

ノート

## 小麦粉とアセチル化タピオカでん粉からなる調製品の でん粉による混合割合の分析

山 口 真奈美\*, 熊 沢 勉\*\*, 関 川 義 明\*\*

### Determination for contents of wheat flour and acetylated tapioca starch in the wheat flour preparation by examing starch content

Manami YAMGUCHI\*, Tsutomu KUMAZAWA\*\* and Yoshiaki SEKIKAWA\*\*

\*Moji Customs Laboratory,

1 - 3 - 10, Nishikaigan, Moji - ku, Kitakyusyu - shi, Fukuoka - ken, 801, JAPAN

\*\*Central Customs Laboratory, Ministry of Finance

531, Iwase, Matsudo - shi, Chiba - ken, 271, JAPAN

Determination for contents of wheat flour and acetylated tapioca starch in the wheat flour preparation was studied by examining starch content.

Total reducing sugar content after enzymolysis of starch was determined by Lane - Eynon method and designated as glucose content.

It was found that there was correlation between glucose content of the mixture and the mixing ratio of wheat flour. This method is available for the determination for contents of wheat flour and acetylated tapioca starch in the wheat flour preparation, when each is presented

## 1 緒 言

関税率表第11類の穀粉と第35.05項の変性でん粉との調製品は、第19.01項に分類される。これらの調製品は、穀粉の混合割合が85%を超えると輸入制限品目となるため重要な分析項目の1つとなっており、混合割合を正確に定量する必要がある。

現在、穀粉と変性でん粉からなる調製品の混合割合は、窒素定量値から算出する方法が用いられている。窒素量から算出する方法は、穀粉及び変性でん粉中の少量の成分であるたんぱく質に着目した方法である<sup>1)</sup>。本実験では、小麦粉及びアセチル化タピオカでん粉の主成分であるでん粉に着目して混合割合を算出する方法を検討した。

## 2 実 験

### 2.1 試料及び酵素

#### (1) 試料

・小麦粉 (Goodman Fielder Mills Ltd. E - 241)

・アセチル化タピオカでん粉 (Goodman Fielder Mills Ltd. E - 23)

これら2種の原料 (輸入品の分析の際に原料として提示されたもの) を各種混合割合に調製し、混合物を試料とした。

#### (2) 酵素

・グルコアミラーゼ (from *Rhizopus niveus* 34.5 u/mg 生化学工業)

(Unit Definition : One unit causes the formation of 10mg of glucose from soluble starch in 30 minutes at 40℃, pH4.5)

・α-アミラーゼ (from *Bacillus subtilis* 810 u/mg 生化学工業)

(Unit Definition : One unit causes the formation of reducing sugars equivalent to 1 μ mole of glucose from soluble starch per minute at 40℃, pH6.0)

\*門司税関業務部分析部門 〒801 福岡県北九州市門司区西海岸1 - 3 - 10

\*\*大蔵省関税中央分析所 〒271 千葉県松戸市岩瀬531

## 2.2 でん粉等の定量法の概略

本実験におけるでん粉等の定量方法は次のとおりである。

小麦粉調製品 ( 1 ) 約400mg を50ml 容の三角フラスコに秤量, 20ml の水に分散させる

2N 水酸化ナトリウム水溶液4ml を加え攪拌  
45 , 15分, 化 ( 1 )

20%HCl で pH 調整

酵素溶液4ml ( グルコアミラーゼ40u/ml ,  
- アミラーゼ800u/ml , 0.2M 酢酸緩衝液 ) 45 ,  
2.5時間, 酵素分解 ( 2 )

フェノールフタレインを加え1N 水酸化ナトリウム  
水溶液 pH 調整

200ml 容メスフラスコに移し替え, 除たんぱく剤 A20ml ,  
B20ml ( 3 ) を加えて混合し, 約30分間放置

水を加えて200ml に定容

ろ過

レイン・エイノン法により総糖量をぶどう糖量として  
定量し, 調製品中の総糖量の百分率を算出  
以下, この総糖量の百分率をぶどう  
糖量 ( % ) という ( 4 )

1 でん粉量として約300 ~ 450mg を採取する。

2 化及び酵素分解の条件は, “ 酵素法による小麦粉調製品  
中のでん粉の定量 ” 2) による。

3 除たんぱく剤

A 液: 硫酸亜鉛 (  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  ) 2g を水に溶かし100ml と  
したもの。

B 液: 水酸化バリウム [  $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$  ] 1.8g を水に溶かし  
100ml としたもの。

