

ノート

調製食料品中のミルク成分の分析（第2報） - 乳製品の灰分の粉末X線回折図 -

加藤時信, 矢ヶ崎国秀, 関川義明*

Analysis of Milk Components in Food Preparations (2)

- X-ray Diffraction Powder Patterns
of Ashes from Milk Products -

Tokinobu KATO, Kunihide YAGASAKI and Yoshiaki SEKIKAWA *

* Central Customs Laboratory, Ministry of Finance

531, Iwase, Matsudo Shi, Chiba Ken, 271 Japan

X-ray diffraction patterns of ashes from milk products and food preparations containing milk products were investigated. Ashes from skimmed milk, acid casein and sodium caseinate showed very different X-ray diffraction pattern respectively.

These differences were originated from principal component in each ash. So, this technique could be applied to the discrimination of milk products such as acid casein and sodium caseinate.

Moreover, it was found that X-ray diffraction pattern of ash from food preparations containing milk product gave a information on the type of milk product added in that one.

- Received July 25, 1985 -

1 緒言

輸入調製食料品に配合されているミルク成分を定量することは、前報¹⁾にも述べたとおり関税行政において重要である。ミルクに由来する灰分もミルク成分として加算することとなっているが²⁾、調製食

食料品の場合には乳製品の灰分とその他の食料原料の灰分を直接分離定量することはほとんど不可能と考えられる。したがって、現在著者らは、調製食料品に配合されている乳製品、たとえば、脱脂粉乳、ホエイ、カゼイン等の種類を確認した上で、これらの乳製品の一般的な組成比率を参考として調製食料品

*大蔵省関税中央分析所 〒271 千葉県松戸市岩瀬 531

中の乳糖やカゼイン等特定成分含有量からミルクに由来する灰分を算出している。

このようなことから調製食料品に配合されている乳製品の種類を識別する必要があるが、その方法として一般には乳糖、乳脂肪及び乳たんぱく質の分析結果を参考として行っている。しかしながら、この方法では酸カゼインであるかカゼイナートであるかなど識別困難な場合もある。

本報では、各種乳製品の灰分の粉末X線回折図を比較検討し、灰分のX線回折図が乳製品の識別及び調製食料品に配合された乳製品の識別法として利用できるかどうかについて検討した結果を報告する。

2 実験

2.1 試料

脱脂粉乳（輸入品）
ホエイ（輸入品）
酸カゼイン（輸入品）
ナトリウムカゼイナート（和光純薬）
ラクトアルブミン（東京化成）
大豆たんぱく質（アジプロンM2）（味の素）
輸入調製食料品 5点（以下輸入品A, B, C...
.....で示し、具体的な商品名等は省略する。）

2.2 装置

X線回折装置 RAD-2A 理学電機

2.3 操作

2.3.1 灰化

試料をガスバーナーで炭化後、550の電気炉で灰化した。

2.3.2 X線回折条件

次の条件で測定した。

Target	Cu
Voltage	35kV
Current	20mA
Time constant	0.5sec
Scanning speed	4 /min
Chart speed	20mm/min
Divergency slit	1m/m

Receiving slit 0.15m/m
Detector S.C.

3 結果及び考察

3.1 X線回折図の特徴

Fig.1~3 は各種乳製品及び大豆たんぱく質の灰分のX線回折図である。その主な成分をTable1に掲げる。

なお、成分の同定は JCPDS 粉末X線回折データ集³⁾によった。

Table1 Principal component in ashes of milk products and soy protein

Products	Principal component
Skimmed milk	KCl
Whey	KCl
Acid casein	β -(CaP ₂ O ₆) _x
Lactoalbumin (Whey protein)	KCaPO ₄ (?)
Sodium caseinate	Na ₄ P ₂ O ₇
Soy protein	β -Na ₃ PO ₄ Na ₂ P ₂ O ₇

脱脂粉乳とホエイの灰分のX線回折図は塩化カリウムによる回折線が主体である。

ナトリウムカゼイナートと大豆たんぱく質の灰分のX線回折図には、共通して Na₄P₂O₇の回折線が認められるが、大豆たんぱく質の灰分には - Na₃PO₄の回折が強く現れており、ナトリウムカゼイナートの灰分では非常に弱くなっている。

