

白色懸濁液の濃度評価に関する研究

白石知久*¹ 石田聡*¹ 井村俊彦*² 斎田吉裕*³ 中島吉則**

Study of Consistency Measurement of White Suspending Solution

SHIRAISHI Tomohisa*¹, ISHIDA Satoshi*¹, IMURA Toshihiko*²,
SAITA Yoshihiro*³, NAKAJIMA Yoshinori**

抄録

食品・飲料品などの濃度や糖度を計測する方法としては、溶液の濃度による屈折率の相違を利用した屈折計を用いて評価するのが一般的である。しかしながら、現在の屈折計では、牛乳など白色懸濁液については、光の散乱が生じてしまうため、屈折率を正確に計測できない。本研究では、光の反射・干渉を利用し、白色懸濁液の屈折率の評価手法を開発した。屈折率の計測結果から濃度を算出できることから、簡単な濃度計測が可能となった。

キーワード：マイケルソン干渉計，干渉強度，屈折率，散乱

1 はじめに

近年、食の安全や健康的食生活に対する国民の意識が高まりを見せる中、食品や飲料品の表示についても、より具体的かつ正確な表現が求められてきている。

従来より食品・飲料品などの濃度や糖度を計測する方法としては、溶液の濃度による屈折率の相違を利用した屈折計を用いて評価するのが一般的である。現在では屈折計も安価かつ手持式の軽量タイプとなり、飲料・調味料の製造現場など食品関連のみならず、自動車の不凍液の濃度調整、水溶性切削油の濃度管理など様々な分野で使用されている。

しかしながら、現在の屈折計では、牛乳など白色懸濁液については、光の全反射及び散乱が生じ

てしまうため、屈折率を正確に計測できないといった問題を抱えている。このような食品・飲料品に対しては屈折率を検出できないため、濃度計測も困難となり、現段階での定量的判定は成分分析による結果を待たなければならない。

本研究では、光の反射・散乱・干渉を利用し、白色懸濁液、特に牛乳の屈折率の評価手法を開発した。この屈折率測定方法により従来では屈折率や濃度の計測が困難だった牛乳に対し、容易かつ短時間での計測を可能とした。

2 実験方法

2.1 干渉光学系による計測

図1に示すようなマイケルソン干渉計の光学系を構築した。光源にはスーパーluminescentダイオードを用いた。スーパーluminescentダイオードは、半導体レーザーの高輝度性とLEDの低干渉性を備えた光源である。

図1の光学系において、光源を発した光は中央

*¹ 電子情報技術部

*² 環境技術部

*³ 材料技術部

** 株式会社アタゴ

のビームスプリッターで2方向に分けられる。直進する光はミラー1により鉛直下向きに方向を変え、計測対象物である牛乳液面に到達する。牛乳は予め液厚を定め、シャーレ等透明容器に入れてある。牛乳液面に到達した光は、液面で散乱、反射するか、あるいは牛乳液内に進入する。牛乳液内に進入した光は容器底において底面に配置してあるミラーにより反射される。これら液面及び液底面で反射された光は、中央のビームスプリッターを経て光検出器へと進む。本実験において、光検出器はフォトダイオードを使用し、光強度を電流値で計測した。

一方、ビームスプリッターによって垂直方向に進んだ光は、参照光用のミラーへ照射される。ミラーによって反射された光は、やはり中央のビームスプリッターを経て光検出器へと進む。光検出器において2方向から戻ってきた光が重ね合わせられ、干渉を生じる。この干渉光が強度信号として計測される。

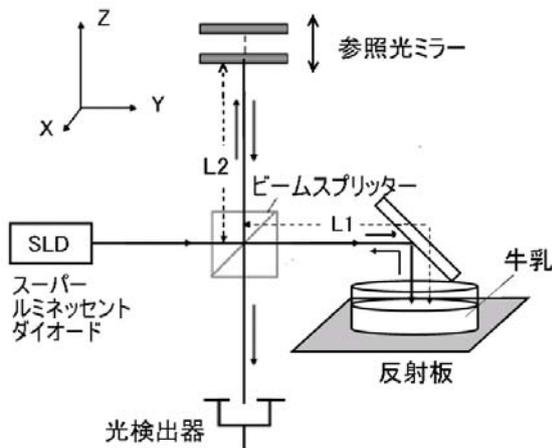


図1 牛乳濃度計測光学系

図1に示すようなマイケルソン干渉計においては、中央のビームスプリッターにおいて光を2方向に分けた位置から計測対象物までの光路長 $L1$ と、参照光用ミラーまでの光路長 $L2$ が等しくなったときに、両方向からの反射光が干渉によって強めあい、図中に示す位置に設置したフォトダイオードなど光検出器において、大きな強度信号が検出される。ここで参照光用ミラーを光軸上 Z 軸方向に高精度かつ微小距離移動させ、光路長を