4 定量値のぶどう糖量 ( % ) には, 小麦粉に含まれる直接還  
元糖を含む。

このぶどう糖量を混合割合の算出に用いる。直接還元糖分  
を含んだ値を用いることにより, 直接還元糖の定量を省略で  
きる。

注) “ 酵素法による小麦粉調製品中のでん粉の定量 ” 2) では, 定  
量はハーネス法で行っている。しかし, ハーネス法よりも試料  
を多く計り取れることから, 本実験ではレイン・エイノン法に  
より定量した。

## 2.3 混合割合の算出

試料の小麦粉, アセチル化タピオカでん粉及びこれらを各種  
混合割合で混合したものについて 2.2 の方法で定量したぶどう  
糖量から, 次式により混合試料中の小麦粉及びアセチル化タピオ  
カでん粉の混合割合を算出した。

計算式

$$\begin{cases} x + y = 1 \\ ax + by = c \end{cases}$$

x : 混合試料中の小麦粉の混合割合

y : 混合試料中のアセチル化タピオカでん粉の混合割合

a : 小麦粉中のぶどう糖量 ( % )

b : アセチル化タピオカでん粉中のぶどう糖量 ( % )

c : 混合試料中のぶどう糖量 ( % )

## 2.4 比較実験 ( 総窒素の定量 )

(1) 装置

MRK 自動式窒素 / たんぱく質定量装置 ( 三田村理研工業 )  
ケルダール窒素迅速分解装置 ( 三田村理研工業 )

(2) 混合割合の算出

試料の小麦粉, アセチル化タピオカでん粉及びこれらを  
各種混合割合で混合したものについて, ケルダール法によ  
り(1)の装置で定量した窒素量から, 次式により混合試料中  
の小麦粉及びアセチル化タピオカでん粉の混合割合を算出  
した。

計算式

$$\begin{cases} x + y = 1 \\ ax + by = c \end{cases}$$

x : 混合試料中の小麦粉の混合割合

y : 混合試料中のアセチル化タピオカでん粉の混合割合

a : 小麦粉中の窒素量 ( % )

b : アセチル化タピオカでん粉中の窒素量 ( % )

c : 混合試料中の窒素量 ( % )

## 3 結果及び考察

## 3.1 小麦粉調製品中の混合割合の定量

小麦粉とアセチル化タピオカでん粉の調製品としては, 混合  
割合が 83 対 17 で混合されたものが多く輸入されている。これ  
より, 83 対 17 に近い割合で試料を混合したものについて, ぶど  
う糖量を定量した。小麦粉 100% のぶどう糖量及びアセチル化タ  
ピオカでん粉 100% のぶどう糖量を定量した結果は, 小麦粉のぶ  
どう糖量 80.96% , アセチル化タピオカでん粉のぶどう糖量  
97.66% となった。この値を 2.3 式 の a 及び b に代入し, 定量  
した 4 種の混合試料のぶどう糖量を 2.3 式 の c に代入して混合  
割合を算出した。この結果を Table 1 に示す。

Table 1 Wheat flour content calculated by the equation① 【Lane-Eynon method】

Wheat flour content (actual) (%)	Acetylated tapioca starch content (actual) (%)	Glucose (%)	Wheat flour content (calculated) (%)
100	0	80.96	—
0	100	97.66	—
82.78	17.22	83.98	81.92
83.02	16.74	84.03	81.62
83.26	16.98	83.97	81.98
83.91	16.09	83.62	84.07

4種の調製品において、計算により得られた混合割合は実際の混合割合と近似した値となった。

次に、小麦粉とアセチル化タピオカでん粉の混合割合を段階的に変えた試料を調製し、ぶどう糖量を定量して、2.3式からぶどう糖量を算出した。この結果を Table 2 に示す。

Table 2 Wheat flour content calculated by the equation① 【Lane-Eynon method】

Wheat flour content (actual)(%)	Acetylated tapioca starch content (actual)(%)	Glucose (%)	Wheat flour content (calculated)(%)	Difference (%)
100	0	80.11	—	—
0	100	96.16	—	—
90.42	9.58	81.55	91.03	+0.61
80.02	19.98	83.39	79.56	-0.54
69.71	30.29	85.15	68.60	-1.11
61.94	38.06	86.08	62.08	+0.86
100	0	80.28	—	—
0	100	97.71	—	—
49.31	50.69	89.29	48.31	-1.00
39.75	60.25	90.88	39.19	-0.56
30.02	69.98	92.45	30.18	+0.16
20.19	79.81	94.03	21.11	+0.92

上段の表と下段の表とでは、実験を行った部署が異なる。

実際の混合割合と計算により得られた混合割合との差は約1%以内であり、小麦粉の混合割合が約20%から約90%までの広い範囲において両者は近似した値となることがわかった。

