

示差走査熱量分析計（DSC）による肉たんぱく質の熱変性の測定

山口 達彦*, 赤崎 哲也*, 中村 文雄*

Measurement of Thermal Denaturation of Meat Proteins by Differential Scanning Calorimeter

Tatsuhiko YAMAGUCHI*, Tetsuya AKASAKI* and Fumio NAKAMURA*

*Central Customs Laboratory, Ministry of Finance
6-3-5, Kashiwanoha, Kashiwa, Chiba 277-0882 Japan

The thermal denaturation of meat (squid, cuttlefish and beef) was investigated using a differential scanning calorimeter (DSC) under various heat treatment conditions. The DSC thermograms of raw samples respectively showed two endothermic peaks, which are considered to be attributable to the denaturation of myosin and actin respectively. When meat was treated at high temperature, those two peaks disappeared, but when meat was treated at low temperature for a long time, those two peaks did not disappear. This shows that thermal denaturation is closely related with heat treatment temperature. The degree of heat treatment of meat can be measured using a DSC.

1. 緒 言

関税率表上において、肉は加熱やその他の調製を受けたか否かにより分類が異なり、税率格差が生じる。また、生のいかや帆立貝などは IQ 品目に該当するが、加熱処理されたものは IQ 品目から除外される。そのため、加熱処理されたものかを判別するための分析が必要となる。

従来、加熱処理の有無は主に水溶性たんぱく質の量の変化により判別しているが、測定の前処理などに長時間を要している。また、簡易法として、カタラーゼ活性をもとに行うこともあるが、酸素が連続して発生しているかどうかの判断が困難な場合がある。これらの判別方法は、肉を加熱処理した場合に起こる主な変化、すなわち筋肉を構成するたんぱく質の変性を測定しているものではなく、いわば間接法である。

そこで今回、それらに代わる迅速法・直接法として、示差走査熱量分析計（DSC）による判別方法の検討を行った。食品分野の研究において、DSC は食品の鮮度¹⁾ やたんぱく質の熱安定性の研究²⁾ に用いられているが、今回の研究では、筋肉を構成するたんぱく質の熱変性に伴う吸熱ピークを測定することで加熱処理されたかを判別できる指標となりうるか検討した。

2. 実 験

2. 1 試料

やりいか、するめいか及びもんごういか（市販品、いずれも

生のもの）

牛肉（市販品、生のもの）

2. 2 測定装置

示差走査熱量分析計：DSC8230（理学電機製）

2. 3 方 法

2. 3. 1 試料調製

それぞれの試料について、生及び様々な条件で加熱処理した試料を実験に用いた。加熱処理は水浴中に保持することで行い、加熱処理の時間及び温度を変化させた。

加熱処理時間を変化させたものとして、するめいかを 60℃で 30 分、60 分及び 120 分間加熱処理した試料を用いた。

また、加熱処理温度を変化させたものとして、それぞれの試料について、55℃、60℃、65℃、70℃及び 100℃（牛肉はさらに 75℃）で 30 分間加熱処理した試料を用いた。

2. 3. 2 DSC 測定

生の試料及び 2.3.1 により加熱処理した試料を約 4 mg ずつ採取し、蓋付アルミ製サンプルパンに密封する。また、リファレンスとして同量の水を同じく蓋付アルミ製サンプルパンに密封し、30℃から 90℃の範囲を毎分 5℃昇温させながら DSC 測定を行った。

3. 結果及び考察

3. 1 吸熱ピークとたんぱく質の関係

Fig. 1 に生のやりいか (a)、するめいか (b) 及びもんごうい

*財務省関税中央分析所 〒277-0882 千葉県柏市柏の葉 6-3-5

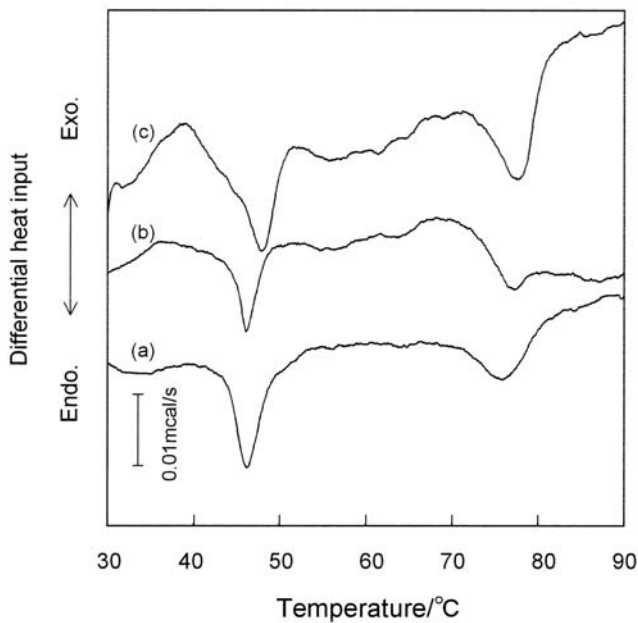


Fig. 1 DSC thermograms of raw samples:

(a) spear squid, (b) Japanese common flying squid, and (c) golden cuttlefish

か (c) を測定して得られた DSC 曲線を示す。その結果、いずれも 47°C 付近と 75°C 付近に吸熱ピークが認められた。

Fig. 2 に生の牛肉を測定して得られた DSC 曲線を示す。その結果、62°C 付近と 77°C 付近に大きな吸熱ピークが認められた。

動物に含まれるたんぱく質は、その溶解性から大きく 3 つに分けられる³⁾。筋肉を構成している筋原繊維たんぱく質、水溶性たんぱく質である筋形質たんぱく質、そしてコラーゲンなどに代表される筋基質たんぱく質である。

過去の研究^{1) 4) 5)} から、今回の実験で測定した大きな二つの吸熱ピークについては、筋肉を構成する筋原繊維たんぱく質に由来することが明らかになっている。低温側のピークは、ミオシンの熱変性による吸熱ピーク、高温側のピークはアクチンの熱変性による吸熱ピークである。ミオシンとアクチンは、筋肉を構成する筋原繊維たんぱく質の主成分なので、DSC 測定により筋肉の熱変性が直接測定されたと言える。

3. 2 吸熱ピークと加熱処理時間との関係

Fig. 3 に、するめいかを測定して得られた DSC 曲線の加熱処理時間による変化を示す。いずれも低温側の吸熱ピークのみが消失しており、それぞれに違いは認められなかった。

このことは、30 分間加熱処理した段階で、その温度でのたんぱく質の熱変性は完了しており、さらに長時間過熱処理しても吸熱ピークに影響しないことを示している。

そこで、以後の加熱処理時間は 30 分間とした。

3. 3 吸熱ピークと加熱処理温度との関係

Fig. 4 にやりいか、Fig. 5 にするめいか、Fig. 6 にもんごういかを測定して得られた DSC 曲線の加熱処理温度による変化を示す。その結果、二つの吸熱ピークは、加熱処理温度が高くなる