変化させる。このような参照光ミラーの走査を行った時に、検出される干渉強度信号の変化を計測した。一般に液体の計測を行う場合、ビームスプリッターから直進し液体側に照射した光が、反射され光検出器まで戻ってくると考えられるのは、液面で反射された場合、および底面での反射された場合の2つであると考えられる。ここでは牛乳についてもその原則が適用されると仮定し計測を実施することとした。予め牛乳の液厚が既知であるならば、強い干渉強度信号を計測した時のミラーの走査距離を計測することによって、牛乳の屈折率を計算できると考えられる。

計測には、成分無調整牛乳（乳脂肪分 3.5%以上）、無脂肪牛乳（乳脂肪分 0.2%）、1.0 低脂肪牛乳（乳脂肪分 1.0%）、特濃乳（乳脂肪分 4.2%）（以上、日本酪農協同株式会社近畿工場製造）の脂肪濃度に相違のある4種類の牛乳を用いた。

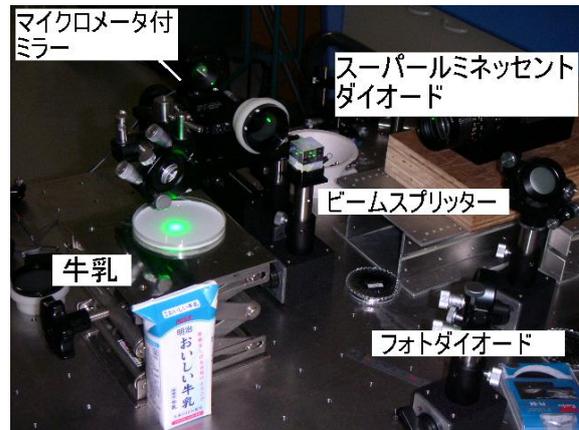


図2 実際の計測状況

2.2 成分物質の分離と計測結果との比較

4種類の牛乳について、その構成成分の濃度を調べるため成分の分離を行った。牛乳に含まれる三大栄養素とされているタンパク質（カゼイン）、糖質（ラクトース）、脂質（乳脂肪）のうち主に水溶性の糖質（ラクトース）についてその含有量を調べた。

2.2.1 牛乳の成分物質の単離

以下に示すような方法で牛乳の成分物質の単離を行った。

(1) タンパク質の単離

- ①対象牛乳 20ml を遠心分離器 (3000 回転/分) で 30 分間かけた後、ろ過。
- ②ろ液に水 20ml を加え、0.2mol/l の酢酸を加えて pH4.6 に調節。カゼインが沈殿する。その後ろ過。
- ③ろ過後、カゼインから水分と脂肪を取り除くため 95%エタノールを 5ml 加え、ペースト状にする。
- ④ろ過後、95%エタノール 5ml、ジエチルエーテル 5ml で洗い乾燥

(2) ラクトースの単離

- ①(1)の②で得たる液を煮沸し、水溶性タンパク質を変性させる。
- ②ろ過後、ろ液に炭酸マグネシウムを加え中和
- ③不溶性炭酸マグネシウムをろ過。ろ液を蒸発皿で煮沸。水を完全に蒸発させる。

(3) 乳脂肪の単離

- ①牛乳 20ml に濃アンモニア水 4ml を加え混合後、95%エタノール 20ml 加える。
- ②分液漏斗に移し、ジエチルエーテル 25ml を入れ、エーテルガスをこまめに抜きながら 30 秒間よく振る。
- ③分液漏斗に石油エーテル 25ml 加え、30 秒間よく振った後、静置。
- ④上層のエーテル層を分液漏斗の上の口から蒸留装置に移し、エーテルを除くと乳脂肪が得られる。

2.2.2 糖質 (ラクトース) の濃度と屈折率の相関計測

市販のラクトースを用い、様々な濃度のラクトース水溶液を作成し濃度ごとの屈折率を計測することで、濃度と屈折率の関係を調べた。また牛乳の成分分離によって得られたラクトース含有量から牛乳に含まれているラクトース濃度が分かるので、同じ濃度のラクトース水溶液を作成し、屈折率を計測した。このラクトース水溶液の屈折率計測結果と、牛乳の屈折率計測結果と比較した。

