

サイロイドの理化学的性状と粉末食品への サイロイド添加の影響

多田 幹郎, 白石 正英

Physico-chemical Properties of Syloid and the Effect of
its Addition on Pulverized Food

Mikiro TADA and Masahide SHIROISHI

Syloid is a minute crystal of anhydrous silica, the use of which has been permitted by F.D.A. in 1966 as an anticaking agent for pulverized food. Silica is essentially an adsorbent, and used for chromatography to isolate various chemical compounds. It is, therefore, anticipated that it may adsorb the nutrients to decrease the nutritive value of food, when used as the food additive.

This report describes some physico-chemical properties of syloid, the determination of syloid added to food, and the adsorption of some nutrients. Recovery of syloid, more than 96 per cent, was determined. Nutrients such as amino acids, vitamin C and glucose were scarcely adsorbed by syloid. Thiamine was a little adsorbed only in an alkaline medium. Either denaturation or decomposition of the nutrients was not observed by paper partition chromatography and absorption spectrum.

緒論

サイロイド (Syloid) は粉末食品, 粉末果汁, 粉末嗜好飲料, 粉末香辛料, 砂糖, 食塩などの固結防止剤として1966年米国F.D.A.により, その使用が許可された無水硅酸の微粉末である。

硅酸は種々の化合物の分離用としてクロマトグラフィーに広く使用されており, 化合物を吸着する性質をもっている。したがって上述の目的に使用するとき, 栄養素を吸着して栄養価の低下をもたらすおそれのあることが懸念される。

本報告はサイロイドの性状, 食品に添加されたときサイロイドが充分定量し得るかどうか, および栄養素に対するサイロイドの添加の影響を検討したもので, 粉末食品への利用に際して上述の懸念の殆んどないことが明らかになった。

実験の部

I. サイロイドの純度試験

1) 灼熱減量

試料2~3gを磁製ルツボに精秤し, 950°Cにて2時間加熱したのち, 室温にまで放冷し, 再び精秤して加熱前後の差を求め灼熱減量とした。

2) 無水硅酸 (SiO_2) の定量¹⁾

試料5.0gを白金皿に正確に秤取し, 蒸溜水にて湿し, 硫酸 (1:1) 1ml および弗化水素

酸30mlを加え、白煙のなくなるまで加熱したのち、950°Cにて20分間加熱した。室温に放冷したのち精粹し、これを残渣とした。無水硅酸量は次式により算出した。

$$\text{SiO}_2\% = \frac{(\text{試料重量} - \text{試料重量} \times \text{灼熱減量率}) - \text{残渣}}{\text{試料重量} - (\text{試料重量} \times \text{灼熱減量率})} \times 100$$

3) Fe₂O₃ の定量²⁾

試料5.0gを白金皿に精粹し、蒸溜水にて湿し、硫酸(1:1)1mlと弗化水素酸30mlを加えて蒸発乾涸したのち、塩酸10ml、蒸溜水25mlを加えて溶解し、蒸溜水を加えて100mlとした。この被検液10mlをとり、10% 塩酸ヒドロキシルアミン水溶液2mlを加えたのち、コンゴーレッドpH指示試験紙が赤変するまで20%酢酸アンモニウムを添加する。次に0.1%オルトフェナントロリン5mlを加え、蒸溜水にて100mlとし、10分間放置後分光光度計にて525mμにおける吸光度を測定し、別に酸化第二鉄の0.1N 塩酸溶液を適宜稀釈してフェナントロリン法にて求めた標準曲線より鉄量を求め次式より鉄(Fe₂O₃)%を算出した。

$$\text{Fe}_2\text{O}_3\% = \frac{\text{Fe}_2\text{O}_3\text{量}}{\text{試料重量} - (\text{試料重量} \times \text{灼熱減量率})} \times 100$$

4) Al₂O₃ の定量³⁾

前記Fe₂O₃定量の際の被検液25mlをとり、蒸溜水50mlを加え、アンモニヤ(1:1)にてpH1とし、20%酢酸アンモニウムを加えてpH3に調整したのち、酢酸緩衝液(pH3.0)5mlを加え、Cu PAN(1-Pyridylazo-2-naphthol)指示薬0.5mlを添加し、加熱煮沸しつつ0.01M EDTAにて滴定し、液の赤色が黄変する点を滴定終点とする。EDTAは鉄およびアルミニウムにより消費されるので、次式によりアルミニ%を求めた。

鉄により消費されるEDTA量=前記(3)のFe₂O₃測定値mg ÷ 0.5585 mg/ml

$$\text{Al}_2\text{O}_3\% = \frac{0.2698 \times \text{EDTA量(全消費量} - \text{Fe}_2\text{O}_3\text{による消費量)}}{\text{試料重量} - (\text{試料重量} \times \text{灼熱減量率})} \times 100$$

5) Na₂O の定量⁴⁾

試料5.0gを白金皿に精粹し、蒸溜水にて湿し、硫酸(1:1)1mlおよび弗化水素酸30mlを加え、砂浴上で白煙の生じなくなるまで蒸発乾涸し、冷却後塩酸10ml、蒸溜水40mlを加えて溶解した。この溶液を蒸溜水にて100mlとし、試験液とする。この試験液10mlに蒸溜水を加えて100mlとし、炎光分光器にて下記標準液と比較測定した。比較標準液はNa₂Oとして100ppm/mlの蔴酸ナトリウム溶液を使用し、次式によりNa₂O%を算出した。

$$\text{Na}_2\text{O}\% = \frac{\text{Na}_2\text{O量(ppm)} \times 10^{-3}}{\text{試料重量} - (\text{試料重量} \times \text{灼熱減量率})}$$

6) 硼素の定量⁵⁾

試料0.5gに希塩酸5mlを加え、15分間よく振り混ぜながら70°Cに加熱し、すみやかに冷却した後、濾過する。残留物を希塩酸5ml、ついで蒸溜水10mlで洗い洗液を濾液に合わせ、これを試験溶液としてヒ素の試験を行なう。このとき、2ppm以下でなければならない。

