

ドレッシングの油脂含有率測定手順書

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、ドレッシングの日本農林規格に規定するドレッシングに適用する。

2. 測定方法の概要

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、残留物の重量から油脂含有率を計算する。

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、取り扱い際には保護手袋、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) 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。
- (d) 円筒ろ紙、ガラス棒、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。
- (e) 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。
- (f) 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。
- (g) 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。
- (h) 油脂の抽出はドラフト等排気設備のある場所で操作すること。
- (i) 抽出後、恒温乾燥器にかける前に抽出用フラスコ内のジエチルエーテルを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. 試薬等

試薬は次のとおりとする。

- (a) ジエチルエーテル：JIS K 8103に規定するもの又はこれと同等以上のもの。
- (b) 乳化剤：ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノオレエート（以下「ポリソルベート 80」という。）を用いる。

5. 器具及び装置

試験に用いる器具及び装置は、次のとおりとする。

- (a) 電子天びん：0.1 mg の桁まで量ることができ、抽出用フラスコを秤量可能なもの。
- (b) 円筒ろ紙：セルロース製のもの⁽¹⁾。
- (c) ガラス棒：適切な長さのもの⁽²⁾。
- (d) 脱脂綿：薬事法に規定する医療脱脂綿、又はこれと同等のもの。
- (e) 恒温乾燥器：105℃に設定した場合の温度調節精度が±2℃であるもの。庫内が清浄であること。
- (f) 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。シリカゲルは塩化コバルト(Ⅱ)等で着色したもの⁽³⁾。デシケーター本体とふたのすり合わせ部分にはグリース等を塗り、密着させる。デシケーターの中に湿度計や湿度インジケーター等を入れ、デシケーター内部の湿度を管理する。湿度が10%を超えたとき、もしくはシリカゲルの色が変わり始めたとき⁽⁴⁾には、シリカゲルを交換すること。
- (g) 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。
- (h) 電気恒温水槽：抽出時、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⁽⁵⁾可能なもの。恒温水槽内が清浄であること。
- (i) ガーゼ等：抽出後の抽出用フラスコに付いた水浴の水を拭き取るのに用いる。清浄なもの。
- (j) ブレンダー：混合することでドレッシングの均質化が可能なもの。固形物を含むドレッシング類にあっては、固形物の粉碎が可能なもの。
- (k) 試料容器：固形物を含まない半固体状ドレッシングにおいて、試料を混和するために、移し替える容器。薬さじで混和可能な口径を有するもの。

(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) 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4×長さ130 mm程度のガラス棒が適切である。

(6) 塩化コバルト(Ⅱ)で着色したシリカゲルでは、変色した場合には130℃で約3時間加熱すれば再利用が可能である。

(4) 湿度10%を超える付近でシリカゲルや湿度インジケーターの色が変わり始めるので、これを目安とする。

(5) 約55～60℃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. 試料の調製

試料の調製は、次のとおり行う。

6.1 固形物を含まないもの

- (a) 半固体状ドレッシング：試料容器にできるだけ全量を移し、薬さじでよく混合したものを調製試料とする。
- (b) 乳化液状ドレッシング：製品容器内でよく振り混ぜた後、ブレンダーの容器にできるだけ全量を移し、ブレンダーにかけたものを調製試料とする。
- (c) 分離液状ドレッシング：試料の全量に対して約 0.2%（質量分率）～ 0.3 %（質量分率）となるようにポリソルベート 80 を正確に加え、製品容器内でよく振り混ぜて乳化させた試料をブレンダーの容器にできるだけ全量を移し、ブレンダーにかけたものを調製試料とする。

6.2 固形物を含むもの

- (a) 半固体状ドレッシング：ブレンダーの容器にできるだけ全量を移し、ブレンダーにかけ、固形物を可能な限り破砕したものを調製試料とする⁽⁶⁾。
- (b) 乳化液状ドレッシング：製品容器内でよく混ぜた後、ブレンダーの容器にできるだけ全量を移し、ブレンダーにかけ、固形物を可能な限り破砕したものを調製試料とする⁽⁶⁾。
- (c) 分離液状ドレッシング：6.1(c)の調製を行い、固形物を可能な限り破砕したものを調製試料とする⁽⁶⁾。

(6) 固形物が沈殿をしているドレッシングについては、ブレンダー容器をよく振り混ぜてからブレンダーにかける操作を、固形物が粉砕されるまで繰り返す。

7. 測定手順

7.1 試料採取及び混合

- (a) 円筒ろ紙に脱脂綿片（約 25 × 25 mm、厚さ約 10 mm）を 3 片入れ、敷き詰める。
- (b) 試料 3 g を (a) の円筒ろ紙に 0.1 mg の桁まで正確に秤量する⁽⁷⁾、⁽⁸⁾。秤量の際は試料をなるべく脱脂綿上に落とす。
- (c) ガラス棒で試料と脱脂綿をよく攪拌する。ガラス棒は円筒ろ紙に入れたままにする。