酸カゼイン、ラクトアルブミン（ホエイたんぱく質）等分離された乳たんぱく質の灰分のX線回折図からは、塩化カリウム及びりん酸のナトリウム塩に由来する回折線はほとんど見られず、りん酸のカルシウム塩による回折線が主体となっている。乳中のカゼインはカルシウムカゼイナート・りん酸カルシウム複合体の形で存在すること⁴⁾及びホエイたんぱく質や全乳たんぱく質は、最近、限外ろ過法により得られたものが多く輸入されており、これらからはその製法により塩化カリウムは除去されていることによるものである。

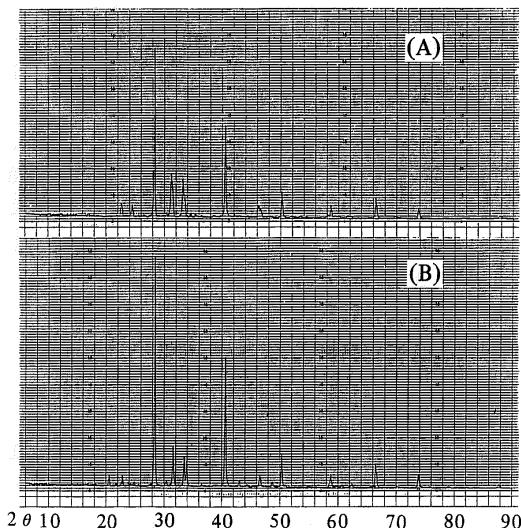


Fig.1 X-ray diffraction patterns of ashes from milk products
 (A) Skinned milk
 (B) Whey

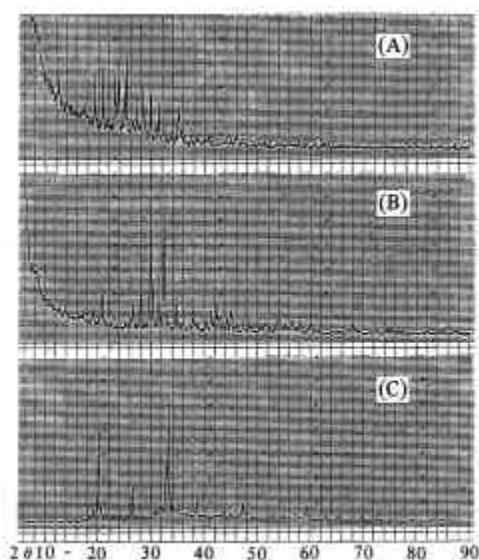


Fig.2 X-ray diffraction patterns of ashes from milk products
 (A) Acid casein
 (B) Lactoalbumin (whey protein)
 (C) Sodium caseinate

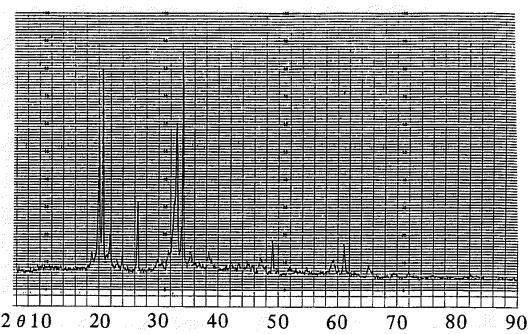


Fig.3 X-ray diffraction patterns of ash from soy protein

Fig.4(A)は大豆たんぱく質に脱脂粉乳(30%)を混合したものの灰分のX線回折図であり, Fig.4(B)は大豆たんぱく質にホエイ(30%)を混合したものの灰分のX線回折図である。これらのX線回折図はいずれも、大豆たんぱく質、脱脂粉乳または

