

4 愛がん動物用飼料（ウェット製品）中の水分の測定法

石橋 隆幸^{*}, 石田 亜希子^{*}, 田端 麻里^{*}

Determination of Moisture Content in Wet Type Pet Foods

Takayuki ISHIBASHI^{*}, Akiko ISHIDA^{*} and Mari TABATA^{*}

(*Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fertilizer and Feed Inspection Department)

An analytical method for determination of moisture content in wet type pet foods was developed. 10 g of the sample was placed into polyethylene film bag that contained a diatomite 2-3 g, and mixed well. The mixture was enlarged thinly in the bag, and it was dried at 105±2 °C for 3 h. After polyethylene film bag was allowed to cool to ambient temperature in the desiccators, it was weighed accurately. It was calculated loss in weight as H₂O. A measurement test of moisture content was conducted using twenty kinds of wet type pet foods. The relative standard deviations (RSD) were within 0.13 %.

Key words: moisture content ; polyethylene film bag ; pet foods ; diatomite

キーワード：水分；ポリエチレンフィルム製袋；愛がん動物用飼料；ケイソウ土

1 緒 言

愛がん動物用飼料の成分規格等に関する省令¹⁾が平成21年6月1日に施行され、同省令別表の1の(4)に「成分規格が規定された物質の販売用愛がん動物用飼料中の含有量を算出するに当たっては、当該販売用愛がん動物用飼料中の水分の含有量が10%を超えるときは、その超える量を当該販売用愛がん動物用飼料の量から除外するものとし、当該販売用愛がん動物用飼料中の水分の含有量が10%に満たないときは、その不足する量を当該販売用愛がん動物用飼料の量に加算する」と規定された。

愛がん動物用飼料は、①水分が10%程度のドライ製品、②水分が25~35%程度のセミドライ製品、③水分が70%以上のウェット製品に分類されるが、現行の愛がん動物用飼料等の検査法²⁾に収載されている水分の測定法は、ドライ及びセミドライ製品に相当する試料を適用範囲とする常圧加熱乾燥法のみであり、ウェット製品に相当する試料に適用できる方法は収載されていない。

愛がん動物用飼料中の水分の測定法としては、AOACのカールフイッシャー法によるソフトモイストペットフード中の測定法³⁾があるのみで、他は家畜用飼料中の測定法として常圧加熱乾燥法による方法⁴⁾⁻⁶⁾等があるが、水分を多く含む飼料中の測定法はない。

そこで今回、粘質状、液状及びペースト状などの食品中の水分測定法を参考にして、ウェット製品中の水分の測定法の検討を行ったので、その概要を報告する。

* 独立行政法人農林水産消費安全技術センター肥飼料安全検査部

2.2 試薬等

- 1) ケイソウ土
ハイフラスーパーセル（和光純薬工業製）を使用した。
- 2) シリカゲル
シリカゲル，中粒状（青色）（和光純薬工業製）適量を 135 °C で 2 時間加熱乾燥し，放冷した後，デシケーター中に入れ使用した。

2.3 装置及び器具等

- 1) 電気定温乾燥機：いすゞ製作所製 SS-K-300（自然対流型）
エスペック製 PS-112（送風型）
ADVANTEC 製 DRM420DB（送風型）
ADVANTEC 製 DRM620DB（送風型）
- 2) フードプロセッサー：松下電器産業製 MK-K80
- 3) 精密天びん：島津製作所製 AW320
- 4) デシケーター：上ロコック付きで中板の直径が 18 cm のもの
- 5) ポリエチレンフィルム製袋：ハイゼックス HD ボトムシール平袋（幅 80 mm，長さ 130 mm，厚さ 0.05 mm）
- 6) 携帯型除電器：マスコット除電器（理研精工製，アズワン販売 1-8912-01）

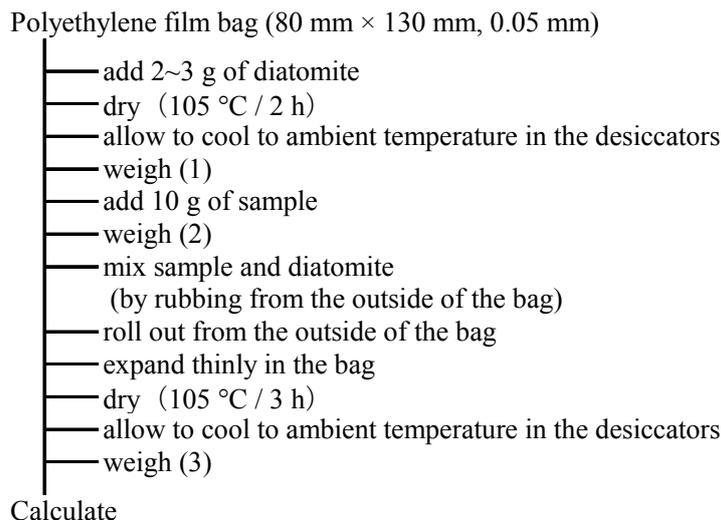
2.4 定量方法

ケイソウ土 2~3 g をポリエチレンフィルム製袋に入れ，袋の口を開いて袋を膨らませた後，105±2 °C で 2 時間乾燥した。乾燥後，袋の口を三つ折りにして閉じ，ゼムクリップで止めてデシケーター中で 15 分間放冷後，ゼムクリップをはずして重さを正確に量った。ひょう量の際には，精密天びんの風防内を携帯型除電器で天びんのひょう量値が安定するまで除電した後，数値を読み取った。以後ひょう量の際は，同様に操作した。

