

マーガリン類（砂糖類又は風味原料を含まないもの）の 油脂含有率測定方法（溶融脱水法）手順書

1. 適用範囲

この手順書は、日本農林規格に定められたマーガリン類（砂糖類又は風味原料を含まないもの）に適用する。

2. 測定方法の概要

試料 1.0 g～1.5 g をビーカーに採取した後、試料を加温し液状にしてから硫酸ナトリウムを加えて脱水し、その後ジエチルエーテルに溶解し、ろ紙を用いて硫酸ナトリウムをろ別する。ろ液からジエチルエーテルを除去した後、105℃で乾燥して得たものの試料質量に対する百分比を油脂含有率とする。

3. 注意事項

- (01) 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、ジエチルエーテルを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とし、操作は防爆型のドラフト内で行うこと。また、ジエチルエーテルを扱う際には防爆型の電気機器、換気装置、照明機器等を使用することとし、静電気放電や火花等による引火・爆発事故を防止すること。
- (02) 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。また消防法における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。
- (03) ジエチルエーテルが残存した状態で油脂測定用容器を恒温乾燥器に入れると、ジエチルエーテルが酸化されて爆発性の過酸化物を生成するおそれがあり危険なため、抽出後、恒温乾燥器に入れる前には油脂測定用容器内のジエチルエーテルを十分に除去すること。
- (04) 恒温乾燥器内で操作する際は、金属部分への接触による火傷に注意すること。また、油脂測定用容器を恒温乾燥器に出し入れする際には、火傷しないように清浄な耐熱手袋又は軍手（以下「軍手等」という。）を装着すること。
- (05) 恒温乾燥器は、温度センサーが付いている場所付近を使用すること。庫内が2段組みになっていて、温度センサーが上部に付いている場合は、上段を使用すること。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。
- (06) 手指等からの油脂の付着を防止するため、油脂測定用容器を取り扱う際は、直接手で触れないように操作すること。
- (07) 試験室の室温分布が場所によって異なる場合があるので、放冷は天びんの付近で

行い、放冷時間及びデシケーター内の油脂測定用容器の個数はできるだけ一定にすること。

デシケーターの蓋を持つ際、軍手等を装着したままだと蓋が手から滑って落下するおそれがあるので取り扱う際は十分に注意し、必要に応じて素手で持つこと。

4. 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。

- (01) 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。
- (02) 油脂測定用容器：JIS R 3503に規定するフラスコ又はビーカーのうち、呼び容量が150 mL～300 mLのもの^{*01}。三角フラスコ、なす形フラスコ等、種類は問わない。容器は可能な限り小さいものを使用することが望ましいが、6.5で多量に溶媒を使用する場合は300 mLの容器を使用するなどし、溶媒が容器からあふれないようにすること。
- (03) バット等：必要な数の油脂測定用容器を置くことができ、恒温乾燥器に入れることができる大きさ及び形状で、耐熱温度が105℃以上であり、有機溶媒に耐性があるもの^{*02}。以下、「バット」という。
- (04) 電子天びん：最小表示桁数が0.1 mgのもの又はこれと同等以上のもの。ひょう量（正しく測定できる最大許容質量）が200 gより大きいもの。
- (05) デシケーター：JIS R 3503に規定する、デシケーター又は上口に栓若しくはコックを付けた上ロデシケーターで、乾燥剤としてシリカゲルを入れたもの^{*03}。デシケーター本体と蓋のすり合わせ部分にはグリース又はワセリンを塗り、気密とさせる。デシケーターの中に湿度計又は湿度インジケーターを入れ、デシケーター内部の湿度を管理する。湿度が10%を超えたときにはシリカゲルを交換すること。
- (06) 湿度計又は湿度インジケーター：湿度が10%を超えているかどうかを判断できるもの^{*04}。
- (07) ビーカー又はコニカルビーカー：JIS R 3503に規定する呼び容量50 mL又は100 mLのもの。以下「ビーカー」という。
- (08) 葉さじ：長さ15 cm～20 cm程度であり、ステンレス製のもの。
- (09) ピンセット：長さ10 cm～20 cm程度のもの。
- (10) ガラス棒：長さが7 cm～15 cm程度、径が4 mm～8 mm程度のもの^{*05}。
- (11) 漏斗：ガラス製で、油脂測定用容器と組み合わせが可能な大きさのもの^{*06}。
- (12) ろ紙：JIS P 3801に規定する定性分析用2種又は定量分析用5種B若しくは5種Cのもので、折って漏斗に入れたとき、ろ紙の上部が漏斗の上端から約1 cm下になる大きさのもの^{*07}。
- (13) 洗瓶：容量100 mL～1000 mLであり、本体を握ると先端のノズルから液体が出るような形状になっているもの。フッ素樹脂製が望ましいが、ポリエチレン又はポ

