

## 粗繊維定量法における シリカーアルミナ系濾過助剤の検討

### Use of Silica-alumina filter in Determination of Fiber

木原 敏博 恵花 孝昭 阿部 敦子 米森 宏子  
山本 優 赤石 尚一 大内 格之 富澤 政  
菊地由生子 高杉 信男

Satohiro Kihara, Takaaki Ebana, Atsuko Abe, Hiroko Yonemori,  
Masaru Yamamoto, Shyoichi Akaishi, Kakuyuki Ōuchi, Masashi Tomisawa,  
Yuko Kikuchi and Nobuo Takasugi

#### 1. 序 文

食品中の粗繊維は、主として繊維素、リグニン、及びペントザンからなり、希酸及び希アルカリによって加水分解されず、アルコール及びエーテルに不溶性及び難溶性の細胞壁成分であって、人体内でほとんど利用されない食品成分である。

「四訂日本食品標準成分表」では、粗繊維の定量法としてヘンネベルグ・ストーマン改良法（以下「H.S改良法」と略す）を採用している。

H.S改良法では粗繊維の濾過に濾過助剤としてアスベストを用いている。アスベストは発ガン性などの問題で環境汚染物質として近年クローズアップされており、H.S改良法でもアスベストの調製に煩雑な操作が多くアスベスト粉の飛散による実験室内汚染が危惧される。

筆者らは、試験検査に関しても環境汚染につながる物質の使用は極力避けるべきであると考え、今回、アスベストの代替濾過助剤として、アスベストを含まず、濾過助剤としての調整も不要なシリカーアルミナ系濾過助剤（商品名・フィルセーラ）を用いた方法（以下「S.A法」と略す）のH.S改良法への適用について、比較、検討を行い若干の知見を得た

ので報告する。

#### 2. 方 法

##### 2-1 試 料

実試料として、成分組成や粗繊維含有量の異なる試料について比較するための試料として、穀類を1種類（中華麺）、豆類を1種類（きなこ）、野菜類を3種類（紅しょうが、メンマ、菊花）、果実類を1種類（バナナ）、きのこ類を1種類（マッシュルーム）、藻類を2種類（わかめ、くきわかめ）、魚介類を1種類（くらげ）の計10種類を用いた。なお、中華麺、菊花、バナナ、マッシュルーム、については凍結乾燥品を用いた。またS.A法の粗繊維量の再現性を見るための試料として、市販の健康食品（食物繊維加工食品）を用いた。

##### 2-2 使用器具および試薬

ガラスフィルター・1G-3

セパレート型ガラスフィルター：セパレートのフィルター部分にアセテート製濾紙をしいて用いた。

シリカーアルミナ系濾過助剤：イソライト工業株式会社製 フィルセーラ

アスベスト・アスベストの繊維を適当な長さに切り、よくほぐしてピーカーに入れ、約5%水酸化ナトリウム溶液を加え、水浴上で8時間以上加熱した後、熱湯で充分洗う。つぎに20%塩酸を加えて水浴上で8時間以上加熱した後、熱湯でよく洗い、乾燥させた後、600~700度に強熱する。放冷後その少量に1.25%硫酸溶液を加えて熱し、ついで水洗し、さらに1.25%水酸化ナトリウム溶液を加えて熱する。但し、この操作によって、溶解してしまうもの、及び膨潤してしまうものは使用できない。

その他の器具、試薬類は、すべてH.S改良法に準拠した。

### 2-3 試験法

#### 2-3-1 H.S改良法

衛生試験法注解の粗繊維の項に準拠した。試料の乾燥温度、灰化温度はそれぞれ110℃、500℃に設定した。

#### 2-3-2 S.A法

試料を細かく裁断した後、必要によりエーテルで脱脂を行う。試料を500mlの平底フラスコに移し、これにシリカーアルミナ系濾過助剤を約0.5g加える。フラスコに熱した1.25%硫酸200mlを加え、直ちに還流冷却管をつけて1分以内に沸騰するように加熱する。沸騰後は穏やかに沸騰が続くように火力を調整する。正確に30分煮沸した後、セパレートタイプの濾過器を用いて吸引濾過し、さらに濾液が酸性を呈しなくなるまで熱水で洗浄する。次にシリカーアルミナ系濾過助剤と共に濾別された不溶物を、熱した1.25%水酸化ナトリウム溶液200mlのうちの一部を用いて元のフラスコに戻し、残りの水酸化ナトリウム溶液をすべて加える。このフラスコに還流冷却管をつけて3分以内に沸騰するように加熱する。硫酸の時と同様に30分間煮沸した後、内容物を1G-3るつぼ型ガラスフィルターにそそぎ込み吸

