加糖練乳のしゅ糖定量に関するレイン-エイノン法 とポラリメーター法の比較

(昭和 43 年 8 月 22 日 受理)

吉 野 梅 夫* 西 沢 慎 子*
山 内 邦 男* 津 郷 友 吉*

Comparison of Japanese Official Lane-Eynon Method for the Determination of Sucrose in Sweetened Condensed Milk with Polarimetric Method

Umeo YOSHINO, Shinko NISHIZAWA, Kunio YAMAUCHI
and Tomokichi TSUGO

(Faculty of Agriculture, University of Tokyo: Bunkyo-ku, Tokyo)

Lane-Eynon volumetric method, the Japanese official method for the determination of sucrose in sweetened condensed milk, was compared with the polarimetric method proposed by International Dairy Federation as the International Standard.

The difference between the two methods was $-0.49\% \sim +0.33\%$, and was not considered significant. In sweetened condensed milk (two to eight months after manufacture), $0.030\% \sim 0.048\%$ of invert sugar was found. This amount of invert sugar, however, did not interfere the determination of sucrose by either method.

Because of its simplicity and rapidity, Lane-Eynon method is suitable for routine method. But the further studies are needed on the effect of calcium and the change of copper reducing power of lactose at the condition of inversion of sucrose.

(Received August 22, 1968)

加糖練乳のしゅ糖定量の国内法としてはレイン-エイノン法が採用されている¹⁾。この方法は Lane および Eynon の原法²⁾を加糖練乳のしゅ糖定量に適用した佐藤の報告³⁾に基づくものであり、その簡便さにおいてすぐれている。一方、国際的には AOAC 法⁴⁾はポラリメーター（旋光計）を使用する方法（以下、ポラリメーター法とよぶ）を公定法とし、国際酪農連盟 (IDF, International Dairy Federation) もポラリメーター法の採用を提案している⁵⁾。本実験は IDF 草案によるポラリメーター法をレイン-エイノン法と比較し、国内法改訂の必要性を検討したものである。

実験方法

レイン-エイノン法は食品衛生検査指針¹⁾により、ポラリメーター法は IDF 法によりそれぞれ行なった。分析した試料は、しゅ糖を添加した牛乳および市販の加糖練乳である。

ポラリメーター法では酢酸亜鉛とフェロシアン化カリウムによる除タンパク液の転化前後の旋光度を測定し、さらに試料の脂肪とタンパク質を別に定量し、これらの値から所定の計算式によりしゅ糖含量を求める。レイン-エイノン法では加糖練乳希釈液の転化前後におけるフェーリング液還元力の差からしゅ糖含量を求める。なお、転化時の塩酸濃度、温度、および時間は両方法間に差があるが、本実験ではこの点についてはとくに検討しない。

脂肪はリョーゼゴットリーブ法、タンパク質はケルダール法により測定した。旋光度は日本分光工業製のオートマチックポラリメーター (DIP-S 型) を用い、20 mm のセルで 20° において測定した。

試料中の転化糖量を推定するため、試料中のグルコースをグルコースオキシダーゼ (Worthington Biochem. 社製の Glucostat) を用いた比色定量法⁶⁾によって測定し、これを 2 倍して転化糖量とした。

実験結果

1. 牛乳に添加したしゅ糖の定量

* 東京大学農学部農芸化学科：東京都文京区弥生 1 丁目

Table 1. Comparison of Sucrose Content of Sweetened Condensed Milk Determined by Lane-Eynon and Polarimetric Methods

Sample*	Lane-Eynon method			Polarimetric method			(I) - (II)
	Sucrose	Mean	Difference between two determinations	Sucrose	Mean	Difference between two determinations	
	%	% (I)	%	%	% (II)	%	
A	45.97	45.90	0.14	45.69	45.63	0.12	0.27
	45.83			45.57			
B	45.37	45.36	0.02	45.10	45.19	0.17	0.17
	45.35			45.27			
C	44.04	44.06	0.04	44.24	44.17	0.13	-0.11
	44.08			44.11			
D	45.36	45.38	0.05	45.13	45.05	0.16	0.33
	45.41			44.97			
E	43.33	43.30	0.07	43.71	43.79	0.16	-0.49
	43.26			43.87			
F	43.50	43.63	0.25	43.65	43.67	0.04	-0.04
	43.75			43.69			
G	43.99	43.99	0	44.28	44.38	0.20	-0.39
	43.99			44.48			
H	43.60	43.43	0.34	43.82	43.88	0.12	-0.45
	43.26			43.94			
I	43.33	43.48	0.29	43.38	43.33	0.10	0.15
	43.62			43.28			
J	43.48	43.55	0.14	43.64	43.77	0.25	-0.22
	43.62			43.89			
Mean			0.134			0.145	