7) 重金属の定量⁶⁾

試料2gに蒸溜水14ml、塩酸2mlおよび硝酸1mlを加え、水浴上で15分間振り混ぜながら加熱し、冷後蒸溜水を加えて50mlとし濾過する。その濾過25mlをとり、水浴上で蒸発乾固した後、希酢酸2mlおよび蒸溜水20mlを加えて溶かし、必要があれば濾過し、これを試験溶液として重金属の試験を行なう。このとき、その量は50ppm以下でなければならない。

II. サイロイドの性状試験

1) pH

試料 5 g に蒸溜水 100ml を加え、5 分間攪拌したのち 5 分間静置し、その上澄液の pH を pH メーター（日立製作所 M-5 型）にて測定した。

2) 平均粒子径⁷⁾

米国フィシャー社製サブシープサイザーを使用して空気透過法にて測定した。

3) 粒度分布⁸⁾

日立製作所製 PA-100 粒度分布測定器を使用し、光透過法にて測定した。

4) 平均比表面積⁹⁾

液体窒素の温度で窒素ガスを吸着させて BET 簡便法にて測定した。

5) 見掛け比重

200ml 容のメスシリンダーに試料 10~50g を入れ、厚さ 1 cm のゴム板上で試料の体積が一定になるまで軽くメスシリンダーの底を叩き、そのときの体積の読みと重量より見掛け比重を求めた。

6) 吸水率測定法¹⁰⁾

170°C にて 2 時間加熱したサイロイド試料 0.1~0.2 g を予め精秤した秤量瓶に均等にひろげ、すばやく蓋をしてデシケーター中で室温になるまで冷却したのち精秤した。次に JIS Z 0701 包装用乾燥剤の処方により第 1 表に示す夫々の関係湿度を与えるデシケーター中に入れ平衡に達するまで測定し、そのときの增量分を吸水量とし、吸水率を求めた。

7) 粉末食品中の SiO₂ の定量法¹¹⁾

粉末食品 5 g または粉末食品にサイロイドを添加した混合試料（サイロイド 0.04~0.05 g + 粉末食品 5.00 g）を白金皿に入れ、500~550°C にて灰化したのち、10%苛性ソーダ 60ml を加え、砂浴上にて 100°C、1 時間液量が余り減少しないように注意して水を補いつつ加熱を続けた。これを濾過水洗し、水を加えて全量を 100ml に稀釀した。この液 4 ml をとり、蒸潛水 25ml とフェノールフタレン指示薬を加え、硫酸（1:11）にて中和したのち、硫酸（1:11）2.5ml と 10% モリブデン酸アンモニウム 4 ml を加えてよく混合し、15 分後 10% 酒石酸 3 ml を加え、水にて 100ml とし、2 分後 430m μ にて比色定量した。このとき使用した SiO₂ 標準液は次の如くにして調製した。サイロイド 65 を 6 N 塩酸にて加熱処理、濾過を 2 回反覆し、最後に塩素イオンのなくなるまで水洗したのち乾燥し、950°C で灼熱する。冷却後白金ルツボにて精秤し、炭酸ナトリウムを加えて熔融したのち水を加えて標準液を調製した。

III. サイロイドによる栄養素の吸着試験

1) 試 料

(i) サイロイド No. 65, No. 72, No. 244

(ii) アミノ酸 アラニン、グルタミン酸ソーダ、リジン

(iii) ビタミン ビタミン B₁ 塩酸塩、ビタミン C

(iv) 糖 グルコース

2) 実験方法

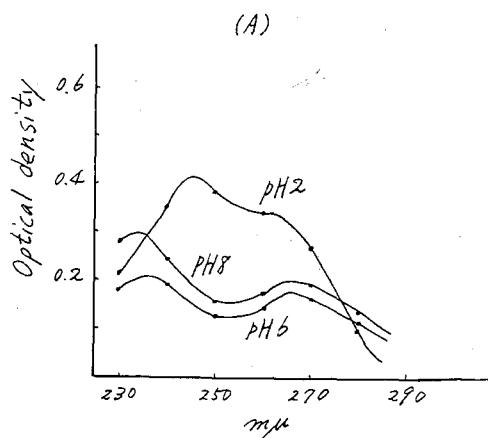
上記栄養素を夫々 3 種類の緩衝液：塩酸一塩化カリ（pH 2.05）、クエン塩一リン酸ソーダ（pH 6.05）及びリン酸ソーダ（pH 8.0）にとかし、50 μg/ml 濃度の溶液を調製した。この試料栄養素溶液 20ml を夫々共栓付三角フラスコにとり、これにサイロイド 200 mg (10 mg/ml) あ

るいは 20 mg (1 mg/ml) を加え, 35°C, 1 時間振盪 (80 strokes/min) したのち, 6,000 r.p.m. にて 10 分間遠心分離し, その上澄液をとて下記の方法にて夫々の栄養素量を定量した。

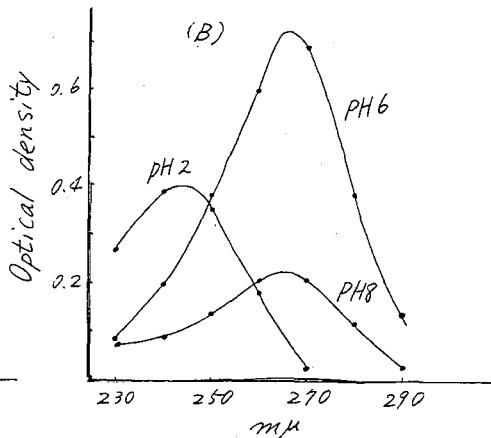
(a) アミノ酸の定量: ニンヒドリン比色定量法による。

(b) ビタミンの定量: 分光光度計による吸光度測定法による。

ビタミン B₁ および C の紫外外部吸収スペクトルは第 1 図に示した如く, 溶液の pH により shift する。したがってビタミン B₁ の定量は 246 m μ (pH 2.0), 265 m μ (pH 6.0 および pH 8.0) における吸光度から算出した。同様にビタミン C は 244 m μ (pH 2.0), 266 m μ (pH 6.0 および pH 8.0) における吸光度より算出した。



