

試料粉碎を省いた小麦原粒灰分の簡易省力測定法

藤田雅也・松中 仁・八田浩一¹⁾・久保堅司²⁾

(2012年8月22日 受理)

要 旨

藤田雅也・松中 仁・八田浩一・久保堅司(2013) 試料粉碎を省いた小麦原粒灰分の簡易省力測定法。九州沖縄農研報告 59:39-44.

試料粉碎を省き、アルミ箔をカップ状にした使い捨て容器を用いて小麦原粒灰分を測定する簡易省力測定方法を開発した。本測定法は、測定自体の時間はかかるものの、従来法で時間のかかっていた試料の粉碎、るつぼのから焼き、予焼などの手間を省いたことから、作業時間は従来法の約1/5となる。また、測定精度も十分高いことから、系統選抜における多点数の灰分測定等に利用することで、育種試験の効率化を図れる。

キーワード：コムギ, 原粒灰分, ランク区分, 簡易測定法。

I. はじめに

民間流通麦の品質のランク区分は、小麦の場合、蛋白質含量、原粒灰分含量、容積重、フォリングナンバーの4項目の達成度によって決まる。このランク区分は、価格にも反映されることから、原粒灰分は重要な品質項目の一つである。

ランク区分の原粒灰分の基準値は1.60%以下、許容値は1.65%以下となっており、この基準を満たす低灰分の小麦が求められている。現在の栽培品種の中では、「農林61号」の原粒灰分が高い傾向にあるが、栽培的に有効な改善方策がなく、ランク区分を達成するためには低灰分品種の育成が不可欠である。

灰分の測定は、国際的な穀物化学者の学会であるAACC (American Association of Cereal Chemists) が定めた公定法 (AACC, 1961) として、基本的な直接灰化法と、酢酸マグネシウムを助燃剤として添加した迅速法がある。酢酸マグネシウムを添加すると、高温での灰の融解を防ぎ、灰が多孔質となるため迅速に灰化できるが、逆に多孔質であるために吸

湿が早く、また灰化温度の違いや助燃剤のブランク測定によっても直接灰化法とは若干数値がずれることがある (日本麦類研究会, 2007)。従来、育種試験で行われてきた測定法 (農林水産技術会議事務局, 1968) は、AACC の酢酸マグネシウムを用いた迅速法を改変した方法 (以下、「従来法」と略す) である。

低灰分品種の育成には、育成中期世代より原粒灰分を多数測定して選抜を行う必要がある。従来法は灰化は迅速であるとはいえ、粉碎した試料をるつぼに入れ、助燃剤を添加して燃焼する方法のため、試料の粉碎、るつぼの空焼き、予焼などに手間がかかり多点数をこなすことは難しく、これまで積極的な低灰分の選抜は行われてこなかった。

簡易測定法として、るつぼの代わりにアルミ箔をカップ状にした使い捨て容器を利用する直接灰化法が堤 (1985) によって提案されており、灰化条件が異なるため前述のように従来法と若干数値がずれることがあるが、取り扱いが容易なことから一部の育種試験に導入され、選抜に使われているところである。

今回、さらに省力化を目指して、時間のかかる試

料粉碎を省いて、原粒のまま測定可能な簡易省力測定法を検討した。その結果、試料粉碎を省いても、系統選抜には十分利用できると考えられたため、全国の小麦の育成地における利用を考え、新たな簡易測定法について、具体的な操作手順も示してここに報告するものである。なお、本研究は平成22年度九州沖縄農業研究センター研究強化費により実施した。

II. 材料および方法

アルミ箔をカップ状にした使い捨て容器を用いた灰分の測定については、既に簡易測定法として報告(堤1985, 安井ら1986)されており、本研究では小麦試料の粉碎を省いても測定に問題が無いかという点に焦点を絞って実施した。

第1表 測定手順

従来法(農林水産技術会議事務局, 1968)

試料粉碎→るつぼ空焼き→るつぼ秤量→試料(約3g)を入れて秤量→助燃剤(酢酸マグネシウムのアルコール溶液)添加→電熱器で予焼→本焼(マッフル炉)600℃3時間→秤量計算
約24時間で測定(水分は別途測定して補正)

