

ケルダール法によるこんにゃく粉調製品中の こんにゃく粉の定量

山内 洋典*, 池田 勝*, 平木 利一*, 川渕 哲*

Determination of Konjak Powder in Konjak Preparation by the Kjeldahl Method

Yosuke YAMAUCHI*, Masaru IKEDA*, Toshikazu HIRAKI* and Satoshi KAWABUCHI*

*Osaka Customs Laboratory

4-10-3, Chikko, Minato-ku, Osaka 552-0021 Japan

A konjak powder and starch preparation is classified either as a tuberous root of konjak or as a starch preparation. Since a higher tariff is imposed on the former than the latter, quantitative determination of powdered konjak is important. Presently, powdered konjak is determined on the basis of mannose measured by high performance liquid chromatography (HPLC) but the analytical procedure is complicated. In comparison, the Kjeldahl method gives a high recovery and a better coefficient of variation and the procedure is simpler. Therefore, it is considered to be a useful method for the quantitative determination of powdered konjak. We also measured viscosity characteristics of konjak powder and starch preparations by viscometry and obtained substantially different viscosity curves for the respective preparations.

1. 緒 言

こんにゃく粉¹⁾とでん粉等を混合した調製品は、こんにゃく粉含有量により、でん粉等の調製品として関税率表第 1901.90 号に分類されるものと、こんにゃく芋として関税率表第 1212.99 号に分類されるものがあり、こんにゃく芋として分類された場合は高関税が課される。

こんにゃく粉の定量分析法は、こんにゃく粉とでん粉等から成る調製品を加水分解し、生成したマンノースの重量割合を高速液体クロマトグラフィーで定量し、原料こんにゃく粉を同様に加水分解して定量したマンノースの重量割合との比較により、分析試料のこんにゃく粉含有量を算出する方法（以下、HPLC 法という。）²⁾が行われている。しかし、HPLC 法は、加水分解が煩雑な操作で、熟練した技術が必要である。一方、ケルダール法（窒素量測定法）³⁾は、税関分析法 No.121「米粉とでん粉誘導体調製品中の米粉の定量分析法」で用いられ、原料中の窒素量と調製品中の窒素量との比較により定量を行う方法で、実験操作は簡単であるが、こんにゃく粉のように窒素量の少ないものとでん粉の調製品では、定量が困難であると考えられてきた。そこで今回は、こんにゃく粉とでん粉の調製品中のこんにゃく粉の定量が、ケルダール法により可能であるかどうかを検討した。また、こんにゃく粉とでん粉等を混合した調製品の分析には輸入者からの原料の提供

を必要とするが、ビスコグラフを用い粘度特性を測定する⁴⁾ことにより、提供された原料こんにゃく粉と原料でん粉が調製品に実際に使用されたものかを検証できないかについても検討したので報告する。

2. 実 験

2. 1 分析試料

2. 1. 1 試料

こんにゃく粉 : 国産 1 種
中国産 3 種 (中国産 1、2、3)
グルコマンナン : 中国産 1 種
とうもろこしでん粉 : 試薬 (キシダ化学製)
米粉 : 中国産 1 種

2. 1. 2 試薬

硫酸 : 特級試薬 (和光純薬工業製)
分解促進剤 : KJELABS CX
(5 gK₂SO₄/0.5 gCuSO₄・5H₂O par tablet)
(Gerhardt 社製)

2. 2 分析装置及び測定条件

2. 2. 1 ケルダール法

自動窒素測定装置 : VAPODEST50 (Gerhardt 社製)

* 大阪税関業務部 〒552-0021 大阪府大阪市港区築港 4-10-3

2. 2. 2 ブラベンダービスコグラフ

粘度特性測定装置：ビスコグラフE型

(BRABENDER 社製)

測定条件：昇温 30 - 92℃ (1.5℃/分)

92℃で 15 分間保持

攪拌 75 回転/分

2. 3 実験方法

2. 3. 1 ケルダール法

2. 3. 1 (1) 実験操作

試料を分解試験管に精秤し、濃硫酸 10ml 及び分解促進剤 1 錠を加え 410℃で 150 分間熱分解し、前記 2. 2. 1 の装置により窒素量を測定した。

2. 3. 1 (2) こんにゃく粉割合の定量

こんにゃく粉含有率が 45% になるようにこんにゃく粉とでん粉を混合したものを模擬試料として、分解量を 1g、1.5g、2g とした場合に、上記 2. 3. 1 (1) の実験操作により求めたこんにゃく粉、でん粉及び模擬試料の窒素量より、こんにゃく粉割合を求めた。また、こんにゃく粉をグルコマンナンに変えた場合、でん粉を米粉に変えた場合についても割合を求めた。