第 1 図(A) ビタミン B₁ (10 μg/ml) の
紫外外部吸収スペクトル



第 1 図(B) ビタミン C (10 μg/ml) の
紫外外部吸収スペクトル

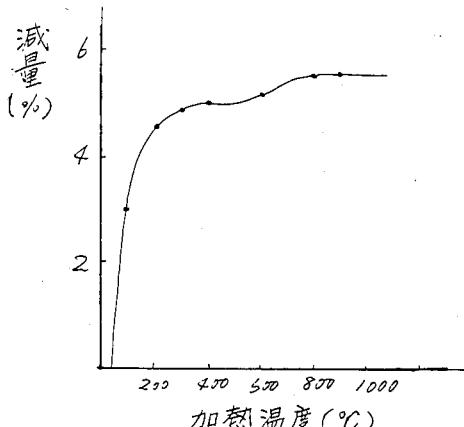
(c) グルコースの定量: アンスロン比色定量法による。

(d) ペーパークロマトグラフィー: アミノ酸 および グルコースについて n-BuOH: AcOH: H₂O (4:1:5) を展開剤とし, 夫々ニンヒドリンおよび O-アミノデフェニール発色によるペーパークロマトグラフィーにて分解あるいは変性の有無をしらべた。

実験結果並びに考察

I. サイロイドの純度

サイロイドの純度試験の結果は第 1 表に示した。サイロイドの 3 グレード (65, 72, 244) はいずれも白色の流動性粉末でその SiO₂ 含量は 99.2 % 以上である。また不純物含量は 3 試料 (3 グレード) の間に大差はないが, Al₂O₃ 含量においてサイロイド 65 は他の 2 つより僅かに少ない。灼熱減量における加熱温度は 950°C である。食品添加物公定書に規定する強熱減量¹²⁾においては 450~550°C であるが, 第 2 図に示したように, この加熱温度の範囲では完全な平衡に達せず 800°C 以上ではじめて平衡に達することができるから, 950°C 加熱での減量をもって灼熱減量とした。この灼熱減量は 3 試料 (3 グレード) 間にかなりの差が認められ, サイロイド 65 の灼熱減量が最も大きい。



第2図 加熱温度と減量

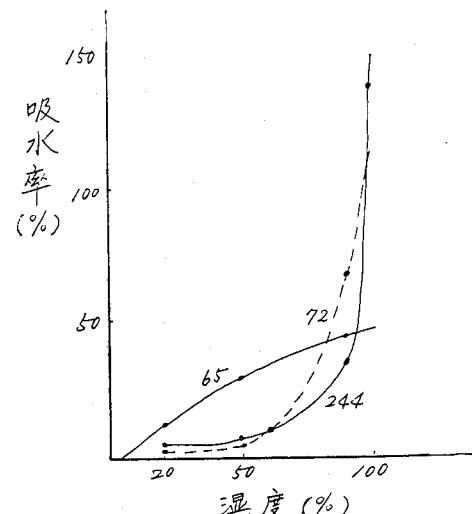
II. サイロイドの理化学的性状

サイロイドのpH、平均粒子径、粒度分布など理化学的性状は第2表に示したとおりである。サイロイド65の平均比表面積、見掛け比重が他のグレードより遙かに大きいことは上記灼熱減量の大きい事実と併せ考え、多孔性にきわめて富んでいることを示唆するものである。

種々の相対湿度のもとにおける各試料の吸水率は第3図に示したように、夫々の湿度の

第1表 関係湿度の処方

| 関 係 湿 度 % | 硫 酸 水 溶 液 | |
|--------------|-----------|---------------|
| | 重 量 % | 比 重 (20°/4°C) |
| 20 | 58.2 | 1.488 |
| 50 | 43.1 | 1.330 |
| 90 | 16.0 | 1.109 |
| 100 | | 水 |



第3図 湿度とサイロイドの吸水率

第2表 サイロイドの性状および理化学的性質

| グレード | サイロイド | | サイロイド | | |
|------------------------------------|-------------|-------------|-------------|-------------|----------|
| | 総 合 | 65 | 72 | 244 | |
| 性 状 | 白色 流動性粉末 | 白色 流動性粉末 | 白色 流動性粉末 | 白色 流動性粉末 | 白色 流動性粉末 |
| * SiO ₂ % | 99.2 以上 | 99.6 以上 | 99.2 以上 | 99.3 以上 | 99.3 以上 |
| * Fe ₂ O ₃ % | 0.03 以下 | 0.03 以下 | 0.02 以下 | 0.02 以下 | 0.02 以下 |
| * Al ₂ O ₃ % | 0.20 以下 | 0.15 以下 | 0.20 以下 | 0.20 以下 | 0.20 以下 |
| * Na ₂ O % | 0.20 以下 | 0.20 以下 | 0.20 以下 | 0.20 以下 | 0.20 以下 |
| As ppm | 2 以下 | 2 以下 | 2 以下 | 2 以下 | 2 以下 |
| 重 金 属 ppm | 50 以下 | 50 以下 | 50 以下 | 50 以下 | 50 以下 |
| 灼 熱 減 量 % | 8.0 以下 | 8.0 以下 | 4.0 以下 | 6.5 以下 | 以下 |
| pH | 3.0~8.0 | 3.8~4.2 | 7.0~7.8 | 7.0~8.0 | |
| 平均粒子径 μ | 3~5 | 4~5 | 4~5 | 3~4 | |
| 粒 度 分 布 (μ) % | (2~7) 90 以上 | (3~7) 90 以上 | (2~5) 90 以上 | (2~5) 90 以上 | |
| 平均比表面積 m^2/g | 270~700 | 700 | 260 | 270 | |
| 見 掛 比 重 g/ml | 0.1~0.4 | 0.4 | 0.2 | 0.1 | |