簡易省力測定法

試料粉碎なし(原粒のまま)→使い捨てアルミカップ作成→アルミカップ秤量→試料(約3g)を入れ130℃24時間で水分除去→秤量→本焼(マッフル炉)550℃12時間(オーバーナイト)→秤量計算(酸化によるアルミカップの増重を考慮)
約48時間で測定

第1表に、従来法(農林水産技術会議事務局1968)と、本報告で検討した簡易省力測定法の操作手順を示した。

主に、2010年産の生産力検定試験材料をサンプルとして用いた。大きさ10cm×10cm、厚み15μmの試験用アルミ箔を、30φmmの平底試験管を型にしてカップ状にし、4×5配列の上部を切断したステンレス製試験管立てに並べて扱った。

水分除去には定温乾燥器を130℃で使い、本焼にはマッフル炉(ヤマトFO510)に試験管立てごと2個入れて、最大40サンプルを燃焼した。いずれも、デシケーターに入れて冷却した後、速やかに秤量した。

試料を粉碎する場合には、サイクロテック1093(Tecator社)を用い、第1表に示した簡易省力測定法の試料粉碎の有無による、(1)水分除去にかかる時間、(2)測定の均一性、(3)実測灰分値の相関を検討した。

1) 水分除去にかかる時間

従来法では、粉碎した試料の水分を別途測定して測定値を補正をしていたが、別々に試料を測定することによる誤差を生じる場合もあるため、本測定法

では測定するサンプルそのものの水分を除去して燃焼することを考えた。

また、従来法では原粒を粉碎した試料の場合は、130℃で3時間(小麦粉の場合は1時間)乾燥させて水分を測定する手順となっているが、粉碎しない場合、水分除去に時間が長くと想定される。このため、「農林61号」の原粒を用いて、試料粉碎の有無により3反復で、130℃の定温庫に入れて1, 3, 6, 9, 24, 32時間後に秤量し、水分除去にかかるまでの時間を検討した。

2) 測定の均一性

測定の均一性を確認するため、「農林61号」と「ASW」(オーストラリア産小麦銘柄"Australian Standard White"の略称)を材料として、マッフル炉に一度に入る40点について灰分を測定し、平均値と標準偏差を調査した。

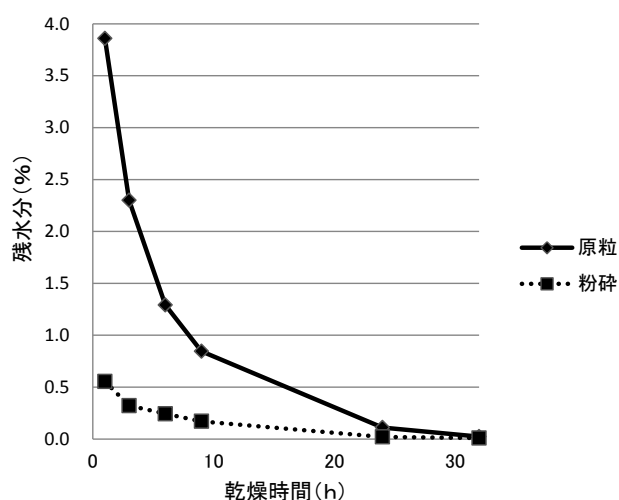
3) 実測灰分値の相関

実際に2010年産の生産力検定多肥試験材料(33品種・系統)を用いて、試料粉碎の有無による違いを1サンプル3反復の平均値を測定し、両者の相関を統計処理により検定し、粉碎を行わない方法の実用性を検討した。

Ⅲ. 結果および考察

1. 水分除去にかかる時間

粉碎した試料を 130℃ で 24 時間乾燥させると、その後も重さが変わらなかったため、粉碎試料 32 時間乾燥の水分含量からの差異を残水分として計算し、第 1 図に示した。



