

ノート

Ewers 改良法によるでん粉定量に関する考察

出来 三 男 早 野 弘 道 入 江 隆 夫

1. 緒 言

関税率表第 1101 号と第 1102 号、および第 2307 号に該当する物品のうち、小麦粉とその生産品の分類規準を澱粉と灰分の含有量、並びに粒度とすることについて、関税協理理事会第 18 回品目委員会において討議され、さらに第 19 回品目委員会では、この規準を他の穀物産品に適用するか否かについて論議され、引続いて、この問題は第 14 回の化学者委員会において討議された。この規準において、澱粉値は Ewers 法¹⁾によることとなっている。しかし、Ewers 改良法では、試料調整や測定時の温度の影響については何も述べられていない。この報告においては、これらの諸点について検討し、二、三の知見を得たので報告する。

2. 実験方法

2.1 試 薬

1.128%塩酸、この塩酸 10ml は 0.1N 水酸化ナトリウム溶液 30.94ml を消費するように調製する。指示薬はメチルレッドを使用する。

25%塩酸、比重 1.126

4%燐タングステン酸ソーダ水溶液

40%硫酸亜鉛水溶液、10%フェロシアン化カリウム水溶液

2.2 装 置

シュミットヘンシユ偏光計（糖度目盛を付けたもの）

2.3 でん粉定量法

2.3.1 Ewers 改良法

a) 細粉した試料 2.5g を三角フラスコにとり、1.128%塩酸 25ml を加え、よく混合し、さらに同塩酸 25ml を加える。これを沸とう浴中で 15 分間加熱後水 30ml を加え 20 まで冷却する。除蛋白剤として 40%硫酸亜鉛水溶液 5ml と 10%フェリシアン化カリウム水溶液 5ml を順次加へる。除蛋白剤として 4%燐タングステン酸ソーダ水溶液を用いてもよい。つぎに、これを 100ml 容メスフラスコに移し、水で 100ml に定容する。口過し、透明口液は 200mm 観測管を用いて糖度(S)或いは偏光度(P)を測定する。

b) 別に試料 12.5g を 250ml 容メスフラスコにとり、水約 200ml を加えて時々攪拌しながら 1 時間室温で抽出する。250ml に定容した後口過し、その口液 50ml を三角フラスコにとり、a)の方法で処理して糖度(s')或いは偏光度(P')を測定する。

これらの測定値を用いて、次式により澱粉値を求める。

$$A(\%) = 2000 \times \frac{P - P'}{\alpha D}$$

$$A(\%) = \frac{266N(S - S')}{\alpha D}$$

但し $D = 182.7$ 、 $N = 26.0$ とする。

2.3.2 Pucher 法²⁾2.3.3 塩酸分解法³⁾

3. 結果と考察

3.1 澱粉価について

装置や観測管の長さなどが一定な場合、光学的活性物質の旋光度は溶質の濃度に比例するので、活性物質を容易に定量することができる。しかし、旋光度は温度に著しく左右されることから測定条件を厳密に規定しなければならない。砂糖の糖度測定法のように厳密な条件下での定量は、極めて高い精度を示す。

澱粉の旋光度法による定量は、AOAC⁴⁾に標準法として採用されている。この方法は澱粉を塩化カルシウムで抽出し、これを偏光計で測定して澱粉価を求めている。

Ewers 法においては、試料中の澱粉以外の活性物質を予め求め、全活性物質の含量から遊離の活性物質の量を差引いて澱粉価としている点で AOAC 法に優っているが、澱粉などのように、ヘミセルロースやペントザンなどを含むものでは、これらの活性物質は澱粉として加算されることになり、必ずしも澱粉の価を示しているとは

いえない。そこで、従来粗澱粉の定量として使用されている酸分解法や沃度澱粉複合体を分離して定量する Pueher 法による値と比較した。

Table 1 は小麦粉および小麦ふすまの澱粉価をそれぞれの方法で定量した結果を比較したものである。酸分解法では、試料を加水分解後全還元糖を定量し、これに 0.9 を乗じて求めたもので、遊離に存在する還元糖のすべてが澱粉として加算されるのでいずれも高い値を示している。他方 Pueher 法による値は一般に低い澱粉価を示している。これは、沃度澱粉複合体の処理過程における損失に起因するのか明らかでないが、Pueher 法では沃度により真の澱粉のみを捕捉して定量することから、この値は真の澱粉価に近いものと推定できる。Ewers 法による値は、前二者の中間に位いしており、三種の方法により一致した澱粉価は得られなかった。