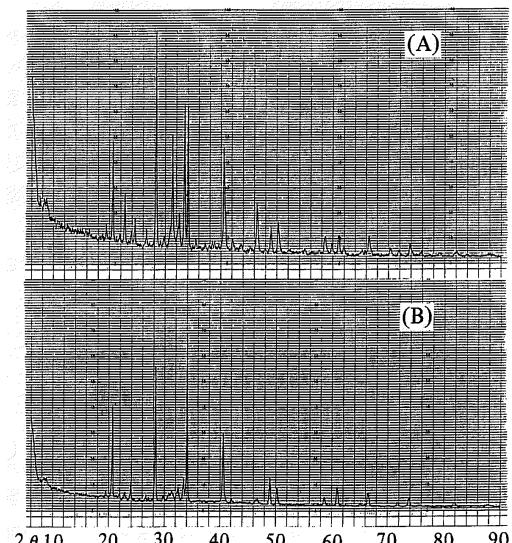


Fig.4 X-ray diffraction patterns of ashes from mixture of soy protein and milk products
 (A) Mixture of soy protein (70%) and skinned milk (30%)
 (B) Mixture of soy protein (70%) and whey (30%)

ホエイを単独に灰化した灰分の回折線を単に重ね併せた回折パターンを示していない。すなわち、大豆たんぱく質の灰分の X 線回折図 (Fig.3) に強く現れている $- \text{Na}_3\text{PO}_4$ による回折線が、Fig.4(A) 及び (B) のように大豆たんぱく質を最多成分とする混合物の灰分 X 線回折図にはほとんど現れていない。これは、大豆たんぱく質とそれに混合された乳製品に含まれている陽イオンと陰イオンの組成バランスの違いにより、混合物の灰化の過程で、それぞれ単独に灰化した場合とは異なる無機塩が形成されるためであろうと考えられる。

このように、灰分の X 線回折図は乳製品の種類により特徴的な回折パターンを示し、これが乳製品の識別に有用であることが判明した。

3.2 輸入調製食料品の灰分

Fig.5~6 は輸入調製食料品の灰分の X 線回折図である。

(1) 輸入品 A (Fig.5)

X 線回折図は塩化カリウムの回折線が認められ、脱脂粉乳またはホエイの回折パターンに類似するとともに弱い $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ の回折線が認められる。電気泳動法により判明したたんぱく質組成は大豆たんぱく質、カゼイン及びホエイたんぱく質が認められ、カゼイン・ホエイたんぱく質のバンドの強度関係は脱脂粉乳のものに類似している。

これらより本品は乳製品として粉乳が使用されていることがわかる。

本品の組成：大豆たんぱく質 49 %
脱脂粉乳 34 %
その他 17 %

(2) 輸入品 B (Fig.5)

電気泳動法により認められたたんぱく質は大豆たんぱく質、カゼイン及びホエイたんぱく質で、カゼイン・ホエイたんぱく質のバンドの強度関係は脱脂粉乳のものに類似している。

X 線回折図には塩化カリウムによる回折線が認められないことから、脱脂粉乳またはホエイは使用されていない。強い $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ の回折線は認められるが、酸カゼインによる $(\text{CaP}_2\text{O}_6)_x$ の回折線が認められないことから、カゼイン

はナトリウムカゼイナートとして存在している。また、ラクトアルブミンの回折線に一致する弱い回折線があり、ホエイたんぱく質も存在していることがわかる。

本品の組成：大豆たんぱく質	70.2 %
ナトリウムカゼイナート	9.8 %
ホエイたんぱく質	5.4 %
その他	14.6 %

(3) 輸入品 C (Fig.5)

電気泳動法で、大豆たんぱく質及びカゼインが認められる。

X 線回折図には大豆たんぱく質やナトリウムカゼイナートで認められる $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ の強い回折線があり、酸カゼインに由来する $(\text{CaP}_2\text{O}_6)_x$ の回折線が認められないことから、カゼインはナトリウムカゼイナートである。

本品の組成：大豆たんぱく質	40.0 %
ナトリウムカゼイナート	31.4 %
その他	28.6 %

(4) 輸入品 D (Fig.6)

電気泳動法で、ホエイたんぱく質のみが認められる。

X 線回折図は同定できなかったが、ラクトアルブミンによる回折線とほぼ同じ位置に回折線があり、灰分にはりん酸塩が認められることから、本図の回折線はりん酸のカリシウム塩の回折線が主体であると推定できる。また、塩化カリウムの回折線が検出されないことから、乳製品はホエイたんぱく質であることがわかる。

本品の組成：大豆たんぱく質	無
ホエイたんぱく質	74.3 %
その他	25.7 %

(5) 輸入品 E (Fig.6)