をプロットすると両者の間には相関性が認められた。Fig.1に示すように小麦粉の混合割合が90～60%については相関係数  $r = -0.99978$  : 50～20%については相関係数  $r = -0.99982$  となり良好な直線関係が得られた。

Table 2の結果をもとに、実際の小麦粉の割合とぶどう糖量

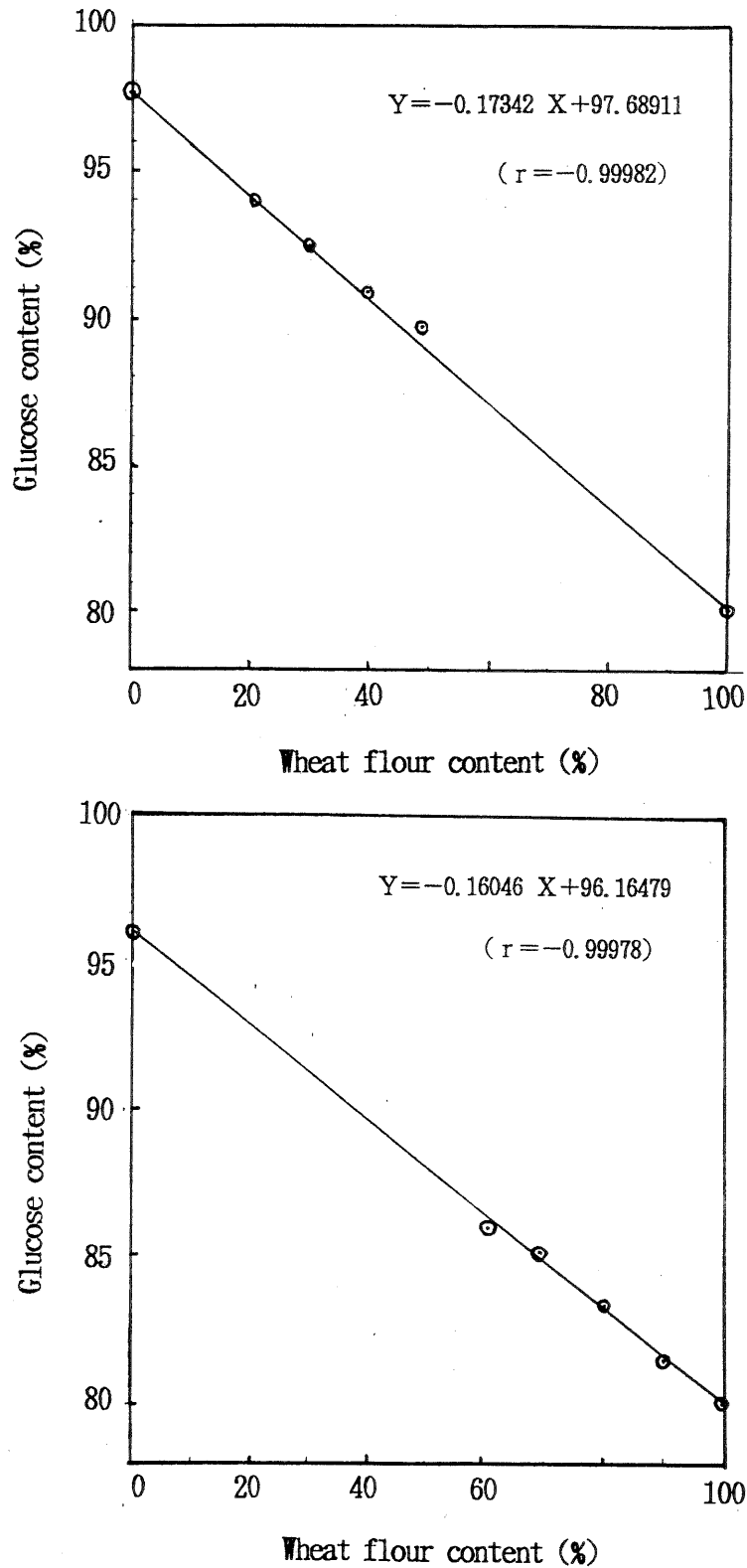


Fig. 1 Relationship between wheat flour content and glucose content in mixture  
【Lane Eynon method】