第 1 図 試料粉碎の有無による乾燥（130℃）時の水分の経時変化

試料粉碎した場合には 1 時間乾燥で既に残水分が 0.55% となっているが、原粒のままでは 1 時間乾燥では 4% 近く、9 時間乾燥でも 0.84% あり、24 時間後ようやく残水分が 0.11% となった。

このため、粉碎しない試料の場合は、作業手順からも 24 時間乾燥で水分を除去して、その後マッフル炉で燃焼すれば、ほぼ 0% 水分の灰分が測定できると考えられた。なお、マッフル炉で燃焼を始める前に秤量すれば、同時に原粒水分の計算も可能である。

2. 測定の均一性

従来法では、助燃剤を添加しているため、600℃ 3～4 時間の燃焼で恒量に達するが、助燃剤を加えず、また粉碎もしない場合にはより時間がかかると考えられる。12 時間（オーバーナイト）燃焼処理が作業手順的にも望ましく、堤（1985）の報告にあるようにアルミ箔の融解を避けるため、AACC（1961）による方法でも示されている従来法より低い 550℃ の温度設定で 12 時間燃焼処理燃焼を行ったところ、

完全に灰化することが観察された。

堤（1985）は燃焼によるアルミ箔の酸化で増重するため、あらかじめ 600℃ 近くで 2～3 時間加熱したアルミカップの利用を勧めている。ここではより簡略化を図るため、550℃ 12 時間のアルミ箔の増重が 8 枚の平均値で 1.00130 ± 0.0005 倍であったことから、この数値の増量分を考慮して灰分値を計算した。

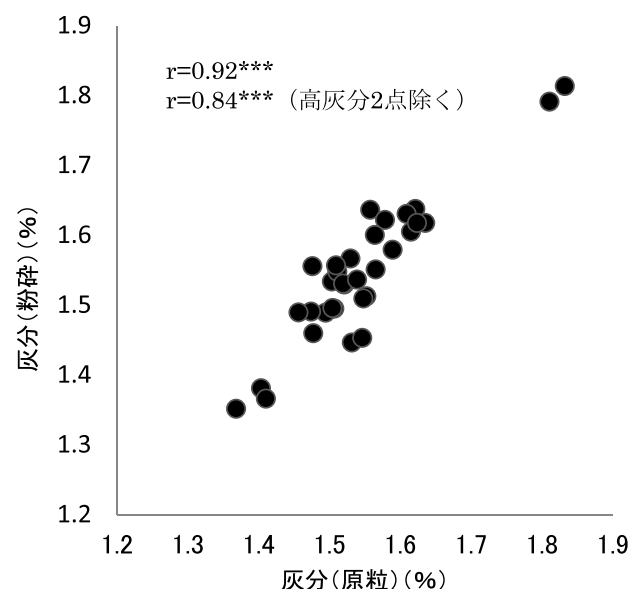
同一材料 40 点の灰分測定を行った結果、試料粉碎をしないと標準偏差がやや大きくなる場合があるものの、平均値は同程度で、簡易省力測定法として利用可能と考えられた（第 2 表）。

第 2 表 試料粉碎の有無による灰分値、標準偏差の違い（n=40）

サンプル名	原粒 (%) \pm sd	粉碎 (%) \pm sd
農林61号	1.83 \pm 0.015	1.83 \pm 0.015
ASW	1.36 \pm 0.021	1.35 \pm 0.011

3. 実際の測定例

2010 年産の生産力検定多肥試験材料（33 品種・系統）を用いて、粉碎の有無による原粒灰分の相関を検定したところ、 $r=0.92$ （特に灰分高い 2 点を除くと $r=0.84$ ）と、いずれも 0.1% 水準で有意な高い相関が認められ、粉碎を省いて原粒のまま測定が可能と考えられた（第 2 図）。



第 2 図 試料粉碎の有無による原粒灰分の相関（2010 年産生産力検定試験材料、n=33）
*** は、0.1% 水準で有意。



1. アルミカップの作成

(平底の試験管などを型にしてアルミ箔を成形し、試験管立てに並べる。時間のあるときに、たくさん作っておくとよい。)



