

煮干魚類の粗脂肪測定手順書

独立行政法人農林水産消費安全技術センター

1. 適用範囲

この手順書は、煮干魚類の日本農林規格に規定する煮干魚類及びそれらの周辺食品に適用する。

2. 測定の概要

試料をソックスレー抽出器を用いて、ジエチルエーテルで4時間抽出し、ジエチルエーテルを留去し、残留物の重量から粗脂肪分を計算する。

3. 注意事項

- (a) ジエチルエーテルは揮発しやすく、また引火性が非常に強く有毒なので、火気に注意し、取り扱う際には保護手袋、保護メガネ、有機ガス用マスク等を着用すること。
- (b) ジエチルエーテルは流しに捨てず、別の容器に回収し適切に処理すること。ジエチルエーテルは指定数量が小さいため、廃液を含め保管数量に注意すること。
- (c) 恒温乾燥器を取り扱う際は火傷に注意し、必要に応じて耐熱手袋を着用すること。
- (d) 粗脂肪分抽出はドラフト等排気設備のある場所で操作すること。
- (e) 7.4 粗脂肪分抽出(e)でジエチルエーテルは完全に除去すること。ジエチルエーテルが抽出用フラスコ内に残留していると乾燥器内で引火、爆発するおそれがある。

4. 試薬

試薬は、以下のものを用いる。JIS 番号を記載している試薬は、JIS に規定するもの又はこれと同等以上のものを用いる。

ジエチルエーテル JIS K 8103 に規定するもの。

5. 器具及び機器

5.1 試験試料の調製に用いる器具は、次のとおりとする。

- (a) 粉碎器：ミキサー等。
- (b) 試験用ふるい：JIS Z 8801-1(2006)に規定する目開き 850 μ mのもの。

5.2 試験に用いる器具及び装置は、次のとおりとする。JIS 番号を記載している器具及び機器は、JIS に規定するもの又はこれと同等以上のものを用いる。

- (a) 円筒ろ紙 セルロース製のもの¹⁾。
- (b) 電子天びん 0.1 mg の桁まで秤量が可能なもの。
- (c) 脱脂綿 薬事法に規定する医療脱脂綿、又はこれと同等以上のもの。
- (d) 恒温乾燥器 105 $^{\circ}$ Cに設定した場合の温度調節精度が ± 2 $^{\circ}$ Cであるもの。庫内が清浄

であること。

- (e) デシケーター：JIS R 3503 に規定するもので乾燥剤としてシリカゲルを入れたもの。
- (f) ソックスレー抽出器 JIS R 3503 に規定するもの。すなわち、冷却管、抽出器及び抽出用フラスコで構成され、150 mL 容の抽出用フラスコに対応するもの。
- (g) メスシリンダー 呼び容量 200 ml または 250 ml。
- (h) 電気恒温水槽 7.4 粗脂肪抽出でジエチルエーテルが毎秒 5 ～ 6 滴で滴下するように温度調節²⁾可能なもの。恒温水槽内が清浄であること。

- 1) JIS R 3503に規定するソックスレー抽出器を用いる場合、外径28×長さ100 mm程度の円筒ろ紙が適切である。
- 2) 約55～60 °Cの温度を目安とする。4連や6連のソックスレー抽出器を使用する場合、場所により滴下速度に差異が生じる。その場合、滴下速度が一番遅い場所で毎秒5～6滴で滴下するよう温度を設定する。

6. 試験用試料の調製

熱による水分変化が起こらないように気をつけて粉砕器で 10 秒程度で試料を粉砕し、試験用ふるいを用いてふるい分けする。ふるい網上に残った試料は再び粉砕器で粉砕し、同様にふるい分けする。ふるい目を通過した試料を合わせ、十分に均質化して試験用試料とする。

7. 測定手順

- ※ ・円筒ろ紙、脱脂綿及び抽出用フラスコを取り扱う時は手袋を着用し、素手で触れないようにすること。
- ・試験中は同じ抽出用フラスコに対して恒温乾燥器、デシケーター及び電子天びんを変更せず同じものを用いること。
- ・放冷は秤量場所付近で行い、放冷時間及びデシケーター内の抽出用フラスコの個数は常に一定にし、積み重ねたりしないこと。事務局で放冷を実施した際は、呼び寸法 240mm のデシケーターに抽出用フラスコを最大 6 個、呼び寸法 300mm のデシケーターに最大 12 個入れて 1 時間放冷した。
- ・恒温乾燥器は、センサーが付いている場所付近を使用する。庫内が 2 段組みになっていて、センサーが上部に付いている場合は、上段を使用する。また、壁面に接触させると温度が変動する可能性があるため、壁面には接触させないこと。事務局で乾燥を実施した際は、内寸法 W610mm × D500mm × H492mm の乾燥器のセンサーが付いている場所付近に抽出用フラスコを最大 12 個入れて 1 時間乾燥した。

7.1 試料採取

- (a) 試料 5 g を円筒ろ紙に、0.1 mg の桁まで正確に速やかに秤量する³⁾。
- (b) 円筒ろ紙に試料を覆うように脱脂綿を入れる⁴⁾。円筒ろ紙の上部に試料が付いている場合は、円筒ろ紙を軽く叩いて落とすか、脱脂綿で拭い、その脱脂綿を用いて試料を覆う。

- 3) 試料は飛散しやすいので、薬包紙等に試料を約5 g採取し、薬包紙から円筒ろ紙に静かに移し替え、精秤した方がこぼれにくく、円筒ろ紙の上部に試料が付くことを防止できる。また、試料は水分を吸収しやすいので、はかり取りは速やかに行う。
- 4) 試料の散出を防ぐため、強く詰めすぎないこと。