リプロピレン製でも構わない。洗瓶は有機溶媒の長期保存には向いていないので、使用する直前に洗瓶の中に溶媒を入れることとし、使用後は洗瓶の中の溶媒を廃棄し、洗瓶を乾燥させておくこと。

- *01 事務局では 300 mL 容三角フラスコを用いた。
- *02 油脂測定用容器が複数ある場合、まとめて運搬する際に用いる。事務局では 300 mL 容三角フラスコを 6 個置ける大きさのアルミ製の角型バットを用いた。
- *03 事務局では呼び寸法 300 mm のデシケーターを用いた。この場合、300 mL 容三角フラスコを 6 個まで入れることができる。
- *04 今回の共同試験では、紙製の湿度インジケータを事務局から配付する。このインジケータは、湿度 10 %付近でインジケータの 10 %と表示された部分が青からピンク色に変色するので、これを目安とする。
- *05 事務局では長さ 13 cm、径 4 mm のガラス棒を用いた。
- *06 事務局では直径 9 cm の漏斗を用いた。
- *07 事務局では直径 125 mm の定性分析用 2 種のろ紙を用いた。

5. 試薬

試験に用いる試薬は次のとおりとする。

- (01) シリカゲル：湿度によって色が変わるように着色されているもの^{*08}。
- (02) 沸騰石：突沸を抑制する働きがあるもの。素焼きの石、気泡を含んだガラス等、材質は問わない。使い捨てとし、再使用はしないこと。
- (03) ジエチルエーテル：JIS K 8103 に規定する特級のもの又はこれと同等以上のもの。
- (04) 硫酸ナトリウム：JIS K 8987 に規定する特級のもの又はこれと同等以上のもの。

*08 事務局では塩化コバルト(Ⅱ)で着色したものを用了。このシリカゲルは、湿度 10 %以下では濃い青である。また、変色した場合には 130 °Cで約 3 時間加熱すれば再使用が可能である。

6. 測定手順

6.1 分析が複数日にまたがる場合

この分析方法を最初から最後まで行う際、複数日にまたがる場合があると考えられる。複数日にまたがる場合には以下の点に注意すること。

- (01) 6.2(01)～(11)は同日に行う。恒量を得られなかった場合、次の乾燥～質量測定のサイクルを別の日に行うことは構わない。また、6.2 と 6.3 以降の操作を別の日に行うことも構わない。この場合は油脂測定用容器をデシケーターの中に入れて保存すること。
- (02) 6.3～6.4 の操作は、同日に行う。6.4 までと 6.5 以降の操作を別の日に行うことは構わない。この場合は試料が入った油脂測定用容器をデシケーターの中に入れて

保存することとし、次の操作は翌日に行うなど、保存期間をあまり長くしないこと。
(03) 6.5 は同日に行う。

6.2 油脂測定用容器の恒量

- (01) 恒温乾燥器の扉を開け、本分析とは無関係なものが恒温乾燥器の中に入っていないことを確認し、扉を閉める。
- (02) 恒温乾燥器の電源を入れ、温度を 105 °C に設定する。
- (03) 必要な数の油脂測定用容器を用意し、バットに置く^{*09}。
- (04) 鉛筆又はシャープペンシルを用い、油脂測定用容器のメモ用スペース（白い部分）に番号等を記入する。油脂測定用容器にメモ用スペースがない場合は空きスペースに油性ペンを用いて記入しても構わないが、有機溶媒によって文字が消えるおそれがあるので十分に注意すること。
- (05) 葉さじ又はピンセットを用い、油脂測定用容器に沸騰石を 3 個～5 個程度入れる。なお、これは 6.4(45) のエーテルを留去する操作において、減圧濃縮器を用いる場合には不要である。
- (06) デシケーターの蓋が本体からずれて落下しないように押さえながら、デシケーターを恒温乾燥器の付近に運搬する。運搬の際は必要に応じて台車等を用いる。コックを付けた上口デシケーターの場合は、コックを閉めておく。
- (07) 恒温乾燥器の温度が 105 °C になっていることを確認する。
- (08) 恒温乾燥器の扉を開け、油脂測定用容器を置いたバットを乾燥器の中に入れ、扉を閉める。恒温乾燥器に油脂測定用容器を入れると温度が若干下がるので、再び温度が上がるのを待ち、恒温乾燥器の表示温度が 105 °C になった時点から油脂測定用容器を 1 時間乾燥する。
- (09) 油脂測定用容器を 1 時間乾燥した後、恒温乾燥器の扉を開け、油脂測定用容器を置いたバットを恒温乾燥器から取り出し、恒温乾燥器の扉を閉める。デシケーターの蓋を開け、油脂測定用容器を速やかにデシケーターに入れ、蓋を閉める。デシケーターの蓋を閉めた後、デシケーター内の空気の膨張により蓋が動く場合があるので、蓋をずらして少し開け、膨張した空気を逃がし、再度蓋を閉める操作を 2 回～3 回繰り返す^{*10・*11}。コックが付いているデシケーターの場合は、この作業の代わりに 5 秒～10 秒ほどコックを開け、膨張した空気を逃がしてからコックを閉める操作を 1 回行う。
- (10) デシケーターの蓋が本体からずれて落下しないように押さえながら、デシケーター及びバットを電子天びんの付近に運搬し、油脂測定用容器を 1 時間放冷する。
- (11) 油脂測定用容器を 1 時間放冷した後、デシケーターの蓋を開け^{*11・*12}、油脂測定用容器を 1 個取り出し、デシケーターの蓋を閉める。電子天びんを用いて容器の質量を 0.1 mg の桁まで測定し、記録する。測定が終わった油脂測定用容器はバットの上に置く。同様にしてすべての油脂測定用容器の質量を測定し、記録する。