2. アルミカップを秤量し、試料(約3g)を入れて、130℃で24時間水分除去し、デシケーターに入れて冷却後、再び秤量する。



3. その後、マッフル炉で550℃で12時間(オーバーナイト)燃焼する。(焼き始めに煙が出るので換気をする。また、プログラム機能があれば、燃焼後100℃定温にしておく、灰が吸湿することもなく扱いやすい。)



4. マッフル炉で燃焼後、デシケーターに入れて冷却し、秤量する。酸化によるアルミカップの増重を考慮して、灰分含量を計算する。
電子天秤から直接データをパソコンの表計算ソフトに入力すると、より省力化できる。

5. 2昼夜約48時間で測定が完了する。粉碎した試料、小麦粉でも水分を除去する時間を短くして、同様に測定が可能である。



● 煩雑な粉碎作業、るつぼの空焼き・冷却などが不要であるため、乾燥・測定には約48時間かかるものの、全体の作業時間は従来法の約1/5程度となる。

第3図 簡易省力測定法の操作手順

4. 従来法との比較

以上から、カップ状にしたアルミ箔を用いて粉碎しない原粒を測定する方法は、試料粉碎（1点約5分）、るつぼの空焼き、助燃剤と予焼（試薬不要、予焼の手間（約1時間）が省略できる）が不要な簡易省力測定法として、系統選抜のような多点数の測定などに利用できる。

るつぼを使用する従来法（1日40点として職員1名でほぼ丸1日かかる作業）と比較して、乾燥・測定に時間はかかるものの1日における作業時間は1時間強（約1/5）である。堤（1985）の簡易測定法と比べても、粉碎とアルミ箔の加熱を省くことができるため、作業時間は約半分となる。さらに天秤とパソコンを接続してエクセルなどのソフトウェアで自動計算することで、系統選抜等により利用しやすくなる。

第3図に、具体的な測定操作を示した。

AACCの基本的な直接灰化法（1961）では、550℃ないし590℃で恒量になるまでマッフル炉で焼くとあり、本簡易省力測定法はこれに準じた測定方法となっている。原粒を粉碎した試料、あるいは小麦粉も、水分除去の時間を変更することで、同様に簡

易な測定が可能であり、育種選抜の効率化に役立つものと考えられる。

引用文献

- 1) AACC (1961) Total Ash-Basic Method, Rapid (Magnesium Acetate) Method. Approved Method of the AACC 08 - 01, 02.
- 2) 日本麦類研究会 (2007) 小麦粉－その原料と加工品 (改訂第四版) 第6篇第2章第6節灰分, 834 - 836.
- 3) 農林水産技術会議事務局 (1968) 小麦品質検定方法－小麦育種試験における－ 第2章 1. 原粒試験 2 - 2 灰分含量. 研究成果シリーズ **35** : 14 - 15.
- 4) 堤忠一 (1985) アルミニウムはく容器を使った灰分、水分の測定方法. ぶんせき 1985年11月号 814 - 816.
- 5) 安井明美・小泉英夫・鈴木忠直・堤忠一 (1986) アルミニウムはく容器を用いる乾式灰化法. 分析化学 **35** : T115 - T119.

Simple Method for Measuring Wheat-Grain Ash Without Milling

Masaya Fujita, Hitoshi Matsunaka, Koichi Hatta¹⁾ and Katashi Kubo²⁾

Summary

We have developed a simple method for measuring wheat-grain ash that eliminates milling and uses disposable aluminum foil cups. Compared to the conventional method, we can save 80% of working time by eliminating milling and pre-warming of the crucible and sample. Thus, we can efficiently measure a large number of samples. This method is useful for selecting low ash content lines in the wheat-breeding program.

Keywords: wheat, grain ash, rank classification, simple measurement method.

Lowland Farming and Horticulture Research Division, NARO Kyushu Okinawa Agricultural Research Center, 496, Izumi, Chikugo, Fukuoka 833-0041, Japan.

Present address:

- 1) Agriculture, Forestry and Fisheries Research Council, MAFF
- 2) NARO Tohoku Agricultural Research Center