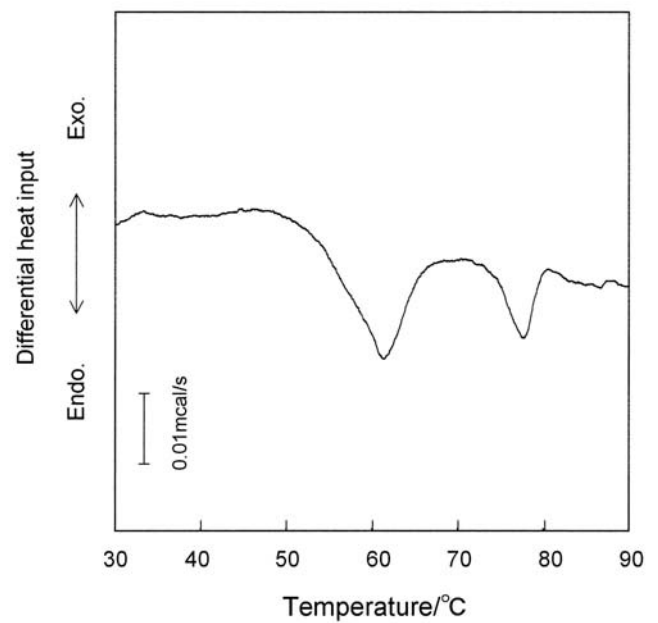


Fig. 2 DSC thermogram of raw beef

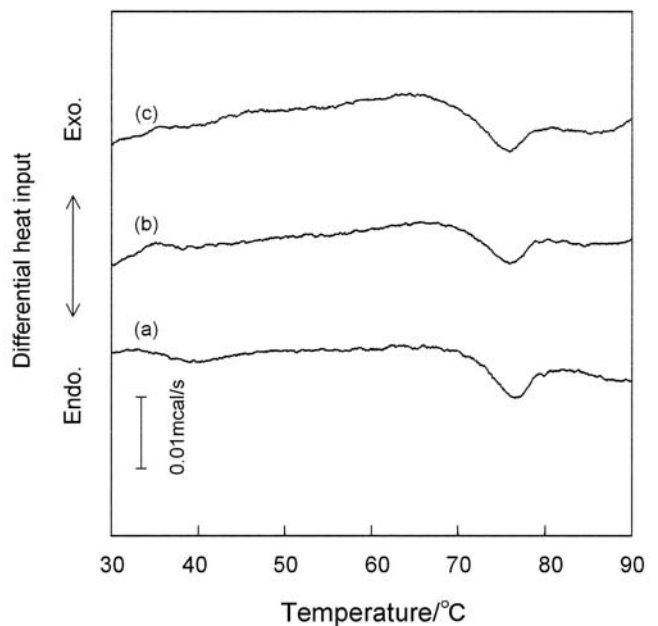


Fig. 3 DSC thermograms of a Japanese common flying squid heated at 60°C for the following time period:

(a) 30minutes, (b) 60minutes, and (c) 120minutes

につれて消失していくことが判明した。

いかなの場合、生の試料と加熱処理した試料とを比較すると、
(1) ミオシンによるピークは、55°C 以上で加熱処理した試料では消失している。ミオシンのピークトップは 47°C 付近なので、一度 55°C 以上で加熱した場合、ミオシンの熱変性がすでに完了しているのは当然の結果といえる。

(2) アクチンによるピークは、70°C 以上で加熱処理した試料で

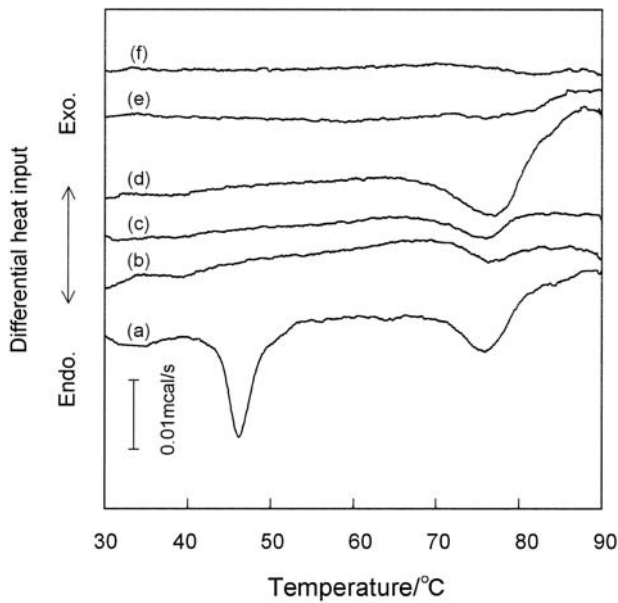


Fig. 4 DSC thermograms of spear squids heated at the following temperatures for 30 minutes:
(a) raw, (b) 55°C, (c) 60°C, (d) 65°C, (e) 70°C, and (f) 100°C

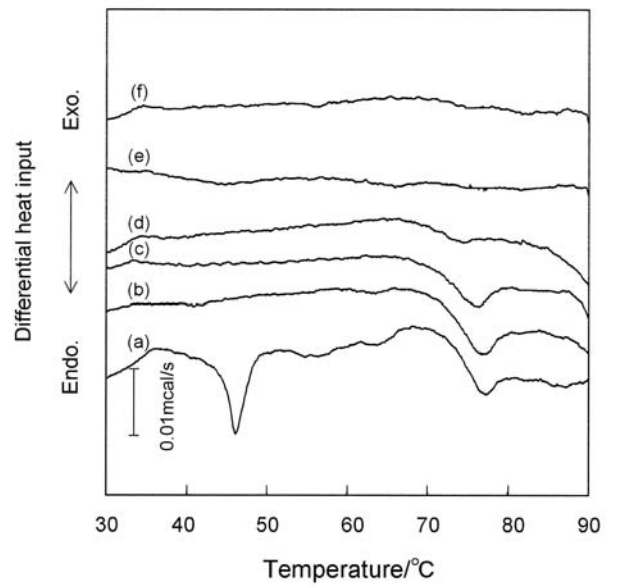


Fig. 5 DSC thermograms of a Japanese common flying squids heated at the following temperatures for 30 minutes:
(a) raw, (b) 55°C, (c) 60°C, (d) 65°C, (e) 70°C, and (f) 100°C