分析試料約 10 g を正確に量って先のポリエチレンフィルム製袋に入れ，袋の口を三つ折りにした後，袋の外側から手で揉んで試料とケイソウ土を混和させた。混和物に粘着性がなく水が浮いた状態の場合は，袋の口を開いて袋を膨らませ，105±2 °C で加熱しながら，ときどき同様に混和させ，粘着性が出るまで予備乾燥した。また，混和物が既に粘着性がある状態の場合は，予備乾燥は行わなかった。混和物を袋の外側から押し伸ばして袋の中に均一に薄く広げた。

次に，袋の口を開いて袋を膨らませ，105±2 °C で 3 時間乾燥した。乾燥途中にときどき袋を取り出し，袋の口の開きを整えると同時に，乾燥が進んで固着して塊状になった混和物を袋の外側から押しつぶしてできるだけ粉末状にした。乾燥後，袋の口を三つ折りにして閉じ，ゼムクリップで止めてデシケーター中で 15 分間放冷後，ゼムクリップをはずして重さを正確に量り，試料中の水分量を算出した。

なお，測定法の概要を Scheme 1 に示した。



Scheme 1 Analytical procedure for moisture content in wet type pet foods

3 結果及び考察

3.1 検討条件

2.1 で述べたとおり，市販されている犬用及び猫用のウェット製品は，動物質性原料（肉部分）が主体となっている．動物質性試料中の水分の測定法は，食品の方法では食肉及び肉製品は 135 °C で 2 時間，魚介類は 105 °C で 5 時間，いずれも乾燥助剤を添加して常圧加熱乾燥することとなっている．

次に，動物質性以外の原材料としては，野菜類や穀類等の植物性原料，ビタミン，ミネラル等の添加物等が主に使用されており，そのうち野菜類中の水分の測定法は，食品の方法では乾燥助剤を添加して 70 °C で 5 時間減圧加熱乾燥することとなっている．

したがって，ウェット製品に使用される主な原材料の個々の水分の測定法は，食品ではそれぞれ異なった方法となっているため，ウェット製品中には水分の測定法の異なる原材料が混在していることになる．

また，販売用愛がん動物用飼料の原材料表示は，使用している原材料名が記載されているだけでその割合は表示されていないため，例えば原材料の割合に応じて測定方法を使い分けるということができない．

以上のことから，検討方針として上記の食品の方法を基にした複数の方法で Table 2 の試料について測定値の比較検討を行い，原材料の内容及びその割合に関係なく再現性を重要視した 1 つの方法を定義するように，以下の条件で検討を進めることとした．

1) 加熱乾燥条件

上記の食品の方法を参考に，以下の 3 つの加熱乾燥条件で検討を行った．なお，加熱乾燥条件 A 及び B においては，設定した乾燥時間後も更に 1 時間乾燥・ひょう量を最大 5 時間まで繰り返し恒量確認を行った．

加熱乾燥条件 A：常圧 135 °C 加熱・2 時間乾燥

B：常圧 105 °C 加熱・3 時間乾燥

C：3.3 kPa 減圧下 70 °C 加熱・5 時間乾燥

2) ひょう量容器，乾燥助剤，試料採取量

ひょう量容器は，食品の方法で使用されている以下の3つの容器を用いた．

i アルミニウム製ひょう量皿

口径 55 mm，底径 50 mm，深さ 25 mm のものを使用した．

食品の乾燥助剤添加常圧加熱法では，口径 75 mm，底径 70 mm，深さ 35 mm のものを用いているが，試料量及び乾燥助剤量を含めると，全体の重量が最大で 60 g 前後になる．本検討においては，全体の重量を抑えひょう量誤差を小さくするために，飼料分析基準⁴⁾の常圧加熱乾燥法で使用しているものと同サイズのものを用いた．

乾燥助剤は，食品の乾燥助剤添加常圧加熱法では，500~710 μm (30~22 メッシュ) の精製ケイ砂を用いることとなっているが，「飼料分析法・解説 -2009-」⁹⁾の水分の注解及び注意点には，海砂を用いた方法が記載されている．市販のウェット製品 6 点について，5 点併行で水分の測定を行い，*t*-検定を行った結果，両者の結果に有意差は認められなかったため，同法と同じ条件の海砂 10 g，試料採取量 2 g として検討を行った．この海砂を添加しアルミニウム製ひょう量皿を用いる方法を Scheme 2 の(A)に示した．以降「海砂添加法」という．

ii アルミニウム箔製袋

厚さ 15 μm のアルミニウム箔を封筒状に折って縦約 18 cm，横約 12 cm の袋にしたものを容器として用いた．ウェット製品の中で，水分表示量が 80 %未満の試料はそれ以上の試料と違ってかなり粘着性が高いため，食品の粘質状の穀類加工品に適用されている当該容器を検討した．