(7) 容器中の試料の攪拌は、粘度の高い試料については薬さじで、粘度の低い試料は瓶を振り混ぜることで行うとよい。

(8) 秤量の際は、粘度の高い試料については2本の薬さじを用い、粘度の低い試料については駒込ピペット又はマイクロピペットを用いるとよい。

7.2 試料の予備乾燥

- (a) あらかじめ 105 °C に設定した恒温乾燥器中に 6.1 の円筒ろ紙を試験管立てに立てて入れる。
- (b) 乾燥器の表示温度で庫内温度が再び 105 °C に達した時点から、2 時間乾燥する。
- (c) (b) の円筒ろ紙をデシケーター内で室温になるまで放冷する。試料を覆うように円筒ろ

紙に脱脂綿片を2片入れる⁽⁹⁾。

(9) 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。試料採取～混合～乾燥～放冷の一連の手順は途中で中断せず連続で行うこと。

7.3 抽出用フラスコの秤量

- (a) 105℃に設定した恒温乾燥器に抽出用フラスコを入れる。
- (b) 乾燥器の表示温度で庫内温度が再び105℃に達した時点から、1時間乾燥する。
- (c) (b)の抽出用フラスコを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⁽¹⁰⁾。
- (d) (a)～(c)の操作を繰り返し、抽出用フラスコの恒量を求める⁽¹¹⁾。このとき、前後の測定値の差が±1.0 mg以内のときの最後の測定値を恒量とする。

(10) 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抽出用フラスコはデシケーター内で保存すること。乾燥～放冷～秤量の一連の手順は途中で中断せず連続で行うこと。

(11) 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抽出用フラスコはデシケーター内で保存すること。

7.4 油脂の抽出

- (a) あらかじめ電気恒温水槽の温度を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温度に調整する⁽¹²⁾。
- (b) 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、抽出用フラスコにジエチルエーテル約150 mLを入れ、抽出用フラスコ、抽出器及び冷却管を連結して⁽¹³⁾、フラスコを電気恒温水槽中にいれる。
- (c) 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ていることを確認し、4時間抽出する⁽¹⁴⁾。
- (d) 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⁽¹⁵⁾。
- (e) 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。抽出用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⁽¹⁶⁾。
- (f) (e)のフラスコを水浴上に静置する⁽¹⁷⁾、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完全に除く⁽¹⁸⁾。

(12) 約55～60℃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。

- (13) 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。
- (14) 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。この場合はジエチルエーテル追加前の滴下時間と追加後の滴下時間の合計が4時間となるように抽出を行う。
- (15) 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。
- (16) 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。
- (17) 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。
- (18) 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。

7.5 抽出用フラスコの乾燥及び秤量

- (a) あらかじめ 105 °C に設定した恒温乾燥器中に 7.4 のフラスコを入れる。乾燥器の表示温度で庫内温度が再び 105 °C に達した時点から 1 時間乾燥する。
- (b) 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。

8. 計算⁽¹⁹⁾

以下のとおり計算する。分離液状ドレッシングについては試料の調製の際に添加した乳化剤の分を補正する。

- (a) 半固体状ドレッシング及び乳化液状ドレッシングの場合

$$\text{油脂含有率} [\% (\text{質量分率})] = \frac{W_1 - W_0}{S} \times 100$$

W₁ : 抽出後の抽出用フラスコの重量 (g)

W₀ : 抽出前の抽出用フラスコの重量 (g)

S : 試料の重量 (g)

- (b) 分離液状ドレッシングの場合

$$\text{油脂含有率} [\% (\text{質量分率})] = \frac{M \times W_2 - 100 \times W_3}{W_4}$$

M : (a) において S を調製試料の重量 (g) として算出した油脂含有率 (%)

W₂ : 調製試料の総量 (g)

W₃ : 調製試料中のポリソルベート 80 の添加量 (g)

W₄ : 調製試料中のドレッシング量 (g)

- (19) 計算はパソコンや電卓を用いて行う。計算途中では数値を丸めないこと。

ドレッシングの油脂含有率共同試験結果

(2006年の共同試験データを基に、2012年に測定方法を一部変更して再計算)

- (1) 参加試験室数 : 10
- (2) マテリアル数 : 6
- (3) 油脂含有率 : 8.11 ~ 73.32 % (質量分率)
- (4) 併行標準偏差 (S_r) : 0.02 ~ 0.33 % (質量分率)
- (5) 空間再現標準偏差 (S_R) : 0.04 ~ 0.38 % (質量分率)
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_r) : 0.16 ~ 0.62 %
- (7) 空間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 0.28 ~ 0.71 %

履歴

年月日	改訂内容等
2007/02/26	規格の記載に比べて詳細な手順書を用いた共同試験(2006/12)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。
2008/10/16	ドレッシングの日本農林規格の油脂含有率測定方法改正。 (水分測定後の試料を用いるのを止め、手順を詳細に記載。)
2010/08/30	手順書(2010年版)新規作成(2006年共同試験手順書の体裁変更)。
2012/10/11	2006年の共同試験データを基に再計算した結果を、妥当性確認調査検討・評価委員会で評価し、一部変更した測定方法について妥当性が確認された。
2014/02/12	ドレッシングの日本農林規格の油脂含有率測定方法一部改正。 (試料抽出後のフラスコの重量測定を恒量までの測定から、1時間乾燥後測定に変更)
2014/02/26	手順書 2014 作成(手順書(2010年版)の一部変更)。
2019/01/16	計算式の修正