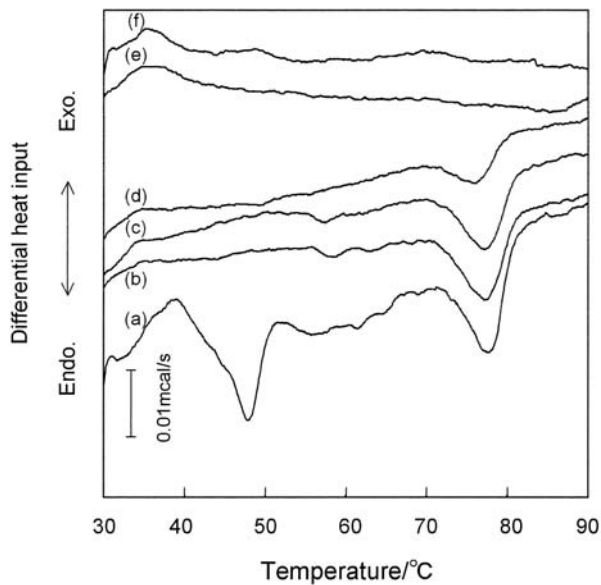


Fig. 6 DSC thermograms of golden cuttlefishes heated at the following temperatures for 30 minutes:
(a) raw, (b) 55°C, (c) 60°C, (d) 65°C, (e) 70°C, and (f) 100°C

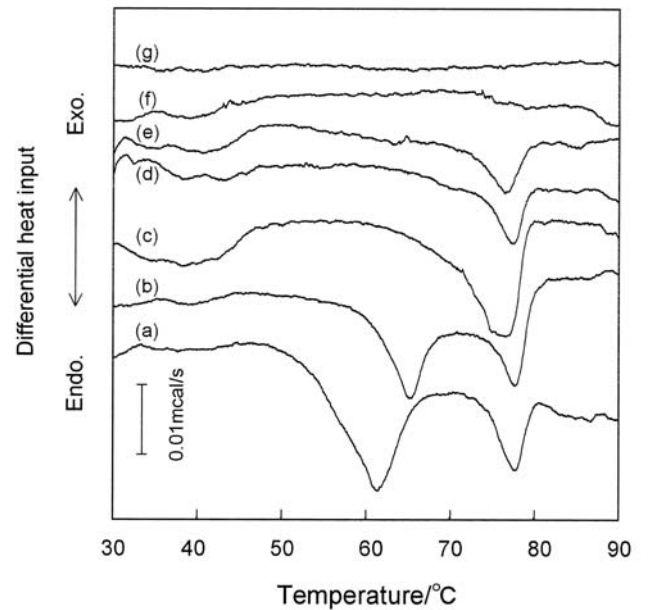


Fig. 7 DSC thermograms of beef heated at the following temperatures for 30 minutes:
(a) raw, (b) 55°C, (c) 60°C, (d) 65°C, (e) 70°C, (f) 75°C, and (g) 100°C

は消失した。アクチンのピークトップは75°C付近であるが、70°Cで加熱処理した試料ですでに消失したことは、70°Cの段階でアクチンの変性が始まっていることを示唆している。しかし、実際にはDSC測定の変温速度に比べてたんぱく質の変性には時間がかかり、70°Cになった段階ですぐにアクチンの

熱変性を終えることができなかったため、ピークトップが75°C付近になったものと考えられる。

Fig. 7に牛肉を測定して得られたDSC曲線の加熱処理温度による変化を示す。いかの場合と同様に、二つの吸熱ピークは、加熱処理温度が高くなるにつれて消失していくことが判明した。

牛肉では、62℃付近のミオシンによるピークは60℃で加熱処理した試料で消失し、77℃付近のアクチンによるピークは75℃で加熱処理した試料で消失した。これらについても、DSC 測定の昇温速度に比べてたんぱく質の変性に時間がかかるためと考えられる。

4. 要 約

生のいか及び牛肉から得られた DSC 曲線には主に二つの吸熱ピークが認められ、これらは筋肉のたんぱく質の主成分である

ミオシンとアクチンの熱変性によるものと考えられる。

認められた二つの吸熱ピークは、加熱処理の温度が高くなるにつれて、たんぱく質の熱変性が進行するために消失していくことが判明した。したがって、DSC 曲線を測定することが、加熱処理の有無についての判断の材料の一つとなりうることがわかった。

文 献

- 1) 木村郁夫, 杉本正明, 藤田孝夫 : 熱測定, 14, 37 (1987)
- 2) J.R.Quinn,D.P.Raymond, and V.R.Harwalkar : Journal of Food Science, 45, 1146 (1980)
- 3) 奥積昌世, 藤井建夫 : “イカの栄養・機能成分”, (2000) (成山堂)
- 4) D.J.Wright, I.B.Leach and P.Wilding : Journal of the Science of Food and Agriculture, 28,557 (1977)
- 5) Katsuji Shiga, Takayasu Kami, and Masaya Fujii : Journal of Food Science, 53, 1076 (1988)