2. 3. 2 ブラベンダービスコグラフによる粘度特性の測定

模擬試料 10g (中国産 1 の模擬試料のみ粘度が低いので 15g) と水 450ml を混合したものの粘度を、前記 2. 2. 2 の装置により測定した。

3. 結果と考察

3. 1 測定値の再現性の確認

各種こんにゃく粉及びでん粉の窒素量をそれぞれ 5 回ずつ測定した結果を Table 1 に示す。標準偏差は 0.005 以内であり、安定した窒素量の測定が可能であることが分かった。

Table 1 Determination of nitrogen in Konjak and in starch

	Nitrogen (%)				
	Japan	China 1	China 2	China 3	starch
1	0.368	0.484	0.287	0.292	0.053
2	0.373	0.482	0.283	0.298	0.050
3	0.375	0.472	0.283	0.296	0.053
4	0.375	0.479	0.284	0.291	0.050
5	0.373	0.482	0.285	0.293	0.047
Standard deviation	0.0029	0.0047	0.0017	0.0029	0.0025
Coefficient of variation (%)	0.77	0.98	0.59	0.99	4.96

3. 2 こんにゃく粉割合の定量

試料 1g 及び 1.5g を分解し、模擬試料のこんにゃく粉割合の定量を行い、実際の混合割合に対する回収率を求めたもの (5 回平均値) が Table 2 である。ここで、HPLC 法の数値は関税分析所報²⁾からの引用である。こんにゃく粉の回収率は、それぞれ 99 - 101% となり、変動係数についても、概ね 1.0% 程度であり、HPLC 法と比較しても良好な結果が得られた。しかし、今回の分解条件では、試料 2g の分解はできなかった。

Table 2 Determination of Konjak powder in model sample

		Kjeldahl method				HPLC method
sample weight		Japan	China 1	China 2	China 3	
1g	Recovery (%)	100.87	99.42	99.94	100.24	98.72
	Coefficient of variation (%)	1.04	0.67	1.11	2.96	0.55
1.5g	Recovery (%)	100.36	100.31	99.74	99.90	
	Coefficient of variation (%)	1.25	0.97	0.80	0.50	

次にこんにゃく粉 (中国産 1) と米粉、グルコマンナンと米粉、グルコマンナンとでん粉の模擬試料を 1g 分解した際にこんにゃく粉又はグルコマンナンの回収率を求めたものを Table 3 に、それぞれの窒素量 (5 回平均値) を Table 4 に示す。窒素量の多い米粉とこんにゃく粉、グルコマンナンの模擬試料はともに、回収率約 99%、変動係数 1% 以内と良好な結果が得られた。しかし、グルコマンナンとでん粉の模擬試料の回収率は悪かった。これは、グルコマンナン、でん粉ともに窒素量が極端に少ないため、窒素量に対する測定誤差の割合が大きくなることが原因であると考えられる。

以上のことから、グルコマンナンとでん粉以外の組合せであれば、こんにゃく粉調製品の定量は可能と考えられる。

Table 3 Determination of Konjak (Glucomannan) powder in model sample

	Glucomannan and rice powder	China 1 and rice powder	Glucomannan and starch
Recovery (%)	99.42*	98.80*	137.61**
Coefficient of variation (%)	0.48	0.80	

*average of 5 times **data of 1 time

Table 4 Nitrogen content in sample

	China 1	rice powder	starch	Glucomannan
Nitrogen (%)	0.480	1.246	0.051	0.036

3. 2 提供原料の検証が可能かどうかの検討

Fig.1-5 にそれぞれ国産、中国産 1、2、3 及びグルコマンナンとでん粉との模擬試料のブラベンダービスコグラムを示す。それぞれの粘度曲線は大きく異なり、提供原料の検証は可能であると考えられる。

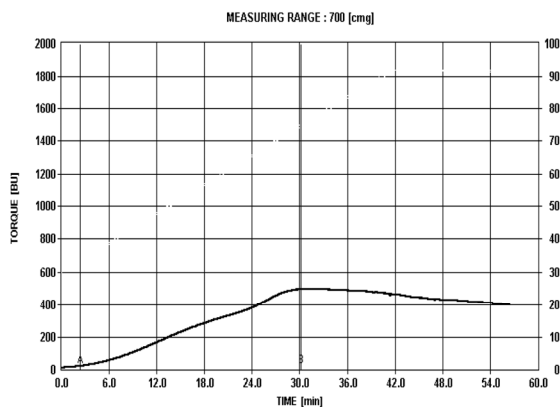


Fig. 1 Bravender-Viscogram of model sample (10g, Konjak (Japan) and starch)