電気泳動法では大豆たんぱく質及びホエイたんぱく質が認められる。

X 線回折図には $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ の回折線の他、輸入品 D (Fig.6) に一致する回折線が認められ、塩化カリウムの回折線は検出されない。カゼインが存在しないことから $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 回折線は大豆たんぱく質に由来し、輸入品 D に一致する回折線はホエイたんぱく質に由来しているとわかる。

ノート 調製食料品中のミルク成分の分析(第2報) - 乳製品の灰分の粉末X線回折図 -

本品の組成: 大豆たんぱく質 50.1%
 ホエイたんぱく質 34.2%
 その他 15.7%

この検討の結果, 電気泳動法によるたんぱく質の識別法を併用することにより, 灰分のX線回折による乳製品の識別はより効果的に行うことができると判明した。

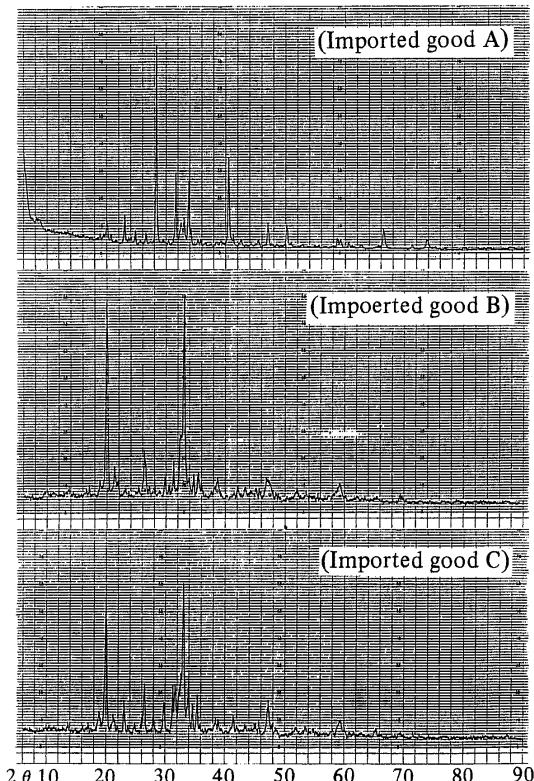


Fig.5 X-ray diffraction patterns of ashes from food preparations

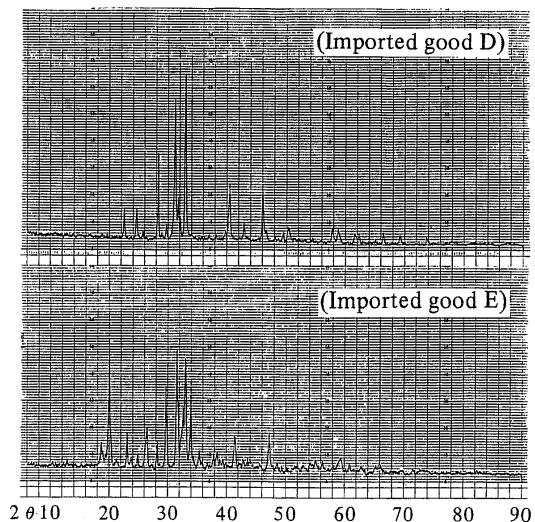


Fig.6 X-ray diffraction patterns of ashes from food preparations

4 要 約

各種乳製品及び乳製品を含有する調製食料品の灰分の粉末X線回折図を比較検討した。

脱脂粉乳, 酸力ゼイン, ナトリウムカゼイナート等の乳製品の灰分はそれぞれ異なる特徴的なX線回折の回折パターンを示した。これにより乳製品の識別, たとえば酸力ゼインとナトリウムカゼイナートの識別が可能であった。

調製食料品の灰分のX線回折図は, 調製食料品に配合されている乳製品の種類の決定の一助となることが判明した。

文 献

- 1) 矢ヶ崎国秀, 加藤時信: 本誌, 26, 107 (1986)
- 2) 通商産業省: “輸入注意事項 59 第9号”, 59 貿局第215号 (昭59.7.23)
- 3) JCPDS: “Powder Diffraction File”
- 4) 穴釜雄三: 乳学, 48 (1975) (光琳書院)