- (12) (06)～(11)を繰り返し、連続する2回の測定値の差が ± 1.0 mg 以下になったとき、恒量とし、直近の測定値を油脂測定用容器の質量（抽出前）とする。（ W_1 ）
- (13) 恒量をまだ得ていないが乾燥～質量測定のサイクルを別の日に行う場合は、デシケーターの蓋を開け、油脂測定用容器をデシケーターに入れ、蓋を閉める。作業を再開する際は、再度(01)から行う。ただし、(04)～(05)は除く。
- (14) 恒温乾燥器の電源を切る。

- *09 後述の 6.5(44)で新たな油脂測定用容器が必要になる場合があるので、分析する試料よりも多い数の油脂測定用容器を予備として準備しておくことが望ましい。
- *10 この作業を必要以上に多く行くと、デシケーター内の湿度が上がりすぎてしまうので、少ない回数にとどめる。
- *11 蓋をずらす際は、すり合わせに塗布しているグリース等が油脂測定用容器に付着しないように行う。
- *12 蓋が開かない場合は、木づち等を用いてデシケーターの蓋が破損しないように慎重に蓋の側面を叩き、少しずつ蓋をずらして開ける。コック付き上口デシケーターの場合はコックを開けると容易に蓋を開けることができる。

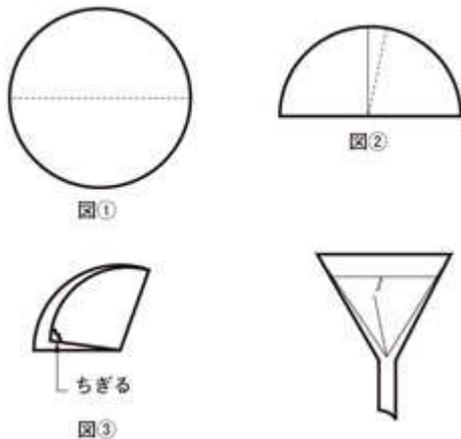
6.3 試料採取

- (01) 試験実施日に試料が入った袋を冷蔵庫から取り出し、清浄な紙の上等に室温で30分程度置く。その後、試料温度が室温に戻っているのを確認し、袋の外側に水滴等が付着していた場合は清浄な紙等で拭き取る。
- (02) 試料が入った袋の上部はヒートシーラーで溶着されているので、はさみ等を用いて溶着部分とチャック部分の間を切断する。
- (03) ビーカーを電子天びんの上に置き、風袋引きをする。
- (04) 試料が入った袋を開封し、薬さじを用いて試料を混合する。
- (05) (04)と同じ薬さじを用い、試料を袋から採取する。必要な試料採取量は 1.0 g～1.5 g であり、1回又は複数回で採取する。
- (06) 試料を採取した薬さじをビーカーの口の上に動かし、試料がビーカーの壁面に触れないように注意しながら薬さじをビーカーの中に入れ、もう1本の薬さじを用いて試料をビーカーの底面の中央付近に落とす。
- (07) 薬さじに付着した試料がビーカーの壁面に触れないように注意しながら薬さじをビーカーから抜く。
- (08) ビーカーの壁面に試料が付着した場合は、付着した部分がビーカーの口の付近なら試料が残らないように紙製のウェス等で拭き取る。それ以外なら後述の操作でジエチルエーテルを用いて洗い込むのでそのままにしておく。
- (09) 電子天びんを用い、採取した試料の質量を 0.1 mg の桁まで測定する。
- (10) 測定の結果、試料採取量が 1.0 g～1.5 g になった場合は、測定値を記録し（ W_0 ）

