

ノート

塩酸分解 - レーン・エイノン法による小麦粉調製品中のでん粉の定量

本間 稔*，川端省三**

Determination of Starch in Flour Preparation by Lane-Eynon Method
after Ethanol Extraction and HCl Hydrolysis

Minoru HONMA* and Shozo KAWABATA**

*Nagoya Customs Laboratory

2-3-12, Irifune, Minatoku, Nagoya-shi, 455 Japan

**Central Customs Laboratory, Ministry of Finance
531 Iwase, Matsudo-shi, Chiba-ken, 271 Japan

A procedure was examined for determination of starch in flour preparation containing sucrose or skim milk.

Sucrose and other sugars in the preparation were eliminated by 80% ethanol extraction on water bath for 30 min and centrifugation. It was found that sugars in the preparation were completely eliminated by extraction at twice. Starch in residue was hydrolyzed to glucose, which was determined by Lane-Eynon method. Coefficient of variation of starch content obtained by this method was less than 1%. This method was showed to be applied to assay starch content in flour preparation.

1 緒言

関税率表第 19.01 項に分類される小麦粉調製品は、新関税率表 (HS) 実施後、輸入が急増した。その大部分が小麦粉に砂糖または、粉乳を添加したパン、菓子製造用原料である。これらは、小麦粉の含有量が 85% を超えると輸入制限品目 (IQ) となる。また、しょ糖の含有量が 15%以下のものは税率が 24%，他のものは 28% と異なっている。そのため、これらの分析においては、でん粉及びしょ糖の含有量を正確に定量することが求められる。

多様な糖類を含む小麦粉調製中のでん粉定量法としては、化後酵素分解する方法^{1,2)}が行われている。この方法は、でん粉を特異的に分解するため優れた方法であるが、操作が煩雑で、試料の採取量が少ないため、定量値にばらつきが生じやすい。また、使用する酵素も力価等の関係から高価な高純度のものを用いる必要がある。

われわれは、80%アルコールによって、小麦粉調製品中のしょ糖、その他の糖類を除去し、不溶成分のでん粉を塩酸分解して、ぶどう糖として定量する方法を検討したところ良好な結果を得たので報告する。

*名古屋税関分析部門 〒455 名古屋市港区入船 2-3-12

*神戸税関分析部門 〒650 神戸市中央区新港町 12-1

2 実験

2.1 試料及び試薬

試料

市販強力粉：日清製粉(株)パン, ピザ用
市販薄力粉：日清製粉(株)菓子, 天ぷら用
しょ糖
脱脂粉乳

試薬

レーン・エイノン法用フェーリング溶液
除たんぱく剤
A 液：硫酸亜鉛 ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$) 2g を水に溶かし 100ml としたもの。
B 液：水酸化バリウム [$Ba(OH)_2 \cdot 8H_2O$] 1.8g を水に溶かし 100ml としたもの。
25% 塩酸 (比重 1.126 (20))

2.2 でん粉定量法の概略

この実験におけるでん粉定量法の概略は次のとおりである。

試料 + 50% エタノール 20ml (50ml 容ガラス製遠沈管) 沸騰浴上 (30 分) 室温まで冷却 エタノールを加え 50ml 遠心分離 (4000rpm) 残渣 80% エタノール 40ml (2 回) 搅拌 遠心分離 残渣 希塩酸約 100ml で三角フラスコ (200ml 容) に洗い込み 冷却管を付け沸騰浴中で加水分解 (2.5 時間) 冷却 中和 メスフラスコ (200ml 容) に移し替え 除たんぱく剤添加 定容 ろ過 ぶどう糖定量 (レーン・エイノン法)

注 1) 試料は、でん粉として約 400mg 採取。

2) 希塩酸は、25% 塩酸 1 容を水 10 容で希釈したもの。

3) ぶどう糖の定量値に 0.9 を乗じてでん粉量とした。

2.3 アルコール洗浄によるしょ糖回収率の検討
ガラス製遠沈管 (容量 50ml) に、強力粉 (500mg) 及びしょ糖 (125mg) を入れた。これに 50% エタノールを加え、沸騰浴上で約 30 ~ 45 分間置いた。室温まで冷却した後、エタノールを加え全量を 50ml とした。