* Analysis were done within 6 months after manufacture

牛乳 800 g にしょ糖 (試薬特級, 転化糖0.15%以下) 144.00 g を溶解し, 水で 1,000 ml とする. この 125 ml (牛乳 100 g としょ糖 18.00 g を含み, しょ糖含量45%の加糖練乳 40 g に相当する) を 200 ml のメスフラスコにとり, ポラリメーター法により定量した. レイン-エイノン法では上記しょ糖添加牛乳 30 ml を 500 ml に希釈して用いた. 同一試料について 6 回繰り返し測定を行なった結果, その平均値は理論値45%に対し, ポラリメーター法では 44.68% レイン-エイノン法では44.76%であった.

2. 市販加糖練乳のしょ糖定量

10試料についてしょ糖定量を行なった結果は Table 1 に示すとおりである. レイン-エイノン法とポラリメーター法との差は -0.49 ~ +0.33%であった. 両定量法の間の差は有意ではない.

加糖練乳を長期に保存すると, しょ糖が一部転化することがある. 本実験で分析した試料はいずれも製造後 6 か月以内のものであるが, 製造後 2~8 か月の市販品 12 試料について測定した結果, 転化糖の量は 0.030~0.048%, 平均 0.032%であった. しかし, 加糖練乳に 0.05% の転化糖 (グルコースとフラクトースの等量混合液を用いた) を加えたものについて試験した結果, この程度の量の転

化糖の存在はいずれの方法によるしょ糖の定量結果にも有意の差を与えないことが認められた.

考 察

ポラリメーター法で加糖練乳のしょ糖を定量するときには, 脂肪とタンパク質の定量をも同時に行なわなければならない. これは除タンパクに伴う容量変化を補正するために必要なのであるが, 定量所要時間を非常に長くする. 脂肪とタンパク質の測定誤差がしょ糖含量に与える影響は少ない. すなわち, 加糖練乳の脂肪およびタンパク質の含量がそれぞれ 8%, しょ糖含量 45% のときに, 脂肪, タンパク質のいずれかの値が 0.1% 変化するとしょ糖は約 0.05% 変化するが, これは 45% のしょ糖に対して約 0.1% の変動に過ぎず, 本実験では脂肪とタンパク質の値は 2 回測定の平均値を採用し, とくにその精度の検討は行なわなかった.

本報で使用したポラリメーターの読取カウンターの最小桁は 0.001° であり, 測定時の再現性は 0.002° である. 転化前または後の旋光度が 0.002° 変化するとしょ糖含量は約 0.1% 変化した. これもしょ糖含量に対しては約 0.2% の変動にすぎない. 本実験に用いたポラリメーターでは旋光度の測定には読取誤差は全く入らないが, 肉眼で観察する型式のものではどの程度の精度が得られる

かを検討する必要がある。

IDF 法では予備試験として、ここに記したような牛乳へのしよ糖添加実験を行なうことが定められていて、その際の定量値がしよ糖の理論値45%に対し0.1%以内の差で一致しなければならないと述べられている。本報では上述のとおり、45%に対し44.68%となり、0.1%以上の差が生じたが、この点についてはとくに検討しなかった。用いたしよ糖をそのまま水に溶かして旋光度を測定した結果では99.8%以上の純度を有するものと認められたので、この差はおそらく分析操作による誤差に基づくものと考えられる。分析の各操作に伴う誤差を考慮すると、0.1%以内という規定はいささか厳しすぎるように思われる。