試料採取を終了する。1.0 g 未満の場合は(05)～(09)を再度行う。1.5 g を超えた場合は、薬さじを用いて少量の試料をビーカーから取り除いた後、(07)～(09)を再度行う。

6.4 油脂の抽出

- (01) 6.3(10)の試料が入ったビーカーを 60 °C～80 °Cに加熱し、試料を液状にする*13。
- (02) (01)のビーカーを加熱した状態で、ビーカーの中に硫酸ナトリウムを約 10 g 入れる。
- (03) ビーカーに硫酸ナトリウムを入れたら、直ちに試料と硫酸ナトリウムをガラス棒を用いて混合し、加熱した状態で 10 分間放置する。混合の操作は手に持って行っても構わないが、あまり長時間持ったまま混合していると試料の温度が下がるので速やかに行うこととし、混合が終わったら再度加熱する。試料によっては硫酸ナトリウムが固まる場合があるが、このときは飛散しないように注意しつつ慎重に固まりを崩しながら混合する。
- (04) (03)のビーカーを実験台等の上に置くなどして室温まで放冷し、ジエチルエーテルを 30 mL～50 mL 入れる。壁面に試料が付着している場合は、その付近をジエチルエーテルが流れるように入れる。また、ジエチルエーテルが飛散しないように静かに入れる。次いでジエチルエーテルが飛散しないように慎重にガラス棒でかくはんする。この際は壁面に付着している硫酸ナトリウムと固まりになっている硫酸ナトリウムをつぶすようにし、20 秒～30 秒間程度かくはんする。その後、10 分間放置する。
- (05) 漏斗台等、漏斗を安定して置ける器具の上に漏斗を置く。
- (06) ろ紙を 1 枚取る。
- (07) ろ紙の粗い面を内側にし*14、図①のように中心線に沿って二つ折りにする。
- (08) ろ紙を図②のように直角よりやや傾けて四つ折りにする。
- (09) ろ紙の端を図③のように少しちぎる*15。
- (10) ろ紙の大きい扇型の方を円錐形に開き、円錐形をできるだけ保つように紙を軽く折り、形を整える。
- (11) ろ紙を漏斗の上に置く。



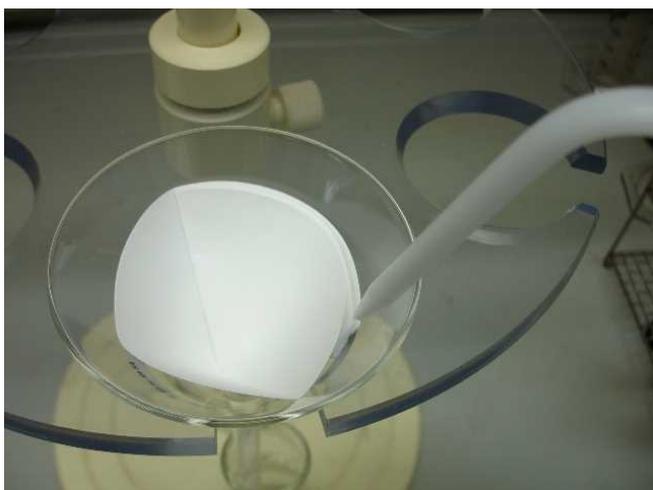
- (12) ろ紙の円錐形に開いた部分の中に硫酸ナトリウムを約 5 g 入れる。この際、漏斗のガラス部分に硫酸ナトリウムの粒が付着すると油脂測定用容器の中に粒が落ちるおそれがあるので注意すること。
- (13) 漏斗の下に油脂測定用容器を設置する。この際は、漏斗の先端の斜めになっている部分が油脂測定用容器の内側壁面に接触するような高さに調節することとし、溶液を油脂測定用容器に入れたときに溶液が壁面を伝って下に落ちていくようにする。漏斗の高さが高すぎると溶液を油脂測定用容器に入れたときに溶液が漏斗の先端から飛散するおそれがあり、漏斗の高さが低すぎると漏斗の先端が空中に浮いたりジエチルエーテルを用いて洗い込む際に漏斗の先端が液に浸かるおそれがあるので、適切な高さに調節すること。
- (14) 洗瓶にジエチルエーテルを入れる。
- (15) 洗瓶のジエチルエーテルを用いてろ紙を湿らせる。
- (16) (04) のビーカーを漏斗の付近に移動させる。
- (17) 洗瓶のジエチルエーテルを用い、ビーカーの内壁をまんべんなく流す。その後、ガラス棒を用いてビーカー中のジエチルエーテル溶液をかくはんする。
- (18) ガラス棒を持ち、ガラス棒に付着している硫酸ナトリウム及び先端から滴下するジエチルエーテル溶液をビーカーの壁面に伝わらせてできるだけ落とす。
- (19) ガラス棒の先端からジエチルエーテル溶液が滴下しなくなったら、ビーカーとガラス棒を持ち、ガラス棒を素早くろ紙の上に移動させる。ガラス棒をやや傾け、先端をろ紙の中央付近に保つ。
- (20) ビーカーをろ紙の上に移動し、ビーカーの注ぎ口をガラス棒の中央より下の部分に接触させる。ビーカーを徐々に傾け、ビーカー中の溶液をガラス棒を伝わらせながらろ紙の中に入れる。このとき、ビーカーを急激に傾けすぎるとビーカー中の硫酸ナトリウムも一度にろ紙の中に落ちて溶液がはねて飛散するおそれがあり、傾ける速度が遅いとビーカーの注ぎ口から溶液がビーカーの外壁を伝って漏斗の外に出てしまうおそれがあるので、適度な速さで行うこと。ビーカー中の溶