さらに共同研究者である株式会社アタゴの屈折

糖度計を用いてラクトース濃度を計測し、計測値の比較・確認を行った。

2.2.3 脂肪 (乳脂質) の濃度と屈折率の相関計測

4 種類の牛乳においてその主要構成成分の濃度が明らかになっていることから、ラクトース濃度が等しくなるよう、市販のラクトースを用いて調整した。さらにラクトース濃度が等しくなった 4 種類の牛乳に対し、液中タンパク質の分離を行った。厳密な分離は困難であるが煮沸によるラムズデン現象によってタンパク質を液面に凝固させることができる。タンパク質を除去した 4 種類の牛乳について再び屈折率計測を実施し、脂肪の濃度と屈折率の関係を推定した。

3 結果及び考察

3.1 牛乳の干渉強度信号計測結果

前述の 4 種類の牛乳及び水について、光干渉による強度信号計測により屈折率の計測を行った。結果を図 3 及び図 4、図 5 に示す。これらの図においては、横軸に参照光ミラーの走査距離を、縦軸に干渉光の強度を表示した。干渉光の強度については、光の干渉が生じていない時のフォトダイオードの検出値を基準とし、相対強度を計算した。また牛乳の液厚は 3.0mm とした。

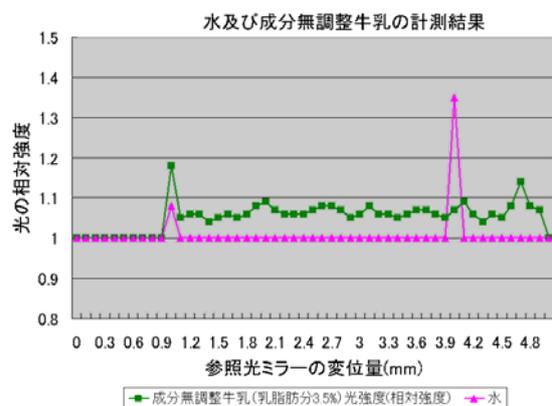


図 3 水及び成分無調整牛乳の屈折率計測結果

液厚及びミラーの走査距離、干渉による光干渉位置から成分無調整牛乳の屈折率は 1.35224 と計算される。

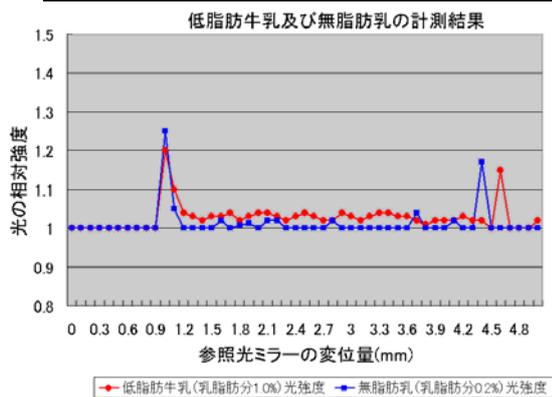


図4 低脂肪乳及び無脂肪乳の屈折率計測結果

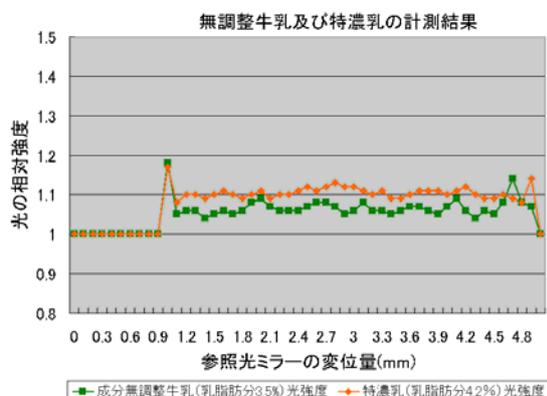


図5 成分無調整牛乳と特濃乳の屈折率計測結果

4種類の牛乳についてそれぞれの屈折率を以下の表1に示す。干渉強度信号が、牛乳液面や底面における反射光によるものだけでなく、液中から出た微弱な光も捉えていることがわかる。これは液中からの散乱光などが光検出器に入ったのではないかと推定される。散乱光の原因としては、脂肪もしくはタンパク質が影響していると考えられる。