引濾過する。

濾液がアルカリ性を呈しなくなるまで熱水でフィルター内を洗浄する。最後にエタノール約15mlで洗浄する。ガラスフィルターを110℃の恒温乾燥器に入れて恒量になるまで乾燥して重量をはかる。次に500℃の電気炉中で恒量になるまで加熱して重量をはかる。粗繊維量(%)は次式によって求められる。

$$\text{粗繊維 (\%)} = \frac{W_1 - W_2}{S} \times 100$$

$W_1$  : ガラスフィルターを110℃で乾燥、恒量にしたときの重量(g)

$W_2$  : 電気炉で加熱恒量にしたときの重量(g)

$S$  : 試量採取量(g)

### 3. 結果及び考察

#### 3-1 再現性について

S.A法での粗繊維量の再現性について試験を行った。その結果を表1に示す。

試験は、健康食品(食物繊維加工食品)を試料として用い5回の繰り返し分析を行った。結果は13.24%を平均として±0.08%以内のばらつきであり、標準偏差は0.06と良好な再現性が認められた。

#### 3-2 H.S改良法とS.A法の比較

成分組成の異なる試料において、両法間にどのような差を生じるか、また、粗繊維含有量の異なる試料においてどのような差を生じるか、10種の実試料を用いてH.S改良法と、S.A法での粗繊維量の比較を行った。その結果を表2に示す。

表1 シリカーアルミナ系の濾過助剤を用いた場合の粗繊維量の再現性

試料番号	試料採取量 (mg)	粗繊維量 (%)
1	40.9	13.20
2	40.6	13.30
3	41.8	13.16
4	41.6	13.22
5	41.3	13.32

表2 H.S改良法とS.A法での粗繊維量の比較

	試料	H.S改良法 (%)	S.A法 (%)	H.S改良法との差
1	穀類：中華麺	0.29	0.06	-0.23
2	豆類：きなこ	4.76	5.42	0.66
3	野菜類：紅しょうが	1.22	1.04	-0.18
4	野菜類：メンマ	2.06	2.12	0.06
5	野菜類：菊花	7.34	7.56	0.22
6	果実類：バナナ	3.27	3.13	-0.14
7	きのこ類：マッシュルーム	10.62	10.65	0.03
8	藻類：わかめ	0.44	0.31	-0.13
9	藻類：くきわかめ	0.92	1.03	0.11
10	魚介類：くらげ	0.11	0.06	-0.05

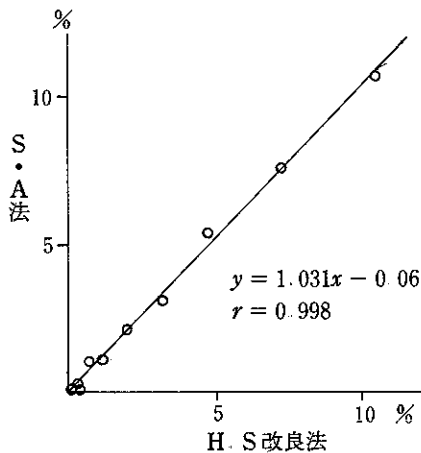


図1 粗繊維量に関するH.S改良法とS.A法の相関

両法での粗繊維量の相関をグラフにプロットしたのが図1である。両法について、粗繊維量に関する相関係数は0.998、回帰直線の傾きは1.031であり10種類の成分組成の異なる実試料において、両法間に良好に相関が認められた。

また、10種類の実試料の粗繊維含有量の範囲は、

0.29%から10.62% (H.S改良法による)であったが、両法間での粗繊維量の差は絶対値として、最大値がきなこの0.66%、最小値はマッシュルームの0.03%、標準偏差は0.25であり粗繊維含有量の広い範囲において有意差は認められなかった。

#### 4. まとめ

今回、筆者らは、クリーンアナリシスを目的に、粗繊維定量法で用いられているアスベストの代替品としてシリカーアルミナ系濾過助剤の適用を試みた。試験は、S.A法による粗繊維量の再現性及び、10種の実試料を用いてH.S改良法との比較について行った。試験の結果、良好な再現性が得られ、また実試料を用いたH.S改良法との比較についてもよく対応した結果が得られた。

以上の結果より、食品中の粗繊維定量法に用いられているアスベストに変わる濾過助剤として、シリカーアルミナ系濾過助剤が適用できるものと思われるが今回の試験は、試料が10種類と少なくS.A法が食品全てにわたって適用できるかは、今後更なる検討が必要である。