ポラリメーター法では同時に定量した2つのしよ糖値が加糖練乳 100 g について 0.3 g 以上異なってはならないとの規定がある。市販品10試料の分析では繰り返し測定値間の差は0.04~0.25%, 平均0.145%であった。レイン-エイノン法ではこの点についてはとくに規定はないが、しよ糖0.3%の変化に対応する滴定値は転化前では1.3 ml, 転化後では0.1 ml になり、転化後の滴定値の影響が大きい。レイン-エイノン法の滴定終点は不明確といわれるが、習熟すれば2つの滴定値の差を0.1 ml 以内にすることは困難ではない。ただし、原報²⁾で示されているように、最初の糖液の添加量を所要量より0.4~0.8 ml 少なくし、メチレンブルーを加えてから10~15秒毎に2滴ずつ滴下し、3分以内に滴定を終了させることが必要である。滴下間隔が短かすぎると滴定量は多くなり、糖定量値が低くなる。Table 1 に示したように、本実験におけるレイン-エイノン法の同一試料に対する繰り返し測定値間の差は0~0.34%, 平均0.134%であった。ポラリメーター法のそれと比較すると差のばらつき程度が大きいようにみえるが有意な差ではない。また、差の平均値についても両定量法間に有意差はないから両定量法の精度は同程度と考えられる。

しよ糖添加牛乳および Table 1 に示された市販の加糖練乳試料についての両定量法の測定値の差は-0.49~+0.33%で、この差は約45%のしよ糖含量に対し1%程度の誤差になる。しかし、両定量法間のこの差は有意なものではない。

このように精度、正確度においてレイン-エイノン法は国際標準法であるポラリメーター法との間に有意な差はなく、タンパク質と脂肪の同時測定を必要とし、ポラリメーターのようなやや特殊な機器を必要とするポラリメーター法に比べ、その測定操作は簡便で迅速に行なわれる利点がある。

ただし、レイン-エイノン法による加糖練乳のしよ糖定量法に関しては、平松⁷⁾は乳糖としよ糖の共存の影響を考慮すべきこと、およびしよ糖の転化条件で乳糖の加水分解がほとんど認められないことから乳糖の還元力増加

を2.85%見込んでいる現行の計算法に疑問があることなどを述べている。乳糖の還元力が全く増加しないとして計算すると Table 1 に示された試料については0.2~0.3%のしよ糖値増加となる。また、レイン-エイノン法に対して Ca が影響することが指摘されており^{8)~10)}、著者らもさきの報告で Ca の影響を除けば牛乳の乳糖についてはクロラミン T 法と同じ結果が得られること、および加糖練乳についてはしよ糖含量が約0.2%減少することを明らかにした¹¹⁾¹²⁾。

したがって、レイン-エイノン法が加糖練乳のしよ糖定量に十分用い得るものとしても、これらの諸点についてさらに詳しく検討する必要があると思われる。

要 約

1. 加糖練乳のしよ糖をレイン-エイノン法とポラリメーター法で定量した結果、両定量法間に-0.49%~+0.33%の差があったが有意な差とは認められなかった。精度は両方法間に差はない。
2. 製造後2~8か月の市販加糖練乳には0.030~0.048%の転化糖が存在したが、この程度の量の転化糖の存在はしよ糖の定量値に有意の差を与えない。
3. 定量操作の簡便性、迅速性においてレイン-エイノン法が勝ると思われるが、Caの影響など、検討すべき点が残っている。

本研究は社団法人日本国際酪農連盟が地方競馬全国協会の補助により行なった牛乳・乳製品の成分規格設定事業(昭和41年度)の一部として東京大学農学部農芸化学科畜産物利用学研究室において実施したものである。

文 献

- 1) 厚生省編纂：衛生検査指針Ⅲ。食品衛生検査指針(I)の〔Ⅱ〕のⅢ。畜産食品衛生検査法 p. 21 (1960)。
- 2) J. H. Lane, L. Eynon: J. Soc. Chem. Ind. 42, 32 T (1923)。
- 3) 佐藤勘之助：北海道工試報, 51, 1 (1934)。
- 4) Methods of Analysis AOAC 10th Ed. p. 240 (1965)。
- 5) International Dairy Federation: V-Doc 64 (1966); 日本国際酪農連盟資料第12号 V-1 (1966)。
- 6) M. Blecher, A.B. Glassman: Anal. Biochem. 3, 343 (1962)。
- 7) 平松 尊一：関税中央分析所報 No. 1, 23 (1965)。No. 3, 19 (1966)。
- 8) L. Eynon, J. H. Lane: J. Soc. Chem. Ind. 42, 143 T (1923)。
- 9) F. E. Murphy: Analyst 85, 720 (1960)。
- 10) J. G. N. Gaskin: Analyst 40, 318 (1935)。
- 11) 津郷友吉, 山内邦男, 谷口宏吉：食衛誌, 8, 447 (1967)。
- 12) 吉野梅夫, 田中恵子, 山内邦男：同上, 9 (6), (1968)。