Table 1. Comparison of starch value obtained by several method

	Starch contents (%)		
	Ewers	Pueher	Acid hydrolyzation
Wheat flour	62.06	51.66	73.6
Canadian wheat flour	57.37	48.94	71.9
Canadian wheat flour	52.04	48.94	70.8
Wheat flour Baker's Joy	59.03	59.82	70.0
Golden leaf flour	53.45	59.82	70.5
Wheat flour	62.59	60.72	70.1
Wheat flour	60.88	58.91	79.1
Wheat bran pollard	7.57	3.02	-
African wheat bran	25.51	15.12	-
Wheat soft pollard	21.88	14.12	-
South African wheat bran	22.59	15.77	55.5
Hard wheat bran	21.30	12.69	44.7

3.2 温度補正について

前述したように、旋光度は温度の影響を著しく受けるので、観測は 20 で行なわねばならない。しかし、実際 20 の恒温室で試料調製や観測を行なうには色々困難が伴うので、20 以外で観測した場合の補正式を求めるため小麦ふすまを用いて種々の温度における測定値の変動をしらべた。

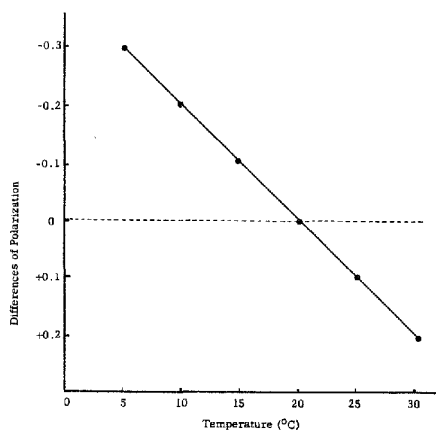


Figure 1.

Influence of temperature for polarization

Sample are used 1 g of wheat flour.

The data are indicated difference of polarization from standard temperature at 20 . Sample are Prepared at 20 .

Figure 1 に示したように、測定温度が低いと糖度（偏光度）は高い値を示し測定温度と施光度の間に直線関係がなりたつ。この直線関係から測定温度が 20 よりずれた場合の補正式は次のような簡単な式で表われることを知った。

$$St_{20} = Sa - 0.02(20 - ta)$$

但し、 $St_{20} = 20$ に補正した糖度

Sa = 測定糖度

ta = 測定温度

また、試料調製温度は 20 でなければならないが、実際には室温で調製する場合が多い。試料調製温度が 20 をずれると測定値に影響することは Figure 2 から明らかである。この影響は、測定温度による影響と逆の傾向を示すが、試料調製温度と糖度の間には直線関係がみられる。

3.3 再現性について

施光度は観測管の半円視野の色調が一致する点を肉眼で求めているため測定者による誤差は避けられない。また、澱粉を溶解する酸の濃度が変わると測定値がバラツクことも考えられる。例えば塩化カルシウムを抽出溶剤としている AOAC 法では塩化カルシウムの濃度変化が測定値に大きく響くことを知っている。そこで、澱粉含有量の高い小麦粉と澱粉含量の低い小麦ふすま類について測定値の再現性をしらべた。各々の測定値は 5 回の平均値である。

