

# 塩基性酢酸鉛を使用しない検糖計による粗糖の糖度測定法

吉村 仁太郎\*, 石川 友洋\*, 庄司 光葉\*, 渡邊 裕之\*,\*\*, 小澤 啓治\*, 鈴木 稔\*

## Determination of the polarization of raw sugar without basic lead acetate

Shintaro YOSHIMURA\*, Tomohiro ISHIKAWA\*, Mitsuha SHOJI\*,  
Hiroyuki WATANABE\*\*, Keiji OZAWA\* and Minoru SUZUKI\*

\*Yokohama Customs Laboratory

2-1-10, Shin-urashima-cho, Kanagawa-ku, Yokohama, Kanagawa 221-0031 Japan

\*\*Present address: Honmoku-futo Branch Office

2, Honmoku-futo, Naka-ku, Yokohama, Kanagawa 231-0811 Japan

In Japan Customs Analysis Method No. 101, the polarization of raw sugar is determined by ICUMSA Method GS1/2/3-1, which requires basic lead acetate as a clarifying agent.

Since lead compounds have toxicity, it is necessary to handle the waste fluid appropriately to avoid health risks and environmental pollution. On the other hand, ICUMSA Method GS1/2/3-2-Tentative, which uses a near-infrared wavelength range for polarization measurement, requires no basic lead acetate. In the present study, we compared the conventional ICUMSA GS1/2/3-1 and ICUMSA GS1/2/3-2 Method using a clarifying agent other than basic lead acetate. As a result, a significant difference of polarization value was found between the conventional ICUMSA Method GS1/2/3-1 and ICUMSA Method GS1/2/3-2-Tentative. However, after applied a deproteinizing agent instead of the clarifying agent "basic lead acetate" for ICUMSA Method GS1/2/3-2, no significant difference was found between the conventional ICUMSA Method GS1/2/3-1 and the modified ICUMSA Method GS1/2/3-2.

## 1. 緒 言

粗糖は、サトウキビ等の搾り汁から製造された茶褐色の結晶で、不純物としてタンパク質や色素、ミネラル分が含まれている。関税率表第17類号注1において、「粗糖とは、乾燥状態において、全重量に対するしょ糖の含有量が、検糖計の読みで99.5度未満に相当する砂糖をいう。」と定義されている。また、粗糖はしょ糖の含有量が98.5度未満か否かで関税率表上の所属区分及び税率が異なっている。

粗糖の糖度測定法は、税関分析法でICUMSA Method GS1/2/3-1(以下、「公定法」という)によると定められている。公定法では、清澄剤として塩基性酢酸鉛が使用されているが、一般的に鉛には有害性があるため、使用する際は身体に対する安全性の確保や環境汚染対策として適正な廃液処理を行う必要がある。

そこで、本研究では清澄剤を使用せずに近赤外波長で糖度測定を行うICUMSA Method GS1/2/3-2(以下、「暫定法」という)及び塩基性酢酸鉛以外の清澄剤を使用した分析法について公定法との比較を行った。

## 2. 実 験

### 2.1 試料及び試薬

#### 2.1.1 試料

粗糖(輸入品)21種

#### 2.1.2 試薬及び器具

セライト(ろ過助剤)(和光純薬工業株式会社製)

清澄剤(以下17種類)

塩基性酢酸鉛、活性炭、トリクロロ酢酸、硫酸アンモニウム、

硫酸ナトリウム、硫酸銅五水和物、石灰、活性アルミニウム、シリカゲル、硫酸カリウムアルミニウム、ベントナイト、タンニン、カゼイン以上(和光純薬工業株式会社製)

塩化アルミニウム、ゼラチン(小宗化学薬品株式会社製)

バーライト(三井金属工業社製)

除たんぱく剤(税関分析法No.108より)

A液 硫酸亜鉛七水和物(関東化学株式会社製)を2g/100mlに調製

B液 水酸化バリウム八水和物(和光純薬工業株式会社)