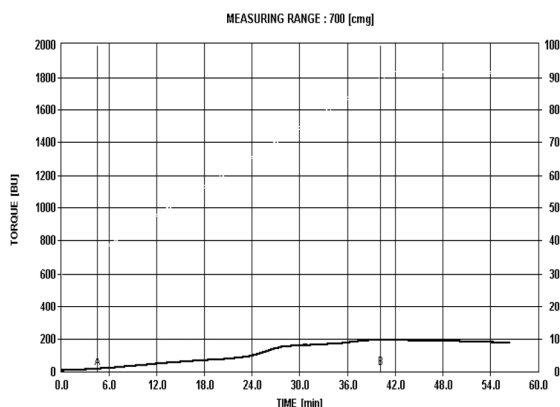


Fig. 2 Bravender-Viscogram of model sample (15g, Konjak (China 1) and starch)

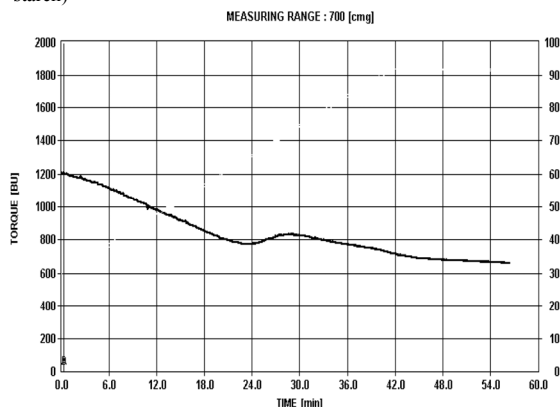


Fig. 3 Bravender-Viscogram of model sample (10g, Konjak (China 2) and starch)

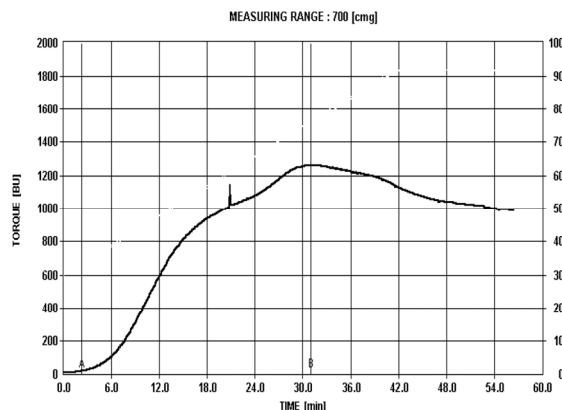


Fig. 4 Bravender-Viscogram of model sample (10g, Konjak (China 3) and starch)

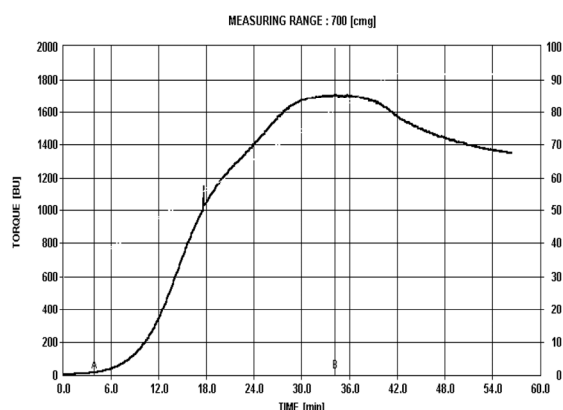


Fig. 5 Bravender-Viscogram of model sample (10g, Glucosmannan and starch)

4. 要 約

今回、こんにゃく粉とでん粉の混合物中のこんにゃく粉の定量をケルダール法により検討したが、測定したこんにゃく粉の窒素量は再現性があり、分解量 1g、1.5g の場合における定量結果は、HPLC 法と比較しても良好な結果が得られた。このことから、ケルダール法はこんにゃく粉の定量分析に有用と考えられる。

また、こんにゃく粉の粘度曲線には大きな差があり、ブラベンダービスコグラフを用いて提供原料の検証も可能であると考えられる。

文 献

- 1) 沖増哲編著：“こんにゃくの科学”，第 2 版，(1993)，(溪水社)
- 2) 中村文雄，笹谷隆：関税中央分析所報，40, 23 (2000)
- 3) 大西美穂子，鈴木稔，早野弘道：関税中央分析所報，31, 71 (1992)
- 4) 山内昌市，宮城好弘，赤崎哲也，平木利一，長井哲也：関税中央分析所報 39, 27 (2000)