7.2 乾燥

あらかじめ 105 °C に設定した恒温乾燥器中に 7.1 (b) の円筒ろ紙を試験管立てに立てて入れる。一度下がった庫内温度が乾燥器の表示温度で再び 105 °C に達した時点から 3 時間乾燥し、デシケーター内で室温になるまで放冷する⁵⁾。

- 5) 試験を数日間に分ける場合、この段階で試験を中断してもよい。その場合は乾燥した試料はデシケーター内で保存すること。

7.3 抽出用フラスコの予備乾燥

105 °C に設定した恒温乾燥器中に抽出用フラスコ(以下、フラスコという。)を入れる。一度下がった庫内温度が乾燥器の表示温度で再び 105 °C に達した時点から 1 時間乾燥し、デシケーター内で室温になるまで放冷した後すぐ 0.1 mg の桁まで正確に秤量する⁶⁾。この操作を繰り返し、フラスコの恒量を求める⁷⁾。前後の秤量値の差が 1.0 mg 以下となった時点で秤量を終了し、秤量値が減少した場合には一番最後に求めた秤量値を恒量とし、秤量値が増加した場合には 1 回前の秤量値を恒量とする。

- 6) 複数のフラスコを秤量する場合、秤量を行ったフラスコの順番が分かるようにメモ等を取り、2 回目以降も同じ順番で順番で秤量すると、恒量を取りやすい。
- 7) 試験を数日間に分ける場合、この段階で試験を中断してもよい。その場合は乾燥したフラスコはデシケーター内で保存すること。

7.4 粗脂肪分抽出

- (a) 7.2 の円筒ろ紙をソックスレー抽出器の抽出器に入れる。あらかじめ冷却管に冷媒を流しておき、フラスコにメスシリンダーを用いてジエチルエーテル約 150 mL を入れ、フラスコ、抽出器及び冷却管を連結して⁸⁾、フラスコを電気恒温水槽中に入れる。
- (b) ジエチルエーテルが毎秒 5 ~ 6 滴で冷却管から抽出器に滴下されるよう電気恒温水槽の温度を調整⁹⁾し、4 時間抽出する。なお、蒸発によりジエチルエーテルが減り、サイフォンによる循環が生じなくなった場合は、冷却器を取り外し、抽出器上端からジエチルエーテルを追加する。
- (c) 抽出後、抽出器を取り外し、円筒ろ紙をピンセットで抜き出し、抽出器中のジエチルエーテルを回収容器に捨てる¹⁰⁾。
- (d) フラスコ、抽出器及び冷却管を連結し、加熱を続ける。フラスコ中のジエチルエーテルが抽出器に移ったら、再び抽出器を取り外しジエチルエーテルを回収容器に捨てる操作を繰り返す。フラスコからのジエチルエーテルの蒸発がほぼなくなったら、フラスコ

を取り外し、外側をガーゼ等で拭き取る¹¹⁾。

(e) (d)のフラスコを水浴上に静置する¹²⁾、あるいは二連球ゴム等による清浄空気をふきつける操作等を行い、フラスコ内に残存するジエチルエーテルを除く¹³⁾。

(f) あらかじめ 105 °C に設定した恒温乾燥器中に (e) のフラスコを入れる。一度下がった庫内温度が乾燥器の表示温度で再び 105 °C に達した時点から 1 時間乾燥し、デシケーター内で室温になるまで放冷した後すぐ 0.1 mg の桁まで秤量する。

8) 必要に応じてクランプ等で冷却管、抽出器またはフラスコを固定する。

9) 約 55~60 °C の温度を目安とする。4 連や 6 連のソックスレー抽出器を使用する場合、場所により滴下速度に差異が生じる。その場合、滴下速度が一番遅い場所で毎秒 5~6 滴で滴下していることを確認してから抽出を開始する。

10) この際、サイフォンにより抽出管の下部からジエチルエーテルを捨ててもよい。

11) フラスコに付いた外部由来のゴミ等を取り除くために行う。

12) このとき、電気恒温水槽の設定温度は抽出時の温度以上とする。

13) 試験を数日間に分ける場合、この段階で試験を中断してもよい。その場合はフラスコはデシケーター内で保存すること。

8. 計算

$$\text{粗脂肪分(\%)} = \frac{W - W_0}{S} \times 100$$

W : 抽出後のフラスコの重量 (g)

W₀ : 抽出前のフラスコの重量 (g)

S : 試料の重量 (g)

粗脂肪分は小数第2位を四捨五入し、小数第1位まで求める。

9. JIS 引用規格

JIS K 8103:2013 ジエチルエーテル (試薬)

JIS R 3503:1994 化学分析用ガラス器具

JIS Z 8801-1:2006 試験用ふるい—第1部：金属製網ふるい

煮干魚類の粗脂肪分共同試験結果

(1) 参加試験室数 : 9

(2) マテリアル数 : 5

(3) 濃度 : 3.20 % ~ 8.90 %

(4) 併行標準偏差 (S_r) : 0.044 % ~ 0.133 %

(5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.11 % ~ 0.34 %

(6) 併行相対標準偏差 (RSD_r) : 0.88 % ~ 2.37 %

(7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 3.33 % ~ 5.01 %

履歴

年月日	改訂内容等
2010/11/12	規格の記載に比べて詳細な手順書を用いた共同試験(2010/6-7)の結果を妥当性確認調査検討・評価委員会で評価し、測定方法の妥当性が確認された。
2012/07/17	煮干魚類の日本農林規格の粗脂肪分測定方法改正。 (ジエチルエーテルによる抽出時間を 8 時間から 4 時間に変更。手順を詳細に記載。)
2013/09/10	手順書 2013 新規作成 (2010 共同試験手順書の体裁変更)。