搅拌後、遠心分離 (4,000rpm, 15 分間) し、上澄液を三角フラスコに移し入れた。次に遠沈管の残留物に 80% エタノールを加えた。搅拌及び遠心分離を行い、上澄液を三角フラスコに移し入れた。同様に更に 2 回、80% エタノールで抽出した。次に三角フラスコ中のアルコールを湯浴上で蒸発させた。冷却後、水を加えて定容した。その一定量について、直接還元糖分及びインベルターゼ分解後の総糖分をハーネス法で定量した。総糖分より直接還元糖分を差し引き、その値に 0.95 を乗じてしょ糖分とした。

また、薄力粉 (500mg) にしょ糖 (500mg) を加えたものについても、同様の操作を行い、しょ糖の抽出挙動を調べた。

2.4 小麦粉中のでん粉の定量

強力粉は 570mg、薄力粉については 550mg 前後を精秤し、それぞれ 2.2 の方法でアルコールで 3 回抽出、遠心分離を行った。不溶物のでん粉を塩酸分解し、ぶどう糖とした。レーン・エイノン法によるぶどう糖の定量値に 0.9 を乗じてでん粉量とした。

2.5 小麦粉組成

でん粉は、2.3 の方法で 4 回づつ定量して求めた。たんぱく質は、ケルダール法により窒素を定量し係数 5.70 を乗じて求めた。糖質はハーネス法、粗脂肪は塩酸分解後レーゼゴットリープ法、灰分は 550 灰化、水分は 105 乾燥減量により求めた。

2.6 小麦粉調製品中のでん粉の定量

強力粉及び薄力粉 500mg にしょ糖を 125mg づつ加えたもの、強力粉及び薄力粉 500mg にしょ糖を 500mg づつ加えたもの、強力粉及び薄力粉 500mg に脱脂粉乳 214.3mg づつ加えたものについて、2.2 の方法ででん粉を定量した。

3 結果及び考察

3.1 アルコール洗浄によるしょ糖回収率の検討
薄力粉 80% にしょ糖 20%、薄力粉 50% にしょ糖 50% を加えた試料のアルコールによる洗浄回数としょ糖回収率の関係を Fig 1 に示した。

しょ糖 20% を加えた場合、アルコールで 2 回洗浄

ノート 塩酸分解 - レーン・エイノン法による小麦粉調製品中のでん粉の定量

すると、添加したしょ糖及び小麦粉に含まれるしょ糖が全て抽出されることが分かった。しょ糖の定量値は20%をわずかに越えていた。また、しょ糖を50%加えた場合、アルコールで3回洗浄するとほぼしょ糖は抽出されていた。このことから、添加した砂糖及び小麦粉に含まれる糖類は80%アルコールで3回洗浄すると除去されることが分かった。

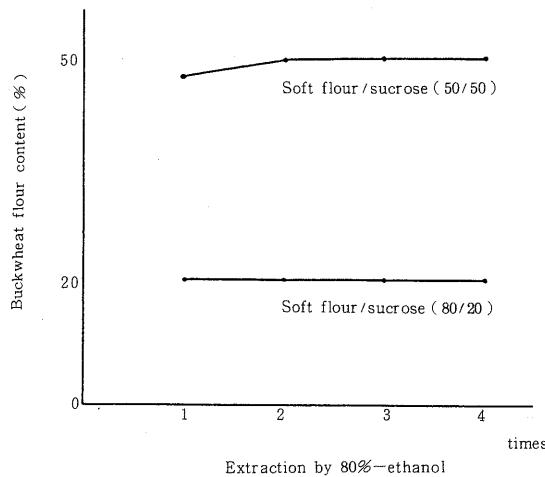


Fig. 1 Recovery of sucrose

3.2 小麦粉の組成

市販の強力粉及び薄力粉のでん粉定量値をTable 1に示した。いずれも4回づつ定量したが、変動係数は0.66%及び0.50%で、ばらつきも小さかった。また、その他の成分の定量値をTable 2に示した。小麦粉には、約1%のしょ糖及び直接還元糖が含まれていることが分かった。でん粉価は、試料中の糖を除去することなくそのまま塩酸で加水分解し、レーン・エイノン法でぶどう糖を定量し、定量値に0.9を乗じた値である。でん粉価は、強力粉では1.1%，薄力粉では1.5%でん粉より高くなった。これは、小麦粉中のしょ糖及びデキストリンが加算されたためと考えられる。

