

大容量試料容器を利用可能な示差走査熱量計による食品素材のそのまま分析

キーワード：示差走査熱量計、食品、米、デンプン、糊化

はじめに

示差走査熱量測定(Differential Scanning Calorimetry, DSC)では、比熱容量や相転移、融解などの測定により、試料の熱容量を測定します。例えば食品においてはデンプンの糊化における糊化開始温度や糊化に必要な熱量などの測定に利用されています。DSC では微小な温度変化を精密制御するため、通常は数十マイクログラム程度の微量の試料で測定しますが、令和4年度に導入された Setaram 社の 3D カルベセンサー装備の DSC は、最大 1 mL の大容量試料容器でも高精度温度制御が可能となっています。また、測定後試料を回収できるなど試料の汎用性が高く、食材そのままを容器に入れて評価することが可能です。今回、米を穀粒のまま容器に入れて測定した例を紹介します。

測定法

試料は令和4年兵庫県宝塚産のキヌヒカリ米を用いました。試料容器に約 200 mg の白米と 300 μ L の精製水を封入し、対照試料には精製水のみ 300 μ L を封入しました。また、米粉(ヒトメボレ)も同様の系で測定しました。

測定には DSC(MicroCARVET, Setaram 社)を用い、30°C から 100°C まで 0.5°C/min 昇温時の熱流量を測定しました。

結果

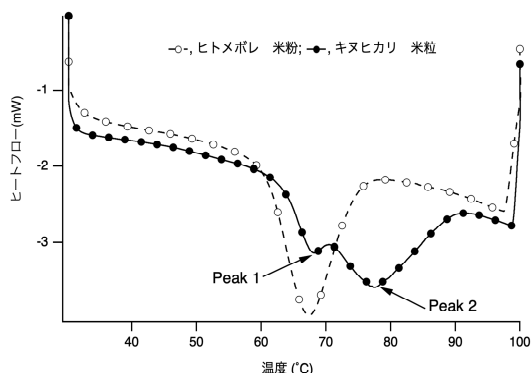


図1 米粉と米粒の DSC 測定結果の比較

図1の米粉(点線)と米粒(実線)では糊化の開始温度は 60°C 近辺と同様ですが、米粉では糊化

による単一の吸熱ピーク(図1点線)が示されたに対して、米粒では米粉と同位置に小さめのピーク(図1実線 Peak 1)と、高温側に大きなピーク(図1実線 Peak 2)が示されました。

本装置の試料容器は大容量かつ再利用可能になっているので、容器を開封して測定後の試料を回収することができます。そこで、Peak 1, Peak 2 のそれぞれの温度で停止した試料を回収し、米粒の断面、特に外縁部分の走査電顕観察を行いました。

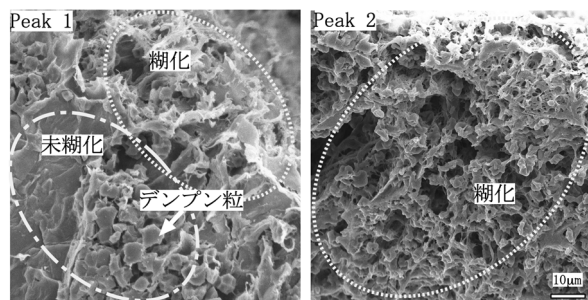


図2 DSC 測定後の米粒の走査電顕画像

その結果 Peak 1 の米粒では外縁部 20 μ m 程度まで糊化によりデンプン粒が溶けていますが、さらに深部では未糊化の角張ったデンプン粒が残っていました(図2、左)。一方 Peak 2 の米粒では外縁部 20 μ m よりさらに深部まで糊化が進んでいるのが観察されました(図2、右)。

今後さらなる検討は必要ですが、米粒の炊飯過程では最初に外縁部分のデンプン粒の糊化が起こり(吸熱 Peak 1)、次に深部の糊化が進行する(吸熱 Peak 2)という2段階の過程を経る可能性が示唆されました。

今回は電顕観察をしましたが、回収した試料は酵素法による糊化度測定なども可能であり、米粒の炊飯時の挙動についてさらなる解析が期待されます。本装置は高感度かつ試料量が多いため、熱量変化の微弱なタンパク質の相変化などの解析にも利用可能です。食品分野で様々な利用可能な本装置について、ご興味のあるかたは遠慮なく担当者にお問い合わせ下さい。