表1 4種類の牛乳の屈折率

牛乳の種類	屈折率
成分無調整牛乳	1.35224
低脂肪乳	1.34714
無脂肪乳	1.34461
特濃乳	1.35446

3.2 成分物質の分離と計測結果との比較

3.2.1 牛乳の成分物質の単離

牛乳の主要三成分物質の単離を行った結果を、以下の表2に示す。

表2 4種類の牛乳の単離結果 (牛乳 20ml 中)

	カゼイン	ラクトース	乳脂肪
無調整牛乳	0.58g	0.90g	0.70g
低脂肪乳	0.58g	0.88g	0.20g
無脂肪乳	0.57g	0.94g	0.04g
特濃乳	0.62g	0.91g	0.84g

3.2.2 糖質 (ラクトース) の濃度と屈折率の相関計測

前述の牛乳成分物質の単離において、成分無調整牛乳 20ml (重量 20.6g) 中に含まれるラクトース量が明らかになった。この値から成分無調整牛乳のラクトース濃度は 4.39% と推定できる。

市販のラクトースから、様々な濃度のラクトース溶液を作成し、干渉光学系で屈折率の計測を実施した結果を表3に示す。ラクトース溶液作成時に共同研究者である株式会社アタゴのポケット液体濃度計 (糖度計 PAL-1) を用いて濃度の確認を行った。

表3 ラクトースの濃度と屈折率

濃度 %	屈折率 20℃
0.0	1.33330
1.0	1.33448
2.0	1.33626
3.0	1.33774
4.0	1.33922
4.39	1.33979
5.0	1.34070
6.0	1.34218
7.0	1.34366
8.0	1.34514
9.0	1.34662
10.0	1.34780

ここで、表1に示した屈折率の結果と、表3のラクトースのみの屈折率の結果から、二つの屈折率の差 0.01302 が、脂肪及びタンパク質によって引き起こされる屈折率と考えられる。

3.2.3 脂肪 (乳脂質) の濃度と屈折率の相関計測

ラクトース量を調節し、4種類の牛乳のラクトース濃度を等しくした。表2から無脂肪乳のラクトース濃度 4.7% にそろえることとした。またこ

のようにしてラクトース濃度を調節した牛乳について、それぞれ煮沸することで、主にタンパク質を除去した。これにより主要栄養素のうちほぼ脂肪濃度についてのみ相違のある牛乳を作成した。これらの牛乳に対し屈折率計測を行った結果を表4に示す。

表4 4種類の牛乳の屈折率

牛乳の種類	屈折率
成分無調整牛乳 (脂肪 3.5%)	1.34894
低脂肪乳 (脂肪 1.0%)	1.34412
無脂肪乳 (脂肪 0.2%)	1.34131
特濃乳 (脂肪 4.2%)	1.35345

無脂肪乳のタンパク質濃度に着目すると、タンパク質の有無で計測される屈折率が約 0.00330 程度の違いが生じることがわかる。また牛乳の脂肪濃度の相違と屈折率の関係は図6のようになる。

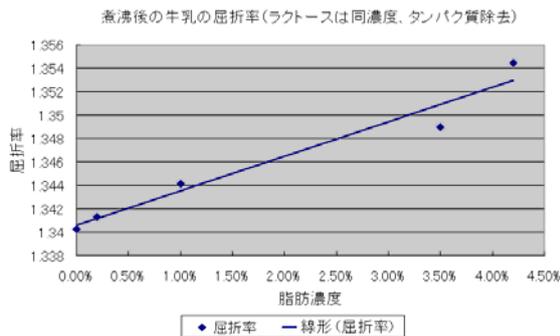


図6 煮沸後の牛乳の濃度と屈折率の相関関係

4 まとめ

上記の実験より以下のことが明らかになった。

- (1) 光の干渉を用いた屈折率計測手法を開発した。特に計測が困難とされていた白色懸濁液 (主に牛乳) の屈折率計測が可能となった。
- (2) 牛乳を単離し、それぞれの濃度計測を行った。これにより干渉光学系で計測される屈折率は糖類(ラクトース)、タンパク質 (カゼイン)、脂肪 (乳脂肪) による影響が加算されて得られた値であることが分かった。

参考文献

- 1) 岩田久敬：食品と食品化学 (1977),
- 2) 赤堀四郎, 木村健二郎監修：化学実験事典,

講談社 (1977)

3) 玉利和宏：日本理化学協会研究紀要 (1995)

4) 小原鉄二郎, 津郷友吉：食品の化学実験, 地球社 (1998)