* 灼熱後の重量基準で示した。

下での吸水率はサイロイドのグレードにより夫々異っているが、相対湿度100%の下における吸水率はサイロイド244が最も大きく、サイロイド65が最も小さい。

III. 粉末食品に添加されたサイロイドの回収率について

1) 粉末食品の SiO_2 含量

インスタントコーヒー、ココア、オレンジジュースその他の市販粉末食品の SiO_2 含量を測定した結果は第3表に示した。コショウの SiO_2 含量は0.14%で最も多く、次いでトウガラシが0.12%，乾燥ホーレン草0.07%，ココア0.06%，ワサビ0.04%，乳酸飲料、乾燥イチゴ、粉末ミソは夫々0.03%である。一般に種実を原料とする粉末食品は SiO_2 含量が大きい。

第3表 粉末食品の SiO_2 含量

| 食 品 名 | メー カー名 | 試 料 重 量 (g) | 試 料 水 分 量 (%) | SiO ₂ 測 定 値 (乾物換算) | | | | | 平 均 g | 平 均 % |
|----------------|------------------|----------------|---------------------|-------------------------------|--------|--------|--------|--------|----------|----------|
| | | | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | | |
| インスタント コ ヒー | ネスカ フエ | 5.00±0.05 | 3.5 | 0.0008 | 0.0006 | 0.0004 | 0.0005 | 0.0007 | 0.0005 | 0.01 |
| コ コ ア | パンフオーテン (ガーナ) | " | 3.6 | 0.0034 | 0.0025 | 0.0028 | 0.0030 | 0.0023 | 0.0030 | 0.06 |
| オレンジジュース | 雪 印 | " | 8.4 | 0.0002 | 0.0003 | 0.0002 | 0.0004 | 0.0004 | 0.0005 | 0.01 |
| 乳 酸 飲 料 | 渡 迂 | " | 6.5 | 0.0016 | 0.0010 | 0.0016 | 0.0012 | 0.0015 | 0.0015 | 0.03 |
| 乾燥ホーレン草 | 日本ジフィー | " | 3.4 | 0.0039 | 0.0030 | 0.0032 | 0.0043 | 0.0032 | 0.0035 | 0.07 |
| 乾 燥 イ チ ゴ | 日本ジフィー | " | 4.0 | 0.0014 | 0.0020 | 0.0013 | 0.0015 | 0.0014 | 0.0015 | 0.03 |
| コ シ ョ ウ | S.B. | " | 7.4 | 0.0070 | 0.0068 | 0.0059 | 0.0062 | 0.0065 | 0.0070 | 0.14 |
| ワ サ ピ | ハ ウ ス | " | 8.2 | 0.0020 | 0.0015 | 0.0018 | 0.0010 | 0.0017 | 0.0020 | 0.04 |
| ト 一 ガ ラ シ | ハ ウ ス | " | 9.2 | 0.0050 | 0.0058 | 0.0061 | 0.0048 | 0.0057 | 0.0060 | 0.12 |
| 粉 末 ミ ソ | ナ カ モ | " | 9.8 | 0.0016 | 0.0012 | 0.0015 | 0.0014 | 0.0010 | 0.0013 | 0.03 |

2) サイロイド分析方法の検討

前記粉末食品の SiO_2 含量測定と同じ分析方法にてサイロイド試料の SiO_2 含量を測定し、その回収率を求めてみると、第4表に示す如く、サイロイドのグレードにより僅かの差はあるが、3試料とも98.4%以上の回収率を示した。したがって、食品に添加したサイロイドの定量にこの分析方法が十分に使用し得るものと結論される。

3) 粉末食品に添加したサイロイドの定量とその回収率

前記2)のサイロイドの分析方法の検討をもととして粉末食品にサイロイドを添加したときの SiO_2 の総量を測定し、夫々の粉末食品固有の SiO_2 平均含量と添加サイロイド量(水分純度補正值)の合計を SiO_2 総量の理論値として、測定値の理論値に対する百分率より回収率を求めた。これらの結果は第5表-(1), (2), (3)に示す如くである。インスタントコーヒーにサイロイドを添加した場合の全 SiO_2 の回収率はサイロイドのグレードにより若干の差異はあるが、ほぼ97%近くの値を示した。オレンジジュース、乳酸飲料、コショウ、ワサビにおいてもほぼ同様の結果を得た。このことから、この分析方法により粉末食品中の SiO_2 および添加サイロイド量は十分に信頼し得る精度でもって定量し得ると結論される。

IV. サイロイドによる栄養素の吸着の有無について

1) アミノ酸

第4表 サイロイドの SiO₂ 含量とその回収率

| グレード | サイロイド重量 (g) | 水分補正サイロイド 重量(g) | 測定値 (g) | 回収率 (%) |
|-----------|----------------|--------------------|------------|------------|
| サイロイド 65 | 0.0749 | 0.0691 | 0.0682 | 98.7 |
| | 0.0836 | 0.0771 | 0.0760 | 98.6 |
| | 0.0842 | 0.0777 | 0.0770 | 99.0 |
| | 0.0796 | 0.0734 | 0.0717 | 97.6 |
| | 0.0817 | 0.0754 | 0.0739 | 98.0 |
| | 平均 | | | 98.4±0.16 |
| サイロイド 72 | 0.0516 | 0.0492 | 0.0488 | 99.2 |
| | 0.0777 | 0.0742 | 0.0728 | 98.1 |
| | 0.0723 | 0.0690 | 0.0705 | 102.0 |
| | 0.0825 | 0.0787 | 0.0772 | 98.1 |
| | 0.0673 | 0.0642 | 0.0633 | 98.6 |
| | 平均 | | | 99.2±0.40 |
| サイロイド 244 | 0.0879 | 0.0822 | 0.0831 | 101.0 |
| | 0.0823 | 0.0700 | 0.0690 | 98.5 |
| | 0.0732 | 0.0685 | 0.0680 | 99.3 |
| | 0.0792 | 0.0740 | 0.0741 | 100.0 |
| | 0.0816 | 0.0763 | 0.0771 | 101.0 |
| | 平均 | | | 100±0.19 |