次に、実際の小麦粉の混合割合と計算によって得られた混合割合をプロットすると、両者の間にも相関性が認められた。

Fig.2に示すように、相関係数  $r=0.99954$  となり良好な直接関係が得られた。

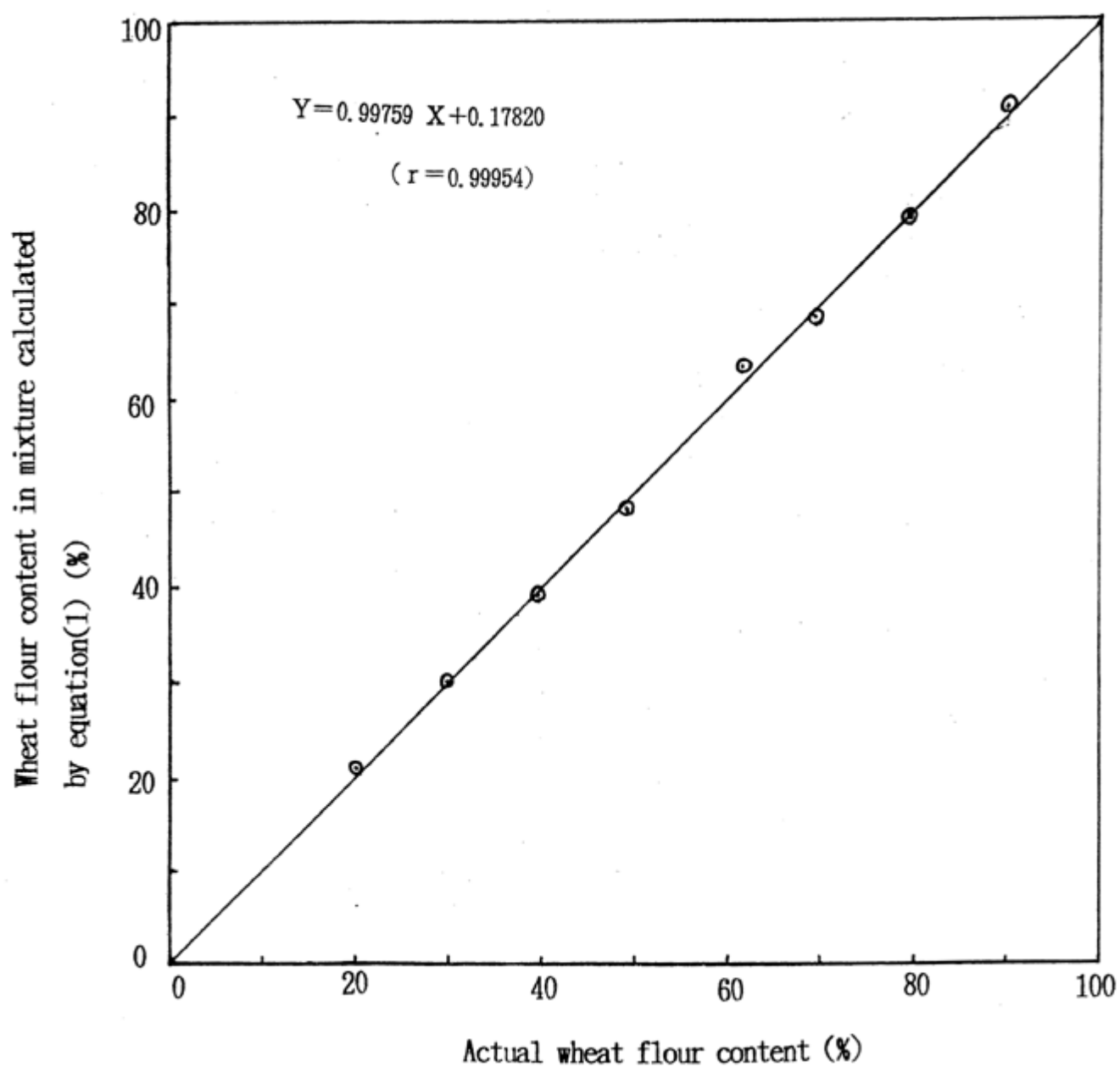


Fig.2 Relationship between actual wheat flour content and wheat flour content in mixture calculated by the equation 【Lane Eynon method】

## 3.2 窒素量から算出する方法との比較実験

現在用いられている窒素定量値から算出する方法とぶどう糖量から算出する方法とを比較するために、小麦粉とアセチル化タピオカでん粉を 83 対 17 の割合に調製したものの窒素量を定

量して、混合割合を 2.4(2) の式より算出した。この結果を Table 3 に示す。窒素量は 2.4(1) のケルダール自動窒素 / たんぱく質定量装置で定量した。