\* 横浜税関業務部 〒221-0031 神奈川県横浜市神奈川区新浦島町2-1-10

\*\* 現在所属 横浜税関本牧埠頭出張所 〒231-0811 神奈川県横浜市中区本牧ふ頭2



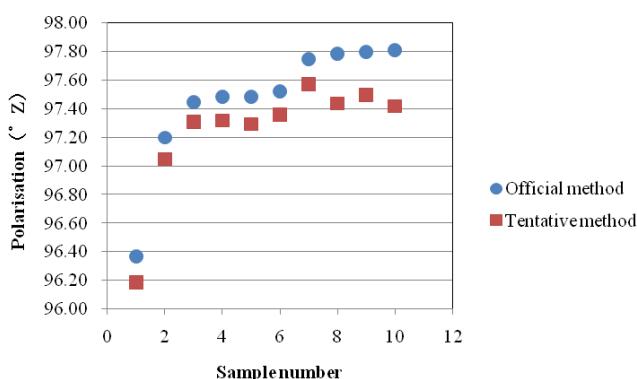


Fig.1 Comparison of polarization, official method and tentative method

暫定法本文において、公定法と暫定法の測定結果がわずかに異なることが記載されている<sup>2)</sup>が、その差がどの程度あるのか明確にされていなかった。

今回、公定法と暫定法の糖度測定結果を比較したところ、暫定法の糖度は公定法との差が(-0.14- -0.39)°Zで、平均すると0.22°Z低い値となった。またt検定の結果、統計量T=-7.5917、棄却域 $t_{(f,0.2)}=t_{(9,0.025)}=2.262$ より、|T|は棄却域より大きいことから、有意水準5%で有意差があると判断された。

### 3.1.2 種々の清澄剤の検討

2.4.3に示した試薬(公定法において清澄剤として使用されている塩基性酢酸鉛を除く16種類)で粗糖溶液に対する清澄作用を確認した。除たんぱく剤以外15種類については糖度測定を行うことができなかつたが、除たんぱく剤を使用したところ清澄作用が確認され、可視波長で糖度を測定することが可能であった。そこで、除たんぱく剤の量を変えて糖度を測定し、公定法との値の差が少ない最適な条件が得られる量について検討した。

検液は、除たんぱく剤A液、B液各10ml、15ml、20mlを添加し、ろ過したものを用意した。検液の清澄の様子をPhoto.1に示す。

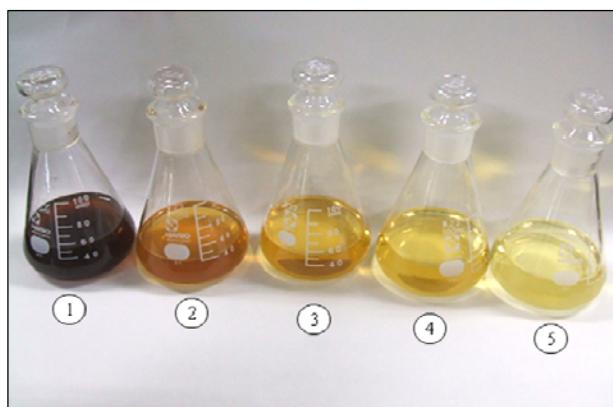


Photo 1 Examination liquid

- ① Tentative method
- ② Using a deproteinization agent method A liquid and B liquid for each 10 ml
- ③ Using a deproteinization agent method A liquid and B liquid for each 15 ml
- ④ Using a deproteinization agent method A liquid and B liquid for each 20 ml
- ⑤ Official method

写真左から、①清澄剤を使用しない暫定法、②除たんぱく剤A液、B液各10ml、③各15ml、④各20ml、⑤塩基性酢酸鉛を清澄剤として使用した公定法である。除たんぱく剤の量を多く添加しているものほど、清澄作用が高くなっている。

### 3.1.3 公定法と除たんぱく剤を使用した方法との比較

公定法と清澄剤として除たんぱく剤を使用した方法の糖度測定結果をTable 2、Fig.2に示す。

Table 2 Comparison of polarization, official method and using a deproteinization agent method

	Polarisation (°Z)				
	Official method	Using a deproteinization agent method A liquid and B liquid for each 15 ml	Using a deproteinization agent method A liquid and B liquid for each 20 ml		
Sample	Average	Average	Difference	Average	Difference
1	96.93	96.97	0.04	96.98	0.05
2	96.96	96.98	0.02	96.97	0.01
3	97.35	97.35	0.00	97.35	0.00
4	97.45	97.45	0.00	97.48	0.03
5	97.52	97.51	△ 0.01	97.57	0.05
6	97.57	97.57	0.00	97.59	0.02
7	97.67	97.63	△ 0.04	97.68	0.01
8	97.71	97.69	△ 0.02	97.73	0.02
9	97.72	97.71	△ 0.01	97.73	0.01
10	97.93	97.95	0.02	97.97	0.04
11	97.98	97.98	0.00	98.02	0.04
Average			0.00		0.03