ニンヒドリン比色定量法により吸光度と標準曲線からサイロイド処理溶液中のアミノ酸量を求めた結果は第6表に示したとおりであるが、これらの値は前後4回の分析値の平均である。サイロイドの添加量が10 mg/ml(すなわち、液量に対して1%)のときのアミノ酸の回収率は100%以上を示すものが多い。この傾向はサイロイド 65, 72, 244 の順に大きい。この原因は前述の吸水能の差に基づくものと思われる。また、サイロイドの添加量が1 mg/mlの場合には、アミノ酸の回収率が殆んど100%に近い値を示すことからも同様のことが推定される。これらの結果からサイロイドによるアミノ酸の吸着は殆どないと結論される。

2) ビタミン

それぞれのpHにおけるビタミンの紫外外部における吸光度と第4図に示した吸光度と濃度との標準曲線からサイロイド処理溶液中のビタミン量を算出した。その結果は第7表に示した。表中の値は前後6回の測定値の平均である。

pH 8においてビタミン B₁の回収率はサイロイド濃度10 mg/mlのとき74%, 1 mg/mlのとき82%以上を示し若干の吸着のあることを示している。通常の食品では一般に多成分系であって、本実験のように単純系ではなく、ビタミン B₁以外に選択的に吸着される物質が共存するので、実際の吸着量は更に少なくなるものと思われる。pH 2および6においては90%以上の回収率を示し、pH 8におけるよりも吸着される量が少ない。

アルカリ性溶液(pH 8)中におけるビタミンC量はサイロイド添加、無添加、対照にかかわらず、何れも低い値を示したが、ビタミンCのアルカリ水溶液中における不安定性から当然のことである。しかし、サイロイド無添加の対照と比較して、サイロイドによるビタミンCの

第5表(1) サイロイド65添加食品の全SiO₂分析値と回収率

| 食品 (5.00 (±0.05) (g)) | (A) 食品中の SiO ₂ 平均含量 (乾物換算) | サイロイド添加量 | | サイロイド添加食品中の全 SiO ₂ | | |
|--------------------------------|---|-------------------|-----------------------|----------------------------------|-------------------|-------------------------------|
| | | (B) 風乾物 (g) | (C) 水分純度補正值 (g) | (D) 理論値 (g) | (E) 測定値 (g) | 回 収 率 E/D×100 (%) |
| インスタントコーヒー | 0.01% (0.0005 g) | 0.0524 | 0.0484 | 0.0489 | 0.0470 | 96.1 |
| | | 424 | 391 | 396 | 386 | 97.5 |
| | | 508 | 469 | 474 | 454 | 96.0 |
| | | 445 | 411 | 416 | 402 | 96.6 |
| | | 479 | 442 | 447 | 434 | 97.1 |
| | | | | 平均 | 96.7 | |
| ココア | 0.06% (0.0030 g) | 0.0552 | 0.0509 | 0.0539 | 0.0513 | 95.2 |
| | | 413 | 381 | 411 | 392 | 95.4 |
| | | 476 | 439 | 469 | 450 | 95.9 |
| | | 468 | 432 | 462 | 438 | 94.8 |
| | | 477 | 440 | 470 | 447 | 95.1 |
| | | | | 平均 | 95.3 | |
| オレンジジュース | 0.01% (0.0005 g) | 0.0445 | 0.0411 | 0.0416 | 0.0398 | 95.8 |
| | | 443 | 409 | 414 | 413 | 99.8 |
| | | 479 | 442 | 447 | 436 | 97.5 |
| | | 482 | 445 | 450 | 432 | 96.0 |
| | | 452 | 417 | 422 | 411 | 97.4 |
| | | | | 平均 | 97.3 | |
| 乳酸飲料 | 0.03% (0.0015 g) | 0.0464 | 0.0428 | 0.0443 | 0.0430 | 97.1 |
| | | 483 | 446 | 461 | 446 | 96.7 |
| | | 455 | 420 | 435 | 423 | 97.5 |
| | | 511 | 472 | 487 | 468 | 96.1 |
| | | 497 | 459 | 474 | 454 | 95.8 |
| | | | | 平均 | 96.6 | |
| コショウ | 0.14% (0.0070 g) | 0.0474 | 0.0437 | 0.0507 | 0.0495 | 97.7 |
| | | 422 | 389 | 459 | 446 | 97.2 |
| | | 486 | 448 | 518 | 508 | 98.1 |
| | | 477 | 440 | 510 | 494 | 96.9 |
| | | 504 | 465 | 535 | 521 | 97.4 |
| | | | | 平均 | 97.5 | |
| ワサビ | 0.04% (0.0020 g) | 0.0465 | 0.0429 | 0.0449 | 0.0430 | 95.7 |
| | | 456 | 421 | 441 | 430 | 97.8 |
| | | 512 | 472 | 472 | 466 | 94.7 |
| | | 476 | 439 | 459 | 439 | 95.6 |
| | | 432 | 399 | 419 | 407 | 77.1 |
| | | | | 平均 | 96.2 | |