乾燥助剤は添加せず，試料採取量は 3 g とした．

この方法を Scheme 2 の(B)に示した．以降「アルミニウム箔法」という．

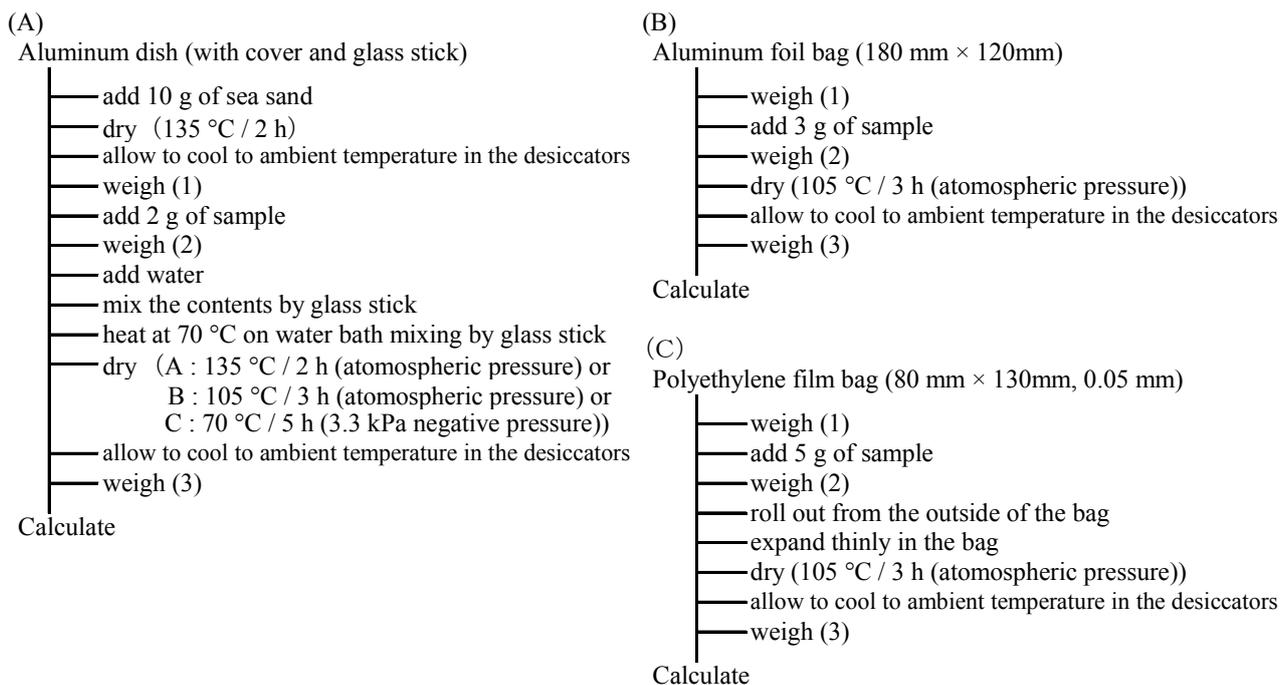
iii ポリエチレンフィルム製袋

粘質状，ペースト状等の一般的に高水分の食品に適用されているポリエチレンフィルム製袋（幅 80 mm，長さ 130 mm，厚さ 0.05 mm の低圧重合のもの）を容器として用いた．このポリエチレンフィルム製袋を用いた方法を以降「ポリエチレンフィルム法」という．

ポリエチレンフィルム法に用いる乾燥助剤は，食品の方法と同様にケイソウ土（ハイフラスーパーセル）2~3 g を用い，試料採取量は 10 g とした．このケイソウ土を添加するポリエチレンフィルム法を Scheme 1 に示した．以降「ケイソウ土添加フィルム法」という．

また，上記 ii と同様に粘着性の高い試料は，乾燥助剤を使わなくても測定が可能であるから，乾燥助剤を添加せず試料採取量を 5 g とした方法も合わせて検討した．この乾燥助剤を添加しないポリエチレンフィルム法を Scheme 2 の(C)に示した．以降「直接フィルム法」という．

なお，ポリエチレンフィルム法は，ポリエチレンフィルム製袋の耐熱限度により加熱温度は 105 $^{\circ}\text{C}$ 以下に限定されることから，1)の加熱乾燥条件 B のみにより検討を行った．



