

玉子加工品における油脂抽出方法及び油脂劣化程度評価方法の確立

野口 友嗣* 柏原 俊**

1. はじめに

県内企業（龍ヶ崎市 イセデリカ株式会社）より、自社製品の玉子加工品に含まれる油脂の抽出・劣化程度を測定したいとの相談があった。そこで、当センターで食用油脂の劣化程度を示す指標である酸価、過酸化価、ヨウ素価の測定を行ったところ、常法では試料が十分に溶解せず、試料に含まれる色素等の成分（以下、「濁り成分」とする。）により滴定終点が正確に判断できないという課題があった。

そのため、玉子加工品における油脂抽出方法及び油脂劣化程度の評価方法を検討した。

2. 目的

本研究では、玉子加工品に適用可能な酸価、過酸化価及びヨウ素価の測定技術を開発することで、これまで測定が困難だった玉子加工品における油脂抽出方法及び油脂劣化程度の評価方法を確立することを目的とした。

3. 研究内容

試料は卵白、卵黄と食用油脂等が混合されたペースト様の形状である。そのため、固形分があることで試料が均一に溶解せず測定の際の誤差が拡大するとともに、濁り成分により滴定終点の正確な判定が困難であった。

そこで、(1)試料を均一に溶解させること、(2)玉子由来の濁り成分を除去することの2点を解決するため、各測定項目について以下の検討を行った。

3.1 玉子加工品の酸価測定

3.1.1 溶媒の選定

秤取前の試料をポリ袋に取り、ヘラを用いて固形分をすり潰した試料3gを50ml コニカルチューブに量り取った。これに20mlのベンゼン・エタノール混合溶液（1:2, v/v）又は30mlのジエチルエーテル・エタノール混合溶液（2:1, v/v）を加えて、試料を均一に溶解させるために最適な溶媒を検討した。

3.1.2 濁り成分の除去

前述の試料を4,000rpmで10分間遠心分離を行い、遠心分離後の上清を100ml 三角フラスコに回収することで濁り成分の除去を検討した。

また、ろ過による濁り成分の除去も検討した。このとき、ろ紙は2号185mm(ADVANTEC®社製)を用いた。

3.1.3 滴定方法の選定

滴定終点の判定方法について、1%フェノールフタレイン指示薬を用いた滴定及びpHメーターを用いた滴定を行い、その結果を比較した。このときpHメーターはSeven Multi™(METTLER TOLEDO社製)を用いた。

3.2 玉子加工品の過酸化価測定

3.2.1 濁り成分の除去1

固形分をすり潰した試料1.5gを50ml ファルコンチューブ内で15mlのジエチルエーテルに溶解させた後4,000rpmで10分間遠心分離を行うことで、濁り成分の除去を検討した。その後、得られた上清を100ml ビーカーに回収して、ジエチルエーテルを蒸発させた。

3.2.2 溶媒の選定

ジエチルエーテル処理後の試料に10mlのイソオクタン（2,2,4-トリメチルペンタン）又は10mlのクロロホルムを加えて混合し、試料を均一に溶解させるために最適な溶媒を検討した。

3.2.3 濁り成分の除去2

前述の溶媒と10ml酢酸を混合・攪拌して、飽和ヨウ化カリウム溶液等を添加してヨウ素デンプン反応させた後の試料を4,000rpmで10分間遠心分離して、濁り成分の除去を検討した。これと同時に、ろ過及びシリンジフィルターによる濁り成分の除去も検討した。このときろ紙は2号185mm(ADVANTEC®社製)、シリンジフィルターはDISMIC-25cs Cellulose Acetate 0.20µm(ADVANTEC®社製)を用いた。

3.3 玉子加工品のヨウ素価測定

3.3.1 溶媒の選定

固形分をすり潰した試料を300ml 共栓付きフラスコ内に適量量り取った後、10mlのクロロホルム又は10mlの四塩化炭素を混合して、試料を均一に溶解させるために最適な溶媒を検討した。