(D)理論値は(A)+(C)の合計。

第5表(2) サイロイド72添加食品の全SiO₂分析値と回収率

| 食品 (5.00 (±0.05) (g)) | (A) 食品中の SiO ₂ 平均含量 (乾物換算) | サイロイド添加量 | | サイロイド添加食品中の全 SiO ₂ | | |
|----------------------------------|---|-------------------|-----------------------|----------------------------------|-------------------|-----------------------|
| | | (B) 風乾物 (g) | (C) 水分純度補正值 (g) | (D) 理論値 (g) | (E) 測定値 (g) | 回収率 E/D×100 (%) |
| イン スタ ンコ トイ ー | 0.01% (0.0005 g) | 0.0438 | 0.0417 | 0.0422 | 0.0411 | 97.4 |
| | | 477 | 455 | 460 | 445 | 96.7 |
| | | 512 | 489 | 494 | 483 | 97.8 |
| | | 483 | 461 | 466 | 450 | 96.6 |
| | | 424 | 404 | 409 | 394 | 96.3 |
| 平均 | | | | | | 97.0 |
| コ コ ア | 0.06% (0.0030 g) | 0.0508 | 0.0485 | 0.0515 | 0.0499 | 96.9 |
| | | 486 | 464 | 494 | 473 | 95.7 |
| | | 479 | 457 | 487 | 472 | 96.9 |
| | | 496 | 473 | 503 | 482 | 95.8 |
| | | 520 | 496 | 526 | 507 | 96.4 |
| 平均 | | | | | | 96.3 |
| オ レ ン ジ ジ ュ ース | 0.01% (0.0005 g) | 0.0525 | 0.0501 | 0.0506 | 0.0481 | 95.1 |
| | | 483 | 461 | 466 | 500 | *107.3 |
| | | 505 | 481 | 486 | 464 | 95.5 |
| | | 486 | 463 | 468 | 458 | 97.9 |
| | | 427 | 407 | 412 | 400 | 97.1 |
| 平均 | | | | | | 96.4 |
| 乳 酸 飲 料 | 0.03% (0.0015 g) | 0.0482 | 0.0460 | 0.0475 | 0.0458 | 96.4 |
| | | 564 | 538 | 553 | 536 | 96.9 |
| | | 494 | 471 | 486 | 465 | 95.7 |
| | | 520 | 496 | 511 | 496 | 97.1 |
| | | 462 | 441 | 456 | 438 | 96.3 |
| 平均 | | | | | | 96.5 |
| コ シ ヨ ー | 0.14% (0.0070 g) | 0.0542 | 0.0517 | 0.0587 | 0.0570 | 97.1 |
| | | 473 | 451 | 521 | 511 | 98.1 |
| | | 494 | 471 | 541 | 530 | 98.0 |
| | | 512 | 489 | 559 | 545 | 97.5 |
| | | 446 | 426 | 496 | 478 | 96.4 |
| 平均 | | | | | | 97.5 |
| ワ サ ビ | 0.04% (0.0020 g) | 0.0483 | 0.0460 | 0.0480 | 0.0459 | 95.6 |
| | | 478 | 456 | 476 | 458 | 96.2 |
| | | 412 | 393 | 413 | 401 | 97.1 |
| | | 493 | 470 | 490 | 473 | 96.5 |
| | | 471 | 447 | 467 | 456 | 97.6 |
| 平均 | | | | | | 96.0 |

* 平均値算出より除いた。

第5表(3) サイロイド244添加食品の全SiO₂分析値と回収率

| 食品 (5.00 (±0.05) (g)) | (A) 食品中の SiO ₂ 平均含量 (乾物換算) | サイロイド添加量 | | サイロイド添加食品中の全 SiO ₂ | | |
|--|---|---------------------------|-----------------------|----------------------------------|---------------------------|-------------------------------|
| | | (B) 風 乾 物 (g) | (C) 水分純度補正值 (g) | (D) 理 論 値 (g) | (E) 測 定 値 (g) | 回 收 率 E/D×100 (%) |
| イン ス タ ン コ ト リ ヒ ー | 0.01% (0.0005 g) | 0.0482 | 0.0451 | 0.0456 | 0.0442 | 97.1 |
| | | 502 | 470 | 475 | 462 | 97.3 |
| | | 448 | 419 | 424 | 408 | 46.2 |
| | | 512 | 479 | 484 | 470 | 97.1 |
| | | 465 | 435 | 440 | 430 | 97.7 |
| | | | | | | 平均 97.1 |
| コ コ ア | 0.06% (0.0030 g) | 0.0482 | 0.0451 | 0.0481 | 0.0462 | 96.0 |
| | | 550 | 514 | 544 | 520 | 95.6 |
| | | 625 | 561 | 591 | 560 | 94.8 |
| | | 515 | 482 | 512 | 488 | 95.3 |
| | | 580 | 542 | 572 | 552 | 96.5 |
| | | | | | | 平均 95.6 |
| オ レ ン ジ ジ ュ ース | 0.01% (0.0005 g) | 0.0448 | 0.0419 | 0.0424 | 0.0410 | 96.7 |
| | | 486 | 455 | 460 | 448 | 97.4 |
| | | 412 | 385 | 390 | 378 | 96.7 |
| | | 434 | 406 | 411 | 402 | 97.8 |
| | | 512 | 480 | 485 | 468 | 96.6 |
| | | | | | | 平均 97.0 |
| 乳 酸 飲 料 | 0.03% (0.0015 g) | 0.0552 | 0.0517 | 0.0532 | 0.0511 | 96.1 |
| | | 485 | 454 | 469 | 457 | 97.4 |
| | | 452 | 423 | 438 | 523 | *119.4 |
| | | 535 | 500 | 515 | 499 | 96.9 |
| | | 470 | 440 | 455 | 404 | 93.2 |
| | | | | | | 平均 95.9 |
| コ シ ヨ リ | 0.14% (0.0070 g) | 0.0618 | 0.0578 | 0.0648 | 0.0632 | 97.5 |
| | | 530 | 496 | 566 | 558 | 98.6 |
| | | 582 | 544 | 614 | 594 | 96.7 |
| | | 480 | 449 | 519 | 508 | 97.9 |
| | | 562 | 526 | 596 | 574 | 96.3 |
| | | | | | | 平均 97.4 |
| ワ サ ビ | 0.04% (0.0020 g) | 0.0512 | 0.0480 | 0.0500 | 0.0472 | 94.4 |
| | | 524 | 491 | 511 | 481 | 94.9 |
| | | 445 | 416 | 436 | 424 | 97.7 |
| | | 486 | 455 | 475 | 462 | 97.3 |
| | | 432 | 404 | 424 | 406 | 95.8 |
| | | | | | | 平均 96.0 |