Scheme 2 Analytical procedure for other methods using in this study

3.2 加熱乾燥条件の違いによる測定結果への影響

まず、海砂添加法により全ての加熱乾燥条件で測定を行い、得られた測定値及び相対標準偏差 (RSD) を Table 3 に示した。これらを基に検証を行った。

1) 測定値の検証

試料毎に各加熱乾燥条件での測定値を確認したところ、概ね加熱温度の高い順に水分の測定値も高くなっていたが、一部そうならない試料もあった。

水分の測定値が加熱温度の高い順になっていない試料については、加熱温度の違いにより測定値に何らかの影響があったものと考え、これらについて検証を行った。

i 試料番号 9

試料番号 9 は、常圧 135 °C での測定値が他法より 3 %程度低い結果であった。当該試料は検討に用いた試料で唯一はちみつを含有しており、はちみつ中の水分は高温ではかえって蒸発しづらいことから、このことが影響しているものと考えられた。

したがって、はちみつを含有しているウェット製品には 135 °C 加熱法は適用できないものと考えられた。

ii 試料番号 20

試料番号 20 は、加熱温度が低いほど水分の測定値が高くなっている。当該試料は、魚肉主体で更に野菜も入っており、これらは食品の方法での加熱温度がそれぞれ 105 °C、70 °C であるため、高温ではかえって水分が蒸発しづらいことが影響しているものと考えられた。

2) ばらつきの検証

Table 3 で相対標準偏差 (RSD) が 0.30 %以上 (下線を付したもの) となった試料について検証を行った。

i 試料番号 1

試料番号 1 は、減圧 70 °C において、相対標準偏差 (RSD) は 0.54 %とかなりのばらつき

が見られた。当該試料は牛肉主体の試料であり，食品の食肉の方法では加熱温度が 135 °C であるため，減圧ではあるものの 70 °C では加熱が不十分でこれがばらつきの要因になっているものと考えられた。

ii 試料番号 5, 9 及び 20

試料番号 5 は，135 °C において，相対標準偏差（RSD）は 0.30 % であった。Table 3 には 2 時間乾燥後の測定値を示しているが，当該試料は実際恒量となったのが 4 時間乾燥後であり，その測定値は 80.64 % であった。また，当該試料と同じ牛肉主体で野菜入りの試料番号 2 も，ばらつきは少ないものの恒量となったのが 5 時間乾燥後であり，その測定値は 83.42 % であった。また，これら以外に 135 °C で相対標準偏差（RSD）が 0.3 % 以上となった試料番号 9 及び 20 も野菜が入っていることから，野菜入りの試料を 135 °C で加熱するとばらつきの要因となる何らかの影響があったものと考えられるが，明確な原因はわからなかった。なお，105 °C 以下の測定値ではこのような傾向は見られなかった。

Table 3 Measured value of moisture content with three conditions of drying

Classification of labeled moisture content	Sample				Atmospheric pressure				3.3 kPa negative pressure		
	Main ingredients	No.	Pet food types for	Labeled moisture content (% less than)	A : 135 °C / 2 h		B : 105 °C / 3 h		C : 70 °C / 5 h		
					Measured value ^{a)} (%)	RSD ^{b)} (%)	Measured value ^{a)} (%)	RSD ^{b)} (%)	Measured value ^{a)} (%)	RSD ^{b)} (%)	
more than 80 %	Beef	1	Dogs	85.0	79.72	0.24	79.14	0.25	79.15	<u>0.54</u>	
		2	Dogs	85.0	81.96	0.25			81.29	0.06	
		3	Dogs	95.0							
	+Vegetables	4	Dogs	85.0	83.22	0.14	82.48	0.29			
		5	Dogs	85.0	80.44	<u>0.30</u>	80.17	0.06	79.49	0.29	
	Chicken	6	Dogs	84.0	78.28	0.19					
		7	Dogs	85.0	82.37	0.17	82.21	0.24	82.19	0.15	
		8	Cats	85.0	84.20	0.23	84.18	0.14			
	+Vegetables	9	Dogs	89.0	86.20	<u>0.43</u>	89.29	0.04	89.04	0.09	
	Fish	10	Cats	85.0	84.63	0.23	84.35	<u>0.35</u>			
		11	Cats	80.0	78.86	0.11	78.77	0.13			
		12	Cats	92.0	88.48	0.05	88.39	0.11	88.22	0.09	
		+Vegetables	13	Dogs	89.0	86.11	0.06	85.80	0.09	85.56	0.20
		14	Cats	84.0	84.96	0.07	84.61	0.10	84.48	0.21	
	15	Cats	95.0	89.24	0.02						
less than 80%	Beef	16	Cats	78.0			76.53	0.10			
	Chicken	17	Dogs	77.0	74.19	0.10			73.84	0.05	
		18	Cats	77.0	72.99	0.10					
	Fish	19	Cats	75.0			71.11	0.15			
	+Vegetables	20	Cats	75.0	72.02	<u>0.50</u>	72.67	<u>0.43</u>	72.95	<u>0.45</u>	

a) Mean ($n=5$)

b) Relative standard deviation of repeatability (The underlined value is 0.30 % or more.)