Table 2 に示したように、測定値の平均値の標準偏差は約 0.35 から 0.41 であり再現性はかなりよいことを知った。

4. 総 括

Ewers 改良法による澱粉定量法について検討し、つぎのような結論を得た。

1. 従来澱粉の定量法として行なわれている酸分解法および Puohler 法と比較した結果、澱粉価は一致しなかった。

2. 20 以外の温度で測定した場合の補正式を次のように定めた。

$$St_{20} = Sa - 0.02(20 - Ta)$$

3. 測定値の再現性は良好であり、測定平均値の標準偏差は 0.101 であった。

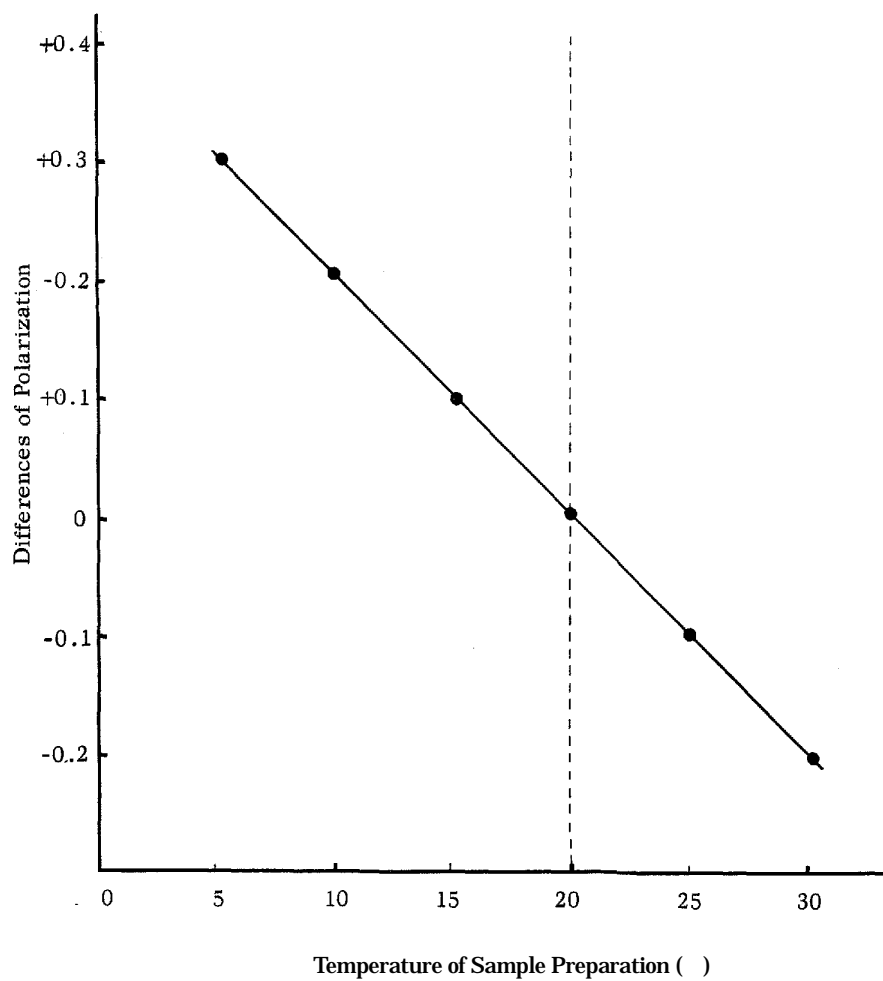


Figure 2. Variation of polarization by temperature of preparation of sample

Analytical conditions are same as in Figure 1.

Polarization are measured at 20 .

出 来 早 野 入江

Table 2. Reproducibility of starch values obtained by the method of modified Ewers.

Exp. No.	Starch contents (%)		
	Wheat flour	Wheat Bran (A)	Wheat Bran (B)
1	66.47	22.33	22.94
2	67.23	22.56	23.39
3	66.93	22.94	22.64
4	66.40	23.39	22.56
5	66.55	22.71	22.33
Average	66.73	22.79	22.77
σ	0.349	0.404	0.408

The data were taken average of five measured.

文 献

- 1) Journal Officiel des communautés Européennes 1908 / 62
- 2) G.W.Pacher,C.S.Leaven Worht.H.B.Vickery:Anal.Chem.,20.850
(1948)
- 3) 農芸化学実験書 (): 京都大学編
- 4) AOAC。.(1960)

Observation for Quantitative Determination of Starch by

The Method of Ewers Modified

Mitsuo Deki,Hiromichi Hayano and Takao Irie

Central Customs Laboratory

531 Iwase Matsudo City,Chiba Pref.,Japan