* 異常に高い値を示したので平均値算出より除いた。

吸着は殆んどないと結論される。

なお、サイロイド処理前後におけるビタミン B₁ および C の吸収スペクトルを比較検討したが、いずれの pH においても何等の変化も認められなかったので、サイロイドによるこれらビタミンの変性あるいは分解は全くないものと思われる。

第6表 サイロイドによるアミノ酸の吸着

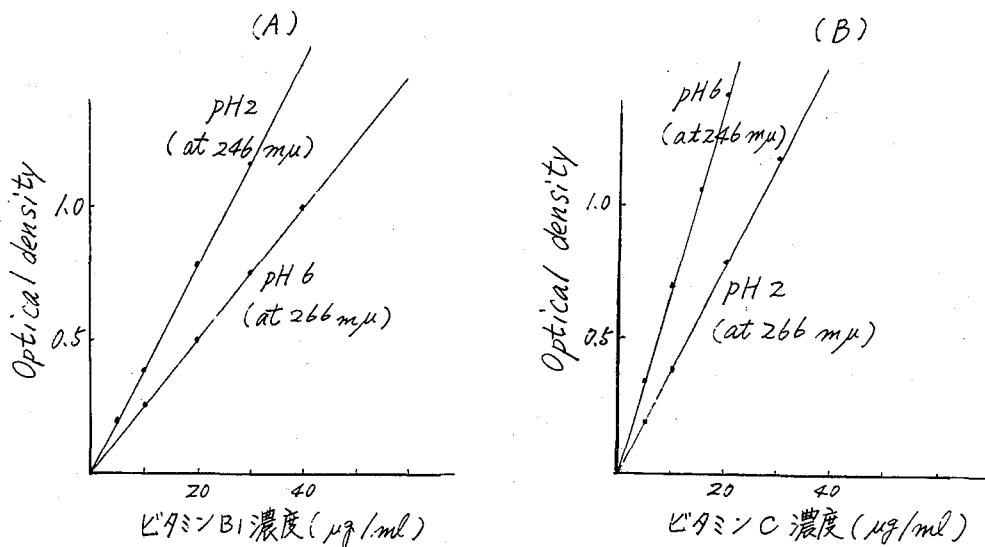
| サ添 イ ロ 加 イ ド 量 | グレード | pH | 2 | | | 6 | | | 8 | | |
|----------------------------------|------|------|---------------|-----------------|---------------|---------------|-----------------|---------------|---------------|-----------------|---------------|
| | | アミノ酸 | アラニン μg/ml | グルタミン酸 μg/ml | リジン μg/ml | アラニン μg/ml | グルタミン酸 μg/ml | リジン μg/ml | アラニン μg/ml | グルタミン酸 μg/ml | リジン μg/ml |
| 10mg/ml | 対照 | | 50.0 | 50.0 | 50.0 | 50.0 | 50.0 | 50.0 | 50.0 | 50.0 | 50.0 |
| | 65 | | 51.5 (103) | 50.0 (100) | 51.5 (103) | 51.5 (103) | 53.0 (106) | 48.5 (97) | 49.5 (99) | 51.0 (102) | 47.5 (95) |
| | 72 | | 53.0 (106) | 54.5 (109) | 55.0 (110) | 50.5 (101) | 50.5 (101) | 56.0 (112) | 50.0 (100) | 52.5 (105) | 52.0 (104) |
| | 244 | | 53.5 (107) | 53.5 (107) | 59.0 (118) | 51.5 (103) | 55.5 (111) | 56.5 (113) | 53.0 (106) | 57.0 (114) | 57.5 (115) |
| 1mg/ml | 対照 | | 50.0 | 50.0 | 50.0 | 50.0 | 50.0 | 50.0 | 50.0 | 50.0 | 50.0 |
| | 65 | | 49.5 (99) | 49.5 (99) | 49.5 (99) | 49.5 (99) | 51.0 (102) | 50.0 (100) | 49.5 (99) | 49.5 (99) | 51.0 (102) |
| | 72 | | 50.0 (100) | 50.0 (100) | 50.5 (101) | 50.5 (101) | 49.5 (99) | 51.0 (102) | 49.0 (98) | 50.0 (100) | 50.0 (100) |
| | 244 | | 50.5 (101) | 50.0 (100) | 50.5 (101) | 51.0 (102) | 50.0 (100) | 52.0 (104) | 49.5 (99) | 51.5 (102) | 50.5 (101) |

() 内の数字は回収率を示す。

第7表 サイロイドによるビタミン B₁ およびビタミン C の吸着

| サ添 イ ロ 加 イ ド 量 | グレード | pH | 2 | | 6 | | 8 | |
|----------------------------------|------|---------------------------------|--------------------|---------------------------------|--------------------|---------------------------------|--------------------|---------------------------------|
| | | ビタミン B ₁ μg/ml | ビタミン C μg/ml | ビタミン B ₁ μg/ml | ビタミン C μg/ml | ビタミン B ₁ μg/ml | ビタミン C μg/ml | ビタミン B ₁ μg/ml |
| 10mg/ml | 対照 | | 49.0 | 40.5 | 48.5 | 33.2 | 46.9 | 4.6 |
| | 65 | | 46.7 (96) | 40.1 (99) | 41.6 (86) | 31.7 (91) | 34.8 (74) | 4.6 (100) |
| | 72 | | 46.9 (96) | 41.7 (103) | 43.2 (90) | 32.8 (96) | 34.8 (74) | 4.6 (100) |
| | 244 | | 48.1 (98) | 42.4 (105) | 42.7 (90) | 32.9 (96) | 36.7 (78) | 4.8 (100) |
| 1mg/ml | 対照 | | 49.0 | 41.0 | 48.5 | 33.8 | 46.6 | 5.2 |
| | 65 | | 47.0 (96) | 40.2 (98) | 44.6 (92) | 32.9 (97) | 39.6 (85) | 5.3 (100) |
| | 72 | | 45.6 (93) | 41.0 (100) | 45.6 (94) | 33.5 (99) | 38.2 (82) | 5.1 (98) |
| | 244 | | 47.5 (97) | 41.0 (100) | 44.1 (91) | 33.2 (98) | 41.9 (90) | 5.4 (100) |