液の減少に従ってビーカーの傾きを徐々に大きくしていき、溶液がおおむねろ紙の中に入ったらビーカーの位置と角度をそのまま保つ。この際、硫酸ナトリウムはなるべくビーカーの中に残すようにする。

- (21) ビーカーの位置と角度を保ったまま、ガラス棒の先端をビーカーの底面まで入れ、片手でビーカーとガラス棒を持つ。
- (22) (21)の状態のまま、ビーカーの注ぎ口に付着した油脂を少量のジエチルエーテルを用いてろ紙の中に洗い込む。その後、ビーカーを素早く上に向ける。このとき、ガラス棒はビーカーの中に入った状態となっている。
- (23) (17)～(22)を2回行う。
- (24) 洗瓶のジエチルエーテルを用い、ビーカーの内壁をまんべんなく流す。その後、ガラス棒を用いてビーカー中のジエチルエーテル溶液をかくはんする。
- (25) ガラス棒を持ち、ガラス棒に付着している硫酸ナトリウム及び先端から滴下するジエチルエーテル溶液をビーカーの壁面に伝わらせてできるだけ落とす。
- (26) ガラス棒の先端からジエチルエーテル溶液が滴下しなくなったら、ビーカーとガラス棒を持ち、ガラス棒を素早くろ紙の上に移動させる。ガラス棒をやや傾け、先端をろ紙の中央付近に保つ。
- (27) ビーカーをろ紙の上に移動し、ビーカーの注ぎ口をガラス棒の中央より下の部分に接触させる。ビーカーを徐々に傾け、ビーカー中の溶液をガラス棒を伝わらせながらろ紙の中に入れる。このとき、ビーカーを急激に傾けすぎるとビーカー中の硫酸ナトリウムも一度にろ紙の中に落ちて溶液がはねて飛散するおそれがあり、傾ける速度が遅いとビーカーの注ぎ口から溶液がビーカーの外壁を伝って漏斗の外に出てしまうおそれがあるので、適度な速さで行うこと。ビーカー中の溶液の減少に従ってビーカーの傾きを徐々に大きくしていき、溶液がおおむねろ紙の中に入ったらビーカーの位置と角度をそのまま保つ。
- (28) ビーカーの位置と角度を保ったまま、ガラス棒を用いてビーカーの中に入っている硫酸ナトリウムを可能な範囲でろ紙の中に入れる。
- (29) ビーカーの位置と角度を保ったまま、ガラス棒の先端をビーカーの底面まで入れ、片手でビーカーとガラス棒を持つ。
- (30) (29)の状態のまま、ビーカーの注ぎ口に付着した油脂を少量のジエチルエーテルを用いてろ紙の中に洗い込む。その後、ビーカーを素早く上に向ける。このとき、ガラス棒はビーカーの中に入った状態となっている。
- (31) (24)～(30)を再度行う。
- (32) ビーカーの中に多くの硫酸ナトリウムが残っている場合は、(24)～(30)を繰り返して行う。同様にして大部分の硫酸ナトリウムをろ紙の中に入れる。大部分の硫酸ナトリウムがろ紙の中に入ったら、ビーカーは不要なので片付ける。
- (33) 洗瓶のジエチルエーテルを用い、ガラス棒に付着した油脂を油脂測定用容器に洗い込む作業を2回程度行う。ガラス棒に硫酸ナトリウムやジエチルエーテル不溶