iii 試料番号 10

試料番号 10 は、105 °C の海砂添加法において、相対標準偏差 (RSD) は 0.35 % であったが、その原因を特定できなかった。

以上のとおり、海砂添加法により検討した 3 通りの加熱乾燥条件で、測定する試料によっては何らかの問題が生じることがわかったことから、一つの加熱乾燥条件だけを採用することはできなかった。そこで、他のひょう量容器を用いることによりそれぞれの問題が解決できないかの検討を行った。

3.3 アルミニウム箔法の検討

3.2 の検討で測定値及び相対標準偏差 (RSD) とともに問題があった試料番号 20 の試料は、水分表示量が 80 % 未満であった。ウェット製品の中で、水分表示量が 80 % 未満の試料はそれ以上の試料と違ってかなり粘着性が高い (以下「粘着性試料」という。) ため、乾燥助剤を添加するよりも食品の粘質状の穀類加工品に適用されているアルミニウム箔法が有効ではないかと考え、試料番号 20 の試料を含む水分表示量が 80 % 未満の 5 試料について測定を行った。

その結果は Table 4 のとおりであり、測定値及び相対標準偏差 (RSD) とともに海砂添加法と同等以上の良好な結果が得られた。

特に、試料番号 20 の試料の測定結果は、測定値が海砂添加法で最大値となった 70 °C 減圧加熱乾燥法とほぼ同じであり、相対標準偏差 (RSD) も海砂添加法の約半分程度になるまで改善が見られた。

Table 4 Measured value of moisture content using aluminum foil bag and other method

Sample				Atmospheric pressure						3.3 kPa negative pressure	
Main ingredients	No.	Pet food types for	Labeled moisture content (% less than)	A: 135 °C / 2 h		B: 105 °C / 3 h				C: 70 °C / 5 h	
				Aluminum dish + Sea sand		Aluminum dish + Sea sand		Aluminum foil bag		Aluminum dish + Sea sand	
				Measured value ^{a)}	RSD ^{b)}						
				(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)	(%)
Beef	16	Cats	78.0			76.53	0.10	76.31	0.11		
Chicken	17	Dogs	77.0	74.19	0.10			73.92	0.09	73.84	0.05
	18	Cats	77.0	72.99	0.10			72.35	0.10		
Fish	19	Cats	75.0			71.11	0.15	71.54	0.12		
+Vegetables	20	Cats	75.0	72.02	<u>0.50</u>	72.67	<u>0.43</u>	72.93	0.24	72.95	<u>0.45</u>

a) Mean value (n=5)

b) Relative standard deviation of repeatability (The underlined value is 0.30 % or more.)

そこで、アルミニウム箔法を水分表示量が 80 % 以上のウェット製品 (以下「多水分試料」という。) にも適用できないかの検討を行った。

多水分試料は、水が浮いている (固形物部分と水が分離している固液分離) 状態であり、アルミニウム箔法では粘着性試料のように試料だけを量り取って直接乾燥させることはできないため、乾燥助剤としてケイソウ土 (ハイフラスーパーセル) を添加して検討することとした。

その場合、試料と乾燥助剤を混和する必要があるが、アルミニウム箔の材質上外側から手で揉む等することはできないため、混和にはガラス棒を用いた。

しかし、ガラス棒だけでは試料に粘着性が出るまでうまく混和することができなかった。また

試料のひょう量時も手間がかかること、混和に用いるガラス棒もひょう量する必要があること等から、アルミニウム箔法の多水分試料への適用は断念することとした。

3.4 ポリエチレンフィルム法の検討

3.3 で断念したアルミニウム箔法の代替法として、同じく粘質状、ペースト状等の食品に適用されているポリエチレンフィルム法による検討を以下のとおり行った。

1) 静電気の影響について

ポリエチレンフィルム法でひょう量容器に用いるポリエチレンフィルム製袋は、静電気を帯びやすく、帯電するとひょう量誤差が大きくなる。実際検討当初は、ひょう量値が全く安定しなかったり、同じものをひょう量直後に再度ひょう量するとひょう量値が数 10 mg も違っていたりといった事が常時起こり、静電気の影響に苦慮していた。そこで、ひょう量時に精密天秤の風防内を携帯型除電器で除電した後、ひょう量したところ、上記の現象がなくなりひょう量値が安定した。

したがって、本検討のひょう量時には必ず除電器を用いてひょう量値が安定するまで除電した後、数値を読み取ることとした。

2) 粘着性試料への適用の可否

粘着性試料の測定法としては、Table 4 のとおりアルミニウム箔法が有効であるとの結果が得られているが、同様の手順で測定するポリエチレンフィルム法も適用できないか検討した。

粘着性試料については、ポリエチレンフィルム法も乾燥助剤を用いることなく乾燥できるため、直接フィルム法で測定した。

その結果は Table 5 のとおりであり、直接フィルム法の測定値は、アルミニウム箔法による測定結果と比較してばらつきが小さく、その繰返し精度は相対標準偏差（RSD）として 0.17 %以下であった。また、測定値も他法と比較して問題となるような結果は認められなかった。特に 3.2 の検証で述べた他法でばらつきが大きかった試料番号 20 の試料についても繰返し精度は相対標準偏差（RSD）として 0.13 %であり、再現性の点で有効であることがわかった。