3.3.2 濁り成分の除去

試料に飽和ヨウ化カリウム溶液等を添加してヨウ素デンプン反応させた後、4,000rpmで10分間遠心分離を行うことで、濁り成分の除去を検討した。

4. 研究結果と考察

4.1 玉子加工品の酸価測定

玉子加工品の酸価測定に係る検討結果を表1に示す。

表1 玉子加工品の酸価測定方法

No.	溶媒	濁り成分の除去	判定
1	B	-	否
2	B	ろ過	否
3	B	遠心分離	否
4	D	ろ過	否
5	D	遠心分離	可

B:ベンゼン・エタノール混合溶液、D:ジエチルエーテル・エタノール混合溶液

以上の結果より、ジエチルエーテル・エタノール混合溶液 (2:1, v/v) を用いて試料を溶解し、これに 4,000rpm, 10 分間の遠心分離を行って得られた上清を滴定に供することで、加工度の高い玉子加工品においても酸価が測定できることが明らかとなった。

溶媒としてジエチルエーテル・エタノール混合溶液が適当な理由としては、ベンゼンが無極性 (親水性) である一方、ジエチルエーテルは僅かに極性をもつ (親油性) ことから、試料に含まれる油脂が容易に溶解するためと考えられる。

4.2 玉子加工品の過酸化物質価測定

ジエチルエーテルを用いた試料からの油脂抽出及び遠心分離操作の実施の有無による測定の可否を比較した。その結果、上述の操作を実施した場合に限り、過酸化物質価が測定可能であった。

併せて、玉子加工品の過酸化物質価測定に係るその他の検討結果を表 2 に示す。

表 2 玉子加工品の過酸化物質価測定方法

No.	溶媒	濁り成分の除去	判定
1	イソオクタン	ろ過	否
2	イソオクタン	シリンジフィルター	否
3	イソオクタン	遠心分離	否
4	クロロホルム	ろ過	否
5	クロロホルム	シリンジフィルター	否
6	クロロホルム	遠心分離	可

検討の結果、試料にジエチルエーテル添加及び遠心分離の前処理を行った後、クロロホルムを用いて油脂を抽出して、4,000rpm, 10 分間の遠心分離後に濁り成分を除去することで、玉子加工品の過酸化物質価を測定できることが分かった。

試料を溶解させる溶媒はクロロホルムが適当であった。この理由として、イソオクタンが無極性分子 (親水性) である一方、クロロホルムは全体として極性分子 (親油性) の性質をもつためと考えられる。

4.3 玉子加工品のヨウ素価測定

玉子加工品のヨウ素価測定に係る検討結果を表 3 に示す。

表 3 玉子加工品のヨウ素価測定方法

No.	溶媒	遠心分離	判定
1	四塩化炭素	無	否
2	四塩化炭素	有	否
3	クロロホルム	無	否
4	クロロホルム	有	可

検討の結果、クロロホルムを用いて試料を溶解して、ヨウ素デンプン反応後に 4,000rpm, 10 分間の遠心分離を行い、得られた上清を回収することで、試料の濁り

成分を除去して玉子加工品のヨウ素価を滴定できることが分かった。

試料を溶解させる溶媒にクロロホルムが適当な理由としては、四塩化炭素は分子内の 4 つの C-Cl 結合の極性が互いに打ち消し合い全体としては無極性 (親水性) になるのに対し、クロロホルムは分子内で打ち消されずに残る極性が存在し、全体としては極性 (親油性) になるためと推測される。

今回、酸価、過酸化物質価及びヨウ素価測定のいずれも、濁り成分の除去法として遠心分離が適当であった。

このことから、試料内の濁り成分は玉子由来の色素、固形残渣など様々な成分から構成されているが、濁り成分の除去には物理的性質 (比重の違い) と化学的性質 (溶媒への溶解度の違い) の双方からアプローチする必要があると考えられる。

5. まとめ

今回、玉子加工品における油脂劣化程度 (酸価、過酸化物質価、ヨウ素価) の評価方法を確立することを目的として研究を行った。その結果、玉子加工品に係る各項目の測定方法を確立することができた。

6. 今後の課題

今回、玉子加工品として玉子フィリングの他、厚焼き玉子、半熟卵、煮玉子等についても測定を行い、いずれも測定可能であった (データ未掲載)。

今後は、加工度がさらに高い玉子加工品についても本研究で確立した測定方法を適用していきたい。