成分等が付着している場合もあるが、ガラス棒にジエチルエーテルを流してもなおそれらが付着している場合はそのまま構わない。洗い込みが終わったガラス棒は不要なので片付ける。

- (34) 洗瓶のジエチルエーテルを用い、ビーカーの内壁をまんべんなく流す。
- (35) ビーカー中のジエチルエーテル溶液及び硫酸ナトリウムをろ紙の中に入れる。
- (36) ビーカーの注ぎ口に付着した油脂を少量のジエチルエーテルを用いてろ紙の中に洗い込む。その後、ビーカーを素早く上に向ける。
- (37) (34)～(36)を再度行う。この作業後でなおもビーカーに硫酸ナトリウムが付着している場合はそのままにしておく。作業後、ビーカーは不要なので片付ける。
- (38) ろ紙に入っている硫酸ナトリウムの上から洗瓶を用いてジエチルエーテルを流す操作を2回ほど行い、硫酸ナトリウムに付着している油脂を油脂測定用容器の中に洗い込む。
- (39) ジエチルエーテル 100 mL～200 mL 程度を用い、漏斗上のろ紙に付着した油脂を油脂測定用容器の中に洗い込む。下図の写真参照。



- 使用するジエチルエーテルの量と油脂測定用容器の大きさに注意し、ジエチルエーテルが油脂測定用容器からあふれないようにすること。
- 油脂は、ろ紙の外周部分やろ紙が重なっている部分の後ろ側に残りやすい。また、ろ紙が乾くと油脂がろ紙に残りやすい。このため、洗い込みの際には、ろ紙が乾かないようにジエチルエーテルを上記の部分に流し続けること。
- 複数枚のろ紙が重なっていると、その部分の表側にジエチルエーテルを流しても、重なっている部分の裏側に付着した油脂は流れない場合が多いので、重なっている部分を流す際は、洗瓶からの液を近距離（接触させてはいけない）から直に当てるようにすること。
- 試料の種類によっては試料由来の色素がろ紙に付着している場合もあり、ジエチルエーテルを流しても色素が付着したままの場合はそのまま構わない。
- 一旦洗い込みを中断し、ろ紙に流しているジエチルエーテルが乾燥すると、ろ紙の外周等に油脂

が残っている場合は若干の光沢となって見える。この場合はその部分を再度ジエチルエーテルで十分に流すこと。

- ろ紙に油脂の色が認められなくなっても、油脂がろ紙に残っている場合があるので注意すること。
- (40) ろ紙に付着した油脂を十分に洗い流したら、ろ紙を漏斗から取り出し、廃棄する*16。
- (41) 洗瓶のジエチルエーテルを用い、漏斗の内壁に付着した油脂を油脂測定用容器の中に洗い込む。その際は漏斗の壁面の上部付近まで油脂が付着している場合があるので注意して洗い込む。
- (42) 漏斗を持ち上げ、漏斗の先端に付着している油脂を洗瓶のジエチルエーテルを用いて油脂測定用容器の中に洗い込む。作業後、漏斗は不要なので片付ける。
- (43) 油脂測定用容器の内側壁面の上部に付着している油脂を洗瓶のジエチルエーテルを用いて容器の下部に洗い込む。
- (44) 油脂測定用容器の中の、油脂が溶解している溶液（以下この項においては「油脂溶液」という。）を目視し、油脂測定用容器の中に硫酸ナトリウムの粒の混入が認められた場合は、次の手順に従う。
- ① 新たな油脂測定用容器（恒量となっているもの。以下この項においては「新容器」という。また、この時点で油脂溶液が入っている油脂測定用容器は、以下この項においては「旧容器」という。）及び漏斗を用意する。
 - ② 漏斗の円錐形の部分と足の部分の境界付近に少量の脱脂綿を詰める。この際、脱脂綿の詰め方が強すぎると油脂溶液を漏斗に入れる際に油脂溶液の通りが悪くなり、弱すぎると脱脂綿が抜けてしまうので、適度な固さで詰めること。
 - ③ 漏斗の下に新容器を設置する。この際は、漏斗の先端の斜めになっている部分が新容器の内側壁面に接触するような高さに調節することとし、油脂溶液を新容器に入れたときに油脂溶液が壁面を伝って下に落ちていくようにする。漏斗の高さが高すぎると油脂溶液を新容器に入れたときに油脂溶液が漏斗の先端から飛散するおそれがあり、漏斗の高さが低すぎると漏斗の先端が空中に浮いたりジエチルエーテルを用いて洗い込む際に漏斗の先端が液に浸かるおそれがあるので、適切な高さに調節すること。
 - ④ 旧容器を新容器の付近に移動し、漏斗の上で徐々に傾け、旧容器に入っている油脂溶液を漏斗の中に入れる。このとき、旧容器を急激に傾けすぎると漏斗から油脂溶液があふれるおそれがあり、傾ける速度が遅いと旧容器の注ぎ口から油脂溶液が旧容器の外壁を伝って漏斗の外に出てしまうおそれがあるので、適度な速さで行うこと。旧容器の注ぎ口の角度を調節し、旧容器の注ぎ口から油脂溶液が出る速度と、漏斗を油脂溶液が通過する速度がほぼ等しくなる状態を保ち、旧容器に入っている油脂溶液がすべて漏斗の中に入るまで待つ。その後、洗瓶のジエチルエーテルを用いて旧容器の注ぎ口に付着している油脂を新容器の中に洗い込み、旧容器を素早く上に向ける。