Table 5 Measured value of moisture content using polyethylene film bag and other method
(in wet type pet foods (labeled moisture content : less than 80 %))

Main ingredients	Sample			Aluminum foil bag		Polyethylene film bag	
	No.	Pet food types for	Labeled moisture content (% less than)	Measured value ^{a)} (%)	RSD ^{b)} (%)	Measured value ^{a)} (%)	RSD ^{b)} (%)
Beef	16	Cats	78.0	76.31	0.11	76.94	0.08
Chicken	17	Dogs	77.0	73.92	0.09	74.28	0.17
		Cats	77.0	72.35	0.10	72.63	0.06
Fish	19	Cats	75.0	71.54	0.12	71.32	0.06
+Vegetables	20	Cats	75.0	72.93	0.24	72.17	0.13

a) Mean value (n=5)

b) Relative standard deviation of repeatability

3) 高水分試料への適用の可否

一般に高水分食品に適用されるポリエチレンフィルム法は、乾燥助剤としてケイソウ土（ハ

イフラスーパーセル) 2~3 g を添加してポリエチレンフィルム製袋で乾燥していることから、本検討においても同様に測定した。

その結果を Table 6 に示した。ケイソウ土添加フィルム法は、海砂添加法による各加熱乾燥条件での測定結果と比較してほとんど全ての試料でばらつきが一番小さく、その繰返し精度は相対標準偏差 (RSD) として 0.13 %以下であった。測定値も海砂添加法で見られた加熱温度が高くなるほど高くなる傾向には当てはまらず、135 °C 常圧加熱乾燥法の測定値と同等又は上回るものもあって、問題となるような結果は認められなかった。特に、他の方法でばらつきが大きい等何らかの問題があった試料番号 1, 2, 5, 8, 9 及び 10 についても、ケイソウ土添加フィルム法では問題のない結果が得られた。

以上の結果から、高水分試料の水分測定法としてケイソウ土添加フィルム法は適用可能であると考えられた。

Table 6 Measured value of moisture content using polyethylene film bag and other method
(in wet type pet foods (labeled moisture content : more than 80 %))

Sample				Atmospheric pressure						3.3 kPa negative pressure	
				A : 135 °C / 2 h		B : 105 °C / 3 h				C : 70 °C / 5 h	
Main ingredients	No.	Pet food types for	Labeled moisture content (% less than)	Aluminum dish +Sea sand		Aluminum dish +Sea sand		Polyethylene film bag +Diatomite		Aluminum dish +Sea sand	
				Measured value ^{a)} (%)	RSD ^{b)} (%)	Measured value ^{a)} (%)	RSD ^{b)} (%)	Measured value ^{a)} (%)	RSD ^{b)} (%)	Measured value ^{a)} (%)	RSD ^{b)} (%)
Beef	1	Dogs	85.0	79.72	<u>0.24</u>	79.14	<u>0.25</u>	79.69	0.02	79.15	<u>0.54</u>
	2	Dogs	85.0	81.96	<u>0.25</u>			81.67	0.13	81.29	0.06
	3	Dogs	95.0					91.73	0.03		
+Vegetables	4	Dogs	85.0	83.22	0.14	82.48	<u>0.29</u>	82.78	0.12		
	5	Dogs	85.0	80.44	<u>0.30</u>	80.17	0.06	80.74	0.06	79.49	<u>0.29</u>
Chicken	6	Dogs	84.0	78.28	0.19			78.21	0.04		
	7	Dogs	85.0	82.37	0.17	82.21	<u>0.24</u>	82.17	0.05	82.19	0.15
	8	Cats	85.0	84.20	<u>0.23</u>	84.18	0.14	84.48	0.08		
+Vegetables	9	Dogs	89.0	86.20	<u>0.43</u>	89.29	0.04	89.25	0.02	89.04	0.09
Fish	10	Cats	85.0	84.63	<u>0.23</u>	84.35	<u>0.35</u>	84.95	0.12		
	11	Cats	80.0	78.86	0.11	78.77	0.13	78.79	0.03		
	12	Cats	92.0	88.48	0.05	88.39	0.11	88.17	0.03	88.22	0.09
+Vegetables	13	Dogs	89.0	86.11	0.06	85.80	0.09	86.34	0.07	85.56	<u>0.20</u>
	14	Cats	84.0	84.96	0.07	84.61	0.10	84.47	0.02	84.48	<u>0.21</u>
	15	Cats	95.0	89.24	0.02			89.28	0.03		

a) Mean value (n=5)

b) Relative standard deviation of repeatability (The underlined value is 0.20 % or more.)