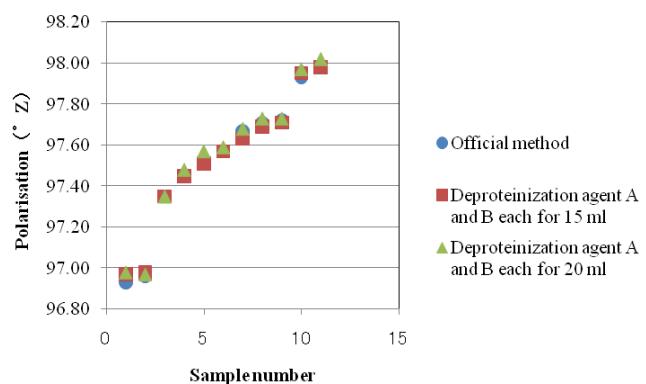


Fig.2 Comparison of polarization, official method and using a deproteinization agent method

除たんぱく剤A液、B液各10mlでは、清澄作用が不十分であったため、可視波長で糖度を測定することは出来なかった。

除たんぱく剤A液、B液各15mlでは公定法の値との差が(-0.04- -0.04)°Zであり、公定法の平均値と除たんぱく剤の平均値の差は一致して最も良好な結果が得られた。

除たんぱく剤A液、B液各20 mlでは公定法の値との差が(0.00–0.05)°Zであり、平均における差は0.03°Z高い値となった。またt検定の結果、統計量T=4.8161、棄却域 $t_{(f,\alpha/2)}=t_{(10,0.025)}=2.228$ より、|T|は棄却域より大きいことから、有意水準5%で有意差があると判断された。

除たんぱく剤A液、B液各15 mlよりも各20 ml添加した場合に糖度が高い値を示しているのは、除たんぱく剤の添加量が増えるとA液とB液を混合した際に生じる沈澱の量も増加し、定容時の体積誤差によって検液の濃度が濃くなつたためであると考えられる。

### 3.1.4 繰り返し精度の確認

除たんぱく剤を使用して糖度測定をした場合の繰り返しの精度の確認を行つた。結果をTable 3に示す。

Table 3 Absolute difference between two results obtained under repeatable conditions according to the ICUMSA GS 1/2/3-1 plus deproteinizing agent

Sample	Polarisation (°Z)						
	Using a deproteinization agent method A liquid and B liquid for each 15 ml			Using a deproteinization agent method A liquid and B liquid for each 20 ml			
Result1	Result2	Difference	Result1	Result2	Difference		
1	96.94	96.99	0.05	96.97	96.99	0.02	
2	96.94	97.01	0.07	96.99	96.94	0.05	
3	97.36	97.33	0.03	97.37	97.33	0.04	
4	97.44	97.46	0.02	97.48	97.47	0.01	
5	97.50	97.52	0.02	97.55	97.59	0.04	
6	97.54	97.59	0.05	97.61	97.57	0.04	
7	97.62	97.64	0.02	97.70	97.66	0.04	
8	97.70	97.68	0.02	97.73	97.73	0.00	
9	97.72	97.70	0.02	97.71	97.75	0.04	
10	97.95	97.95	0.00	97.94	98.00	0.06	
11	98.00	97.96	0.04	98.00	98.03	0.03	
Average		0.03			0.03		

繰り返し精度について、公定法では繰り返し条件下で得られた2つの測定値の差の絶対値は、0.10°Zを超えてはならないとされている<sup>1)</sup>。

除たんぱく剤を使用して糖度測定をした場合の繰り返しの精度は、A液、B液各15 ml、20 mlのいずれの場合でも、公定法における繰り返しの精度である0.10°Zを超えることは無く、良好な結果が得られた。

### 3.2. まとめ

3.1.1~3.1.3より、暫定法では公定法と比較して糖度は約0.22°Z低く測定されることが判明した。

種々の清澄剤について検討したところ、除たんぱく剤を清澄剤として使用した際に清澄作用があり、除たんぱく剤A液、B液各15 mlを使用した方法は、公定法とほぼ一致し、良好な結果が得られた。

## 4. 要 約

粗糖の糖度測定法について、(1)清澄剤を使用せず近赤外波長で糖度測定を行う暫定法 (ICUMSA Method GS 1/2/3-2-Tentative) 及び(2)塩基性酢酸鉛以外の清澄剤を使用する分析法 (ICUMSA Method GS 1/2/3-1を改変) と公定法 (ICUMSA Method GS 1/2/3-1)との比較を行つた。

暫定法では公定法と比較して有意差が認められたが、種々の清澄剤について検討したところ、除たんぱく剤(硫酸亜鉛+水酸化バリウム)を清澄剤として使用した場合に清澄作用がみられ、除たんぱく剤A液、B液各15 mlを使用した場合の糖度測定値は、公定法で得られた測定値とほぼ一致し、良好な結果が得られた。

## 文 献

- 1) ICUMSA Method GS1/2/3-1, 検糖計による原料糖の糖度測定 (1994)
- 2) ICUMSA Method GS1/2/3-2-Tentative, 湿式鉛清澄法を使用しない原料糖の糖度測定—暫定法— (2002)