- ⑤ 洗瓶のジエチルエーテルを用い、旧容器の内壁をまんべんなく流す。
 - ⑥ 旧容器の中のジエチルエーテルを漏斗の中に入れる。
 - ⑦ 旧容器の注ぎ口に付着した油脂を少量のジエチルエーテルを用いて漏斗の中に洗い込む。その後、旧容器を素早く上に向ける。
 - ⑧ ⑤～⑦の作業をさらに3回行う。作業後、旧容器は不要なので片付ける。
 - ⑨ 洗瓶のジエチルエーテルを用い、漏斗の内壁に付着した油脂を新容器の中に洗い込む。その際は漏斗の壁面の上部付近まで油脂が付着している場合があるので注意して洗い込む。
 - ⑩ 漏斗を持ち上げ、漏斗の足に付着している油脂を洗瓶のジエチルエーテルを用いて新容器の中に洗い込む。作業後、漏斗は不要なので片付ける。
 - ⑪ 新容器の内壁の注ぎ口付近に付着している油脂を洗瓶のジエチルエーテルを用いて新容器の下部に洗い込む。
- (45) (43) (又は(44)⑪) の油脂測定用容器のジエチルエーテルを留去する。ジエチルエーテルの留去については、加温した水浴上に置く、蒸留、減圧留去等、その手法は問わないが、安全には十分に配慮すること^{*17}。
- (46) (45) の油脂測定用容器内に窒素ガス又は空気^{*18} を穏やかに吹き付け、残存するジエチルエーテルを十分に除去する。^{*19} この際、ガスを強く吹き付けると油脂が飛び散ることがあるので注意すること。

*13 穏やかに加温することとし、直火での加熱等はしないこと。事務局では約 80 °C に設定した電気恒温水槽のステンレス鋼板の上に乗せて加温した。

*14 今回の分析ではろ液を必要とするので、粗い面を内側にする。

*15 少しちぎった方が漏斗とろ紙の密着性が向上する。

*16 ろ紙に付着している油脂を十分に洗い流せたかの目安は次の通りである。ろ紙に入っている硫酸ナトリウムを廃棄し、ろ紙に付着しているジエチルエーテルを乾かす。この際、ろ紙の裏から指で軽くはじくようにすると付着している硫酸ナトリウムが落ちる。ろ紙が乾いた後、ろ紙を光にかざしたときに、油脂がまだろ紙に残っている場合は光沢が見える。(ジエチルエーテルが蒸発する際の気化熱によって空気中の水蒸気がろ紙に付着したのも、油脂と同様に光沢となって見えるが、水蒸気による光沢と油脂による光沢は見え方が異なる。混同しないように注意すること。) ろ紙に油脂が残っているからといってそのロスが分析値にどの程度影響するかは不明であるため、ろ紙に明らかに多量に油脂が残っている場合を除き、この時点で分析中止とはしないが、ろ紙に油脂が残っていた場合はその旨を報告書等に記載すること。(39) のろ紙に付着した油脂を洗い込む操作が本分析で最も分析値に影響する部分であるため、練習用試料を用いて十分に習熟してから本試験試料を分析すること。