3.5 ケイソウ土添加フィルム法及び直接フィルム法の適用範囲の検討

これまでの検討を踏まえ、水分表示量 80 %未満のウェット製品を粘着性試料、80 %以上のウェット製品を高水分試料と便宜上区分し、粘着性試料は直接フィルム法を、高水分試料はケイソウ土添加フィルム法を適用することとして検討を行ってきた。しかし、愛がん動物用飼料の水分表示量は最大表示であることから、特に水分表示量 80 %以上の製品で実際の水分含量が 80 %未満であるものが存在する可能性は十分に考えられ、また、その逆の場合も考えられるため、両方法で測定可能な試料の水分量の範囲及び両方法による測定値の比較検討を行うこととした。

そこで、3.4 の 3) における検討において水分測定値が 80 %未満となった 3 検体について、直接フィルム法で水分の測定を行い、ケイソウ土添加フィルム法の結果との比較を行った。

また、これとは逆に、粘着性試料 5 検体について、ケイソウ土添加フィルム法で水分の測定を行い、直接フィルム法の結果との比較を行った

その結果は Table 7 のとおりであり、以下のとおり検証を行った。

Table 7 Measured value of moisture content using polyethylene film bag and polyethylene film bag with diatomite

Classification of labeled moisture content	Sample				Polyethylene film bag +Diatomite		Polyethylene film bag	
	No.	Pet food types for	Labeled moisture content (% less than)	Labeled crude fat content (% more than)	Measured value ^{a)} (%)	RSD ^{b)} (%)	Measured value ^{a)} (%)	RSD ^{b)} (%)
more than 80 %	1	Dogs	85.0	0.7	79.69	0.02	79.55	0.23
	6	Dogs	84.0	2.5	78.21	0.04	78.23	0.05
	11	Cats	80.0	2.0	78.79	0.03	78.82	0.06
less than 80%	16	Cats	78.0	2.0	76.86	0.04	76.94	0.08
	17	Dogs	77.0	6.0	74.11	0.05	74.28	0.17
	18	Cats	77.0	2.3	72.54	0.03	72.63	0.06
	19	Cats	75.0	1.5	71.28	0.03	71.32	0.06
	20	Cats	75.0	1.5	72.53	0.06	72.17	0.13

a) Mean value ($n=5$)

b) Relative standard deviation of repeatability

1) 適用範囲について

直接フィルム法は、試料が粘着性のある状態でなければ測定が困難であるが、検討した水分表示量が 80 %以上の 3 検体については粘着性を保っていて、測定は可能であった。ただし、これ以上水分量が高くなると測定が困難であると思われた。

一方、ケイソウ土添加フィルム法は、水分表示量 80 %未満の 5 検体で検討を行ったが、いずれもケイソウ土を添加して試料との混和物が粘着性を保つのは可能であった。ただし、試料によっては混ざりにくいものもあったが、ケイソウ土の量を 2 g 程度に減らすことにより解消することができた。

2) 測定値について

検討した 8 検体のうち 6 検体で直接フィルム法の測定値が高くなっているが、うち 5 検体はその差が 0.1 %以内であり、ほぼ同様の結果が得られた。

3) ばらつきについて

ケイソウ土添加フィルム法及び直接フィルム法の測定結果の繰返し精度は、相対標準偏差 (RSD) としてそれぞれ 0.06 %以下及び 0.23 %以下であり、ケイソウ土添加フィルム法の結果が良好であった。しかも検討した 8 検体全ての試料について、ケイソウ土添加フィルム法の相対標準偏差 (RSD) が小さかった。

また、直接フィルム法で相対標準偏差が 0.10 %を超えたものが 3 検体あり、これらは 2)で述べた測定値の差が 0.1 %以内にならなかった 3 検体であった。

以上のことから、通常はケイソウ土添加フィルム法も直接フィルム法も良好に測定できるものの、試料に含まれる物質によって直接フィルム法は測定に影響を受けやすく、そのことが両者の差となっているのではないかと考えられた。

4) 試料番号 17 について

試料番号 17 を直接フィルム法で測定を行ったところ、試料が脂状に固結しており、袋の内部も脂が浮いたような状態であった。そこでその原因を調べたところ、当該試料は粗脂肪表示量が 6.0 %以上（乾物換算で 23.2 %以上）で今回検討に用いた試料の中で最も脂肪分の高い試料であった（他の試料の中で最大表示量は 3.0 %以上）。

一方、ケイソウ土添加フィルム法で測定したところ、乾燥後の試料及びケイソウ土は他の試料と同様に粉状に乾燥されており、若干袋の内側が脂っぽい感じではあるものの、特に問題は認められなかった。

したがって、3)で述べた測定に影響を与える物質の一つとしてこの脂肪分が考えられ、直接フィルム法はケイソウ土添加フィルム法に比べこの脂肪分の影響を受けやすいものと考えられた。

5) 試料番号 20 について

試料番号 20 の試料は、各方法でのばらつきが大きい中で、ポリエチレンフィルム法だけはばらつきが小さかった。当該試料は粘着性の高い試料であるため、ポリエチレンフィルム法のように試料を薄く押し伸ばし、更に乾燥助剤の添加で表面積が広がり、水分が飛びやすい状態で乾燥することでばらつきが改善されたものと考えられた。