3.3 小麦粉調製中のでん粉の定量

強力粉及び薄力粉にしょ糖と脱脂粉乳を加えたものについて、でん粉を定量した結果をTable 3に示した。定量値の変動係数は、0.4%から0.68%であり、良好な結果となった。薄力粉と強力粉、しょ糖の含有

Table 1 Starch content in flour determined by this method

	Content (%)	
	Hard flour	Soft flour
67.57	71.82	
67.43	71.49	
66.74	71.09	
66.52	70.91	
av.	67.07	71.33
C.V. (%)	0.66	0.50

Table 2 Analytical Composition of flour

Constituent	Content (%)	
	Hard flour	Soft flour
Starch	67.1	71.3
Protein	12.3	8.3
Reducing sugar	1.1	1.2
Sucrose	0.9	1.0
Crude fat	1.6	1.5
Ash	0.4	0.4
Water	14.0	13.7
Total	97.4	97.4
Starch value	68.2	72.8

Table 3 Starch content in flour preparation containing sucrose or skim milk

Hard flour; Starch content(%) (mixing ratio)			
Flour/sucrose (80.00/20.00)	Flour/sucrose (50.00/50.00)	Flour/skim milk (70.00/30.00)	
54.17	33.61	47.57	
54.25	33.48	47.38	
53.55	33.23	47.37	
53.34	33.12	47.03	
av.	53.80	33.36	47.33
C.V. (%)	0.68	0.58	0.40
Soft flour : starch content(%) (mixing ratio)			
Flour/sucrose (80.00/20.00)	Flour/sucrose (50.00/50.00)	Flour/skim milk (70.00/30.00)	
57.49	36.08	50.30	
57.06	35.93	50.10	
56.83	35.93	49.99	
56.33	35.64	49.71	
av.	56.93	35.90	50.03
C.V. (%)	0.68	0.44	0.43

割合あるいは脱脂粉乳との間に、でん粉の定量値に差はなかった。

Table 3 の値を、Table 1 に示した原料小麦粉中のでん粉量で除して、小麦粉調製品中の小麦粉の割合を求めた結果が Table 4 である。換算値は、小麦粉の実際の採取割合とほぼ一致した。

4 要 約

小麦粉にショ糖または脱脂粉乳を加えた小麦粉調製品中のでん粉定量方法の検討を行った。ショ糖及びその他の糖類は、試料に 80% エタノールを加え、湯浴 30 分間置き、遠心分離して抽出した。この操作を 3 回行なうと試料中の糖類は完全に除去された。不溶成分のでん粉を塩酸で分解し、レーン・エイノン法で定量した。定量値の変動係数は 1% 以下で、良好な結果が得られた。

Table 4 Flour content calculated from starch content in flour preparation containing sucrose or skim milk

Hard flour content(%) (mixing ratio)		
Flour/sucrose (80.00/20.00)	Flour/sucrose (80.00/20.00)	Flour/skim milk (70.00/30.00)
80.72	50.09	70.86
80.70	49.90	70.61
79.81	49.52	70.60
79.49	49.32	70.09
av.	80.18	49.72
		70.54

Soft flour content(%) (mixing ratio)		
Flour/sucrose (80.00/20.00)	Flour/sucrose (50.00/50.00)	Flour/skim milk (70.00/30.00)
80.63	50.60	70.54
80.03	50.40	70.27
79.70	50.39	70.12
79.01	49.99	69.72
av.	79.84	50.35
		70.16

文 献

- 1) AOAC 14th ed. (1984)
- 2) 笹谷 隆, 山崎光広, 笹川邦雄, 宮崎 博: 本誌, 28, 17 (1988)
- 3) 食品分析ハンドブック, 建帛社