Table 3 Wheat flour content calculated by the equation② 【Kjeldahl method】

Wheat flour content (actual) (%)	Acetylated tapioca starch content (actual) (%)	Nitrogen (%)	Wheat flour content (calculated) (%)
100	0	1.536	—
0	100	0.015	—
81.97	18.03	1.254	81.46
82.95	17.05	1.286	83.56
83.50	16.50	1.266	82.25
84.27	15.73	1.276	82.91
51.04	48.96	0.746	48.98

レイン・エイノン法を用いてぶどう糖量から算出したときの結果 (Table 1) と、ケルダール法を用いて窒素量から算出し

た結果 (Table 3) を比較すると、Table 4 に示すとおりとなる。

Table 4 Comparison of wheat flour content by Lane-Eynon method and by Kjeldahl method

Lane-Eynon method			Kjeldahl method		
Wheat flour content (actual)(%)	Wheat flour content (calculated)(%)	Difference (%)	Wheat flour content (actual)(%)	Wheat flour content (calculated)(%)	Difference (%)
82.78	81.92	-0.86	81.97	81.46	-0.51
83.02	81.62	-1.40	82.95	83.56	+0.61
83.26	81.98	-1.28	83.50	82.25	-1.25
83.91	84.07	+0.16	84.27	82.91	-1.36
			51.04	48.98	-2.06

実際の小麦粉の混合割合と計算値との差を比べてみると、ぶどう糖量から算出した場合と、窒素量から算出した場合とでは、

定量値の誤差という点では有意差は認められない。

### 3.3 調製品中の水分についての考察

本実験では、測定時に混合し調製した試料を用いたので、水分は変化していないものとして考慮していない。実際に小麦粉と変性でん粉からなる調製品が輸入された場合には、製造時の水分と輸入時(分析時)の水分とは異なると思われるので、正確に混合割合を算出するには、2.3式において水分を考慮する必要があると考えられる。水分を考慮した式は次に示す式となる。

#### 計算式

原料及び混合試料中のぶどう糖量(ドライベース)の関係は、次の式で与えられる。

$$I \quad \begin{cases} x + y = 1 \\ \frac{a}{1 - \text{小麦粉の水分率}} \times x + \frac{b}{1 - \text{アセチル化タピオカでん粉の水分率}} \times y = \frac{c}{1 - \text{混合試料の水分率}} \end{cases}$$

x: 混合試料中の小麦粉の割合混合 (ドライベース)

y: 混合試料中のアセチル化

タピオカでん粉の割合混合 (ドライベース)

a: 原料の小麦粉中のぶどう糖量(%) (ウェットベース)

b: 原料のアセチル化タピオカでん粉中のぶどう糖量(%) (ウェットベース)

c: 混合試料中のぶどう糖量(%) (ウェットベース)

a, b及びcに定量値を代入し連立方程式を解くと、ドライベースの混合割合(x, y)が算出される。この(x, y)を用いて次の式より、ウェットベースの混合割合(d, e)が求められる

$$II \quad \begin{cases} d = \frac{x}{1 - \text{小麦粉の水分率}} \\ e = \frac{y}{1 - \text{アセチル化タピオカでん粉の水分率}} \end{cases}$$

d: 水分を含んだ小麦粉の割合

e: 水分を含んだアセチル化タピオカでん粉の割合

(d, e)を用いて次の式より、ウェットベースの混合割合(百分率)が算出される。

$$III \quad \begin{cases} X = \frac{d}{d + e} \times 100 (\%) \\ Y = \frac{e}{d + e} \times 100 (\%) \end{cases}$$

X: 混合試料中の小麦粉の混合割合(%) (ウェットベース)

Y: 混合試料中のアセチル化タピオカでん粉の混合割合(%) (ウェットベース)

式 - , , から求められたX及びYは、輸入時(分析時)に提示された原料を用いたときの混合割合となる。

## 4 要 約

小麦粉とアセチル化タピオカでん粉からなる調製品の混合割合を、それぞれの主成分であるでん粉に着目して算出する方法を検討した。その結果、小麦粉とアセチル化タピオカでん粉からなる混合試料のぶどう糖量と実際の小麦粉の混合割合との間には相関関係が認められた。原料が提示された場合には、小麦粉の混合割合をでん粉に着目したぶどう糖量から算出する本実験の方法も利用できることがわかった。

本実験では、でん粉等の分解を酵素法により行ったが、塩酸による分解<sup>3)</sup>も検討する必要がある。

## 文 献

- 1) 大西美穂子, 鈴木稔, 早野弘道: 本紙, 31, 71 (1992)
- 2) 笹谷隆, 山崎光廣, 笹川邦雄, 宮崎博: 本紙, 28, 17 (1988)
- 3) 本間稔, 川端省三: 本紙, 29, 65 (1989)