以上 1)~5)の結果から、ウェット製品中の水分の測定法として、ケイソウ土添加フィルム法のみを適用することとし、以後の検討を行った。

3.6 高脂肪試料の検討

3.5 の 4)で、脂肪分が水分の測定に影響を与える可能性について言及したが、検討に用いた試料の中に粗脂肪表示量 5.0 %の試料番号 2 があり、試料番号 17 の試料とともに各加熱乾燥条件での比較検討を行った。なお、条件 C の減圧 70 °C・5 時間の条件においては、ケイソウ土添加フィルム法で測定し、試料番号 17 は水分表示量が 77.0 %以下であるため、アルミニウム箔法でも測定した。その結果を、Table 8 に示した。

まず、試料番号 2 の試料については、加熱温度が高いほど測定値も高くなったが、加熱温度が一番高い条件 A でのばらつきが大きくなった。乾燥後の試料の状態については、いずれも脂が浮くといった状態は見られなかった。

次に、試料番号 17 の試料については、いずれの方法も大きなばらつきもなくほぼ同様の結果が得られ、数値的には問題のない状態であった。しかし、乾燥後の試料の状態について、条件 A においては、焦げ付き等は見られなかったものの、試料と海砂が完全に固結してしまっており、恒量になるのに 4 時間かかった。その他は前述のとおり直接フィルム法で脂状に固結した以外は特に問題は見られず、ケイソウ土添加フィルム法は測定条件の違いに関係なく良好な結果が得られた。

したがって、高脂肪試料の水分測定法として、条件 A は適さないこと、ケイソウ土添加フィルム法が有効であることがわかった。

Table 8 Measured value of moisture content by high fat content sample

No.	Sample			Atmospheric pressure								3.3 kPa negative pressure	
				A : 135 °C / 2 h				B : 105 °C / 3 hour				C : 70 °C / 5 hour	
	Pet food types for	Labeled moisture content (% less than)	Labeled crude fat content (% more than)	Aluminum dish +Sea sand		Polyethylene film bag +Diatomite		Polyethylene film bag		Aluminum foil bag		Polyethylene film bag +Diatomite	
				Measured value ^{a)} (%)	RSD ^{b)} (%)	Measured value ^{a)} (%)	RSD ^{b)} (%)	Measured value ^{a)} (%)	RSD ^{b)} (%)	Measured value ^{a)} (%)	RSD ^{b)} (%)	Measured value ^{a)} (%)	RSD ^{b)} (%)
2	Dogs	85.0	5.0	81.96	<u>0.25</u>	81.67	0.13	—	—	—	—	81.29	0.06
17	Dogs	77.0	6.0	74.19	0.10	74.11	0.05	74.28	0.17	73.92	0.09	73.84	0.05

a) Mean value (n=5)

b) Relative standard deviation of repeatability (The underlined value is 0.20 % or more.)

4 まとめ

愛がん動物用飼料のウェット製品中の水分の測定方法として、ポリエチレンフィルム製袋を用いた常圧加熱乾燥法を検討したところ、次の結果が得られた。

- 1) 乾燥助剤としてケイソウ土（ハイフラスーパーセル）を添加混合して、ポリエチレンフィルム製袋で乾燥するケイソウ土添加フィルム法でウェット製品を測定した結果、検討した全ての試料においてその繰返し精度は相対標準偏差（RSD）として 0.13 %以下であり、良好に測定することができた。
- 2) ポリエチレンフィルム製袋は、静電気を帯びやすく、帯電するとひょう量誤差が大きくなるため、ひょう量時に除電器を用いてひょう量値が安定するまで除電した後、数値を読み取ることにより静電気の影響を排除することができた。

文 献

- 1) 農林水産省令・環境省令：愛がん動物用飼料の成分規格等に関する省令，平成 21 年 4 月 28 日，省令第 1 号 (2009).
- 2) 独立行政法人農林水産消費安全技術センター理事長通知：「愛がん動物用飼料等の検査法」の制定について，平成 21 年 9 月 1 日，21 消技第 1764 号 (2009).
- 3) AOAC Official Methods of Analysis, Chapter 4, 4.1.09, 4-4(1995).
- 4) 農林水産省消費・安全局長通知：飼料分析基準の制定について，平成 20 年 4 月 1 日，19 消安第 14729 号 (2008).
- 5) ISO 6496:1999 : Animal feeding stuffs -- Determination of moisture and other volatile matter content (1999).
- 6) AOAC Official Methods of Analysis, Chapter 4, 4.1.06, 2-2(1995).
- 7) 社団法人日本食品科学工学会，新・食品分析法編集委員会編：新・食品分析法（株式会社光琳）(1996).
- 8) 財団法人日本食品分析センター：分析実務者が書いた五訂日本食品標準成分表分析マニュアルの解説 (2001).
- 9) 独立行政法人農林水産消費安全技術センター飼料分析基準研究会編著：飼料分析法・解説-2009-, 26 (2009).