N_s}{100 - W_s} : \text{ドライベースにおける分析試料の窒素含有割合 } (\%)$$

$$x_r = \frac{100 \times N_r}{100 - W_r} : \text{ドライベースにおける原料米粉の窒素含有割合 } (\%)$$

$$x_p = \frac{100 \times N_p}{100 - W_p} : \text{ドライベースにおける原料でん粉誘導体の窒素含有割合 } (\%)$$

N_s ：分析試料の窒素含有割合 (%)

N_r ：原料米粉の窒素含有割合 (%)

N_p ：原料でん粉誘導体の窒素含有割合 (%)

W_s ：分析試料の水分 (%)

W_r ：原料米粉の水分 (%)

W_p ：原料でん粉誘導体の水分 (%)

5.2 米粉の含有割合の計算 5.1により、ドライベースにおける分析試料の米粉含有割合を求めた後、次式により分析試料の米粉含有割合を算出する。数値は、小数点第2位を四捨五入する。

$$\text{米粉含有割合 } (\%) X_w = \frac{X_d \times (100 - W_p)}{X_d \times (100 - W_p) + (100 - W_r) \times (100 - X_d)} \times 100$$

6. 参考文献

- (1) 山口真奈美、熊沢 勉、関川義明：関税中央分析所報, **34**, 21 (1995)
- (2) 大西美穂子、鈴木 稔、早野弘道：関税中央分析所報, **31**, 71 (1992)
- (3) 村岡幸恵、五十嵐智大、八木潤、片山貴之：関税中央分析所報, **57**, 23 (2017)
- (4) 濬粉糖技術部会編：濬粉糖関連工業分析法 (1991)