() 内の数字は回収率を示す。

第4図 ビタミン B₁ および C の吸光度と濃度

3) グルコース

アンスロン法により測定した結果は第8表に示した。サイロイド 10 mg/ml 添加の場合のグルコース回収率は 100 % 以上を示したが、1 mg/ml 添加の場合には略々 100 % の回収率を示した。これはアミノ酸の場合と同様の傾向であり、サイロイドの吸水能を考慮すれば、サイロイドによるグルコースの吸着は殆んどないものと思われる。

4) ペーパークロマトグラフィーによるアミノ酸およびグルコースの確認

サイロイド添加振盪後の上澄液について、アミノ酸、グルコースのペーパークロマトグラフィーを行なった結果、夫々のアミノ酸およびグルコース以外のスポットは認められず、サイロイドによる変性あるいは分解は全くないものと判断される。

5) 総合的考察

以上 1) ~ 4) によってここで実験に供せられたアミノ酸、ビタミン、糖は、サイロイド添加によってサイロイドのための変性、分解を全く受けず、ビタミン B₁ のアルカリ側 (pH 8) でのサイロイドへの多少の吸着を除き、添加サイロイドへの吸着は殆んどないことが確認された。実際には、食品へのサイロイドの添加量、食品の種類による含有するアミノ酸、ビタミン、糖の質的量的違い等の間に相関によって吸着条件も異って来る筈である。しかし、ここで行なった実験の諸条件 (特にそれぞれの濃度) は一応実際的な問題に近く選択したのである。

第8表 サイロイドによるグルコースの吸着

| サ 添 イ ロ 加 イ ド 量 | pH | グレード | | |
|--------------------------------------|-----|---------------|---------------|---------------|
| | | 2 μg/ml | 6 μg/ml | 8 μg/ml |
| 10mg/ml | 対 照 | 50.0 | 50.0 | 50.0 |
| | 65 | 51.5 (103) | 51.0 (102) | 51.5 (103) |
| | 72 | 52.5 (105) | 53.0 (106) | 53.0 (110) |
| | 244 | 55.5 (111) | 57.0 (114) | 56.5 (113) |
| 1mg/ml | 対 照 | 50.0 | 50.0 | 50.0 |
| | 65 | 49.0 (98) | 49.5 (99) | 49.0 (98) |
| | 72 | 49.5 (99) | 51.5 (103) | 49.5 (99) |
| | 244 | 50.5 (101) | 48.5 (97) | 50.0 (100) |

() 内の数字は回収率を示す。

が、既に述べたように、通常の食品の場合には、多成分系であることから、ビタミン B₁ の吸着はアルカリ側においても更に少なくなることが予想される。また、サイロイド添加の粉末食品では無添加のものにくらべてサイロイドの吸水特性によりビタミン B₁ の安定性が高いであろうから、サイロイド無添加のときのビタミン B₁ のロスと、サイロイド添加のときのサイロイドへの吸着ロスが相対的に論議されなければならない。長期にわたって品質の維持、保存を絶対要件とする加工食品においては、僅かな吸着ロスを犠牲にしてもサイロイド添加の意味は大きいものと考えられる。

結 論

粉末食品の固結防止剤である硅酸製剤のサイロイドで3つの異なるグレードのものについて、純度分析、理化学的性状、粉末食品に添加したときの回収率、および栄養素の吸着の有無について検討した。

- 1) サイロイドの SiO₂ 含量はいずれの試料においても 99.2% 以上で不純物含量は少ない。
- 2) 平均粒子径、粒度分布は3試料とも略々同じであるが、平均比表面積および見掛け比重はサイロイド 65 が最も大きい。
- 3) 吸水能にはクレードにより、かなりの差がある。
- 4) 粉末食品に添加されたサイロイドの回収率はサイロイドの種類により若干の差はあるが、約 96% 以上である。
- 5) アミノ酸、ビタミン C、およびグルコースはサイロイドにより殆んど吸着されない。
- 6) ビタミン B₁ はアルカリ性溶液においてのみ僅かではあるがサイロイドにより吸着される。
- 7) ペーパークロマトグラフィーおよび吸収スペクトルから、アミノ酸、ビタミン B₁、ビタミン C、グルコースはいずれもサイロイドの添加により変性または分解することはないことを確認した。

終りにサイロイド試料の提供とその理化学的分析の一部の試験に協力して下さった富士デヴィソン化学株式会社の野村貢、山本耕造、川崎博明の各氏に深甚な謝意を表す。

参 考 文 献

- 1) 日本化学会編：実験化学講座、14巻、298頁（丸善）。
- 2) 日本化学会編：実験化学講座、14巻、310頁（丸善）。
- 3) 上野：キレート滴定法、208頁（南江堂）。
- 4) 日本化学会編：実験化学講座、14巻、325頁（丸善）；
N. S. Polvétkov : Techniques in flame photometrics (Noble Offset Printers Inc., N. Y., U. S. A.)
- 5) 日本食品衛生協会編：食品添加物公定書（第2版）、448頁（日本食品衛生協会）。
- 6) 日本食品衛生協会編：食品添加物公定書（第2版）、431頁（日本食品衛生協会）。
- 7) 粉体工学研究会編：粉体粒度測定法、241頁（養賢堂）。
- 8) 粉体工学研究会編：粉体粒度測定法、163頁（養賢堂）。
- 9) R. Haul & G. Dumbgen : Chemic-Ing.-Techn., 586~589, 35. Jahrg. 1963/Nr, 8.
- 10) JIS 規格 Z 0701. 包装用乾燥剤。
- 11) 日本化学会編：実験化学講座、15巻55頁（丸善）。
- 12) 日本食品衛生協会編：食品添加物公定書（第2版）、425頁（日本食品衛生協会）。