*17 事務局では防爆型ドラフトの中に電気恒温水槽を設置し、温度を 80 °C に設定した水槽の上に三角フラスコを置いてジエチルエーテルを留去した。

*18 吹き付けるガスの種類については、安定性及び安全性の面から窒素又は空気とする。これ以外

のガスを使用する場合は事前に事務局に連絡すること。（水素・酸素・二酸化炭素・ヘリウム・アルゴン・アセチレンは不可である。）

- *19 ジエチルエーテルが残存した状態で油脂測定用容器を乾燥器に入れると、ジエチルエーテルが酸化されて爆発性の過酸化物を生成するおそれがあり、危険なため。

6.5 乾燥

- (01) 恒温乾燥器の扉を開け、本分析とは無関係なものが乾燥器の中に入っていないことを確認し、扉を閉める。
- (02) 恒温乾燥器の電源を入れ、温度を 105 °C に設定する。
- (03) 6.4(46)を終えた油脂測定用容器を準備し、バットに置く。
- (04) デシケーターの蓋が本体からずれて落下しないように押さえながら、デシケーターを恒温乾燥器の付近に運搬する。運搬の際は必要に応じて台車等を用いる。コックを付けた上ロデシケーターの場合は、コックを閉めておく。
- (05) 恒温乾燥器の温度が 105 °C になっていることを確認する。
- (06) 恒温乾燥器の扉を開け、(03)の油脂測定用容器を置いたバットを乾燥器の中に入れ、扉を閉める。恒温乾燥器に油脂測定用容器を入れると温度が若干下がるので、再び温度が上がるのを待ち、恒温乾燥器の表示温度が 105 °C になった時点から油脂測定用容器を 1 時間乾燥する。
- (07) 油脂測定用容器を 1 時間乾燥した後、恒温乾燥器の扉を開け、油脂測定用容器を置いたバットを恒温乾燥器から取り出し、恒温乾燥器の扉を閉める。デシケーターの蓋を開け、油脂測定用容器を速やかにデシケーターに入れ、蓋を閉める。デシケーターの蓋を閉めた後、デシケーター内の空気の膨張により蓋が動く場合があるので、蓋をずらして少し開け、膨張した空気を逃がし、再度蓋を閉める操作を 2 回～3 回繰り返す^{*10・*11}。コックが付いているデシケーターの場合は、この作業の代わりに 5 秒～10 秒ほどコックを開け、膨張した空気を逃がしてからコックを閉める操作を 1 回行う。
- (08) デシケーターの蓋が本体からずれて落下しないように押さえながら、デシケーター及びバットを電子天びんの付近に運搬し、油脂測定用容器を 1 時間放冷する。
- (09) 油脂測定用容器を 1 時間放冷した後、デシケーターの蓋を開け^{*11・*12}、油脂測定用容器を 1 個取り出し、デシケーターの蓋を閉める。電子天びんを用いて容器の質量を 0.1 mg の桁まで測定し、記録する。測定が終わった油脂測定用容器はバットの上に置く。同様にすべての油脂測定用容器の質量を測定し、記録する。この測定値を油脂測定用容器の質量（抽出後）とする。（ W_2 ）
- (10) 恒温乾燥器の電源を切る。

7. 計算

次の式を用いて油脂含有率を算出する。

$$\text{油脂含有率} = \frac{W_2 - W_1}{W_0} \times 100$$

(油脂含有率の単位は% (質量分率))

W_0 : 試料の質量(g)

W_1 : 恒量となった油脂測定用容器の質量 (抽出前) (g)

W_2 : 油脂測定用容器の質量 (抽出後) (g)

8. JIS 引用規格

JIS K 0211: 2005 分析化学用語 (基礎部門)

JIS K 8103: 2007 ジエチルエーテル (試薬)

JIS K 8987: 2006 硫酸ナトリウム (試薬)

JIS P 3801: 1995 ろ紙 (化学分析用)

JIS R 3503: 1994 化学分析用ガラス器具

試験用試料の調製

試料は、試験を実施する日まで冷蔵 (10 °C以下) 等表示されている保存温度で保存し、試験を実施する際には室温に戻した後使用する。

共同試験結果

マーガリン類 (風味原料等を含まない) の油脂含有率

- (1) 参加試験室数 : 12
- (2) マテリアル数 : 5
- (3) 濃度 : 37.86 % (質量分率) ~ 82.46 % (質量分率)
- (4) 併行標準偏差 (S_r) : 0.27 % (質量分率) ~ 0.62 % (質量分率)
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.49 % (質量分率) ~ 1.1 % (質量分率)
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_r) : 0.37 % ~ 1.0 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 0.66 % ~ 1.4 %