

マーガリン類（砂糖類又は風味原料を含んだもの）の 油脂含有率測定方法（酸分解法）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んだもの）に適用する。

2. 測定方法の概要

試料 2.5 g～3.0 g をビーカーに採取した後、80 °C に加温した水浴中で塩酸を用いて分解する。分解後、ジエチルエーテル及び石油エーテルを用いて油脂を抽出する。次いで硫酸ナトリウムを用いて脱水する。抽出溶媒を除去した後、105 °C 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) 塩酸は揮発性があり有毒なので、使用する際には耐酸性の保護メガネ、手袋、ガスマスク等を用いるなどし、操作は耐酸性ドラフト内で注意深く行うこと。また、塩酸及び塩酸を含む溶液は流しに捨てず、別の容器に回収し適切に処理すること。
- (02) ジエチルエーテル、石油エーテル及びその混液は揮発しやすく、また引火性が非常に強く有毒なので、火気に注意し、これらの有機溶媒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、有機溶媒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。
- (03) ジエチルエーテル、石油エーテル及びその混液は流しに捨てず、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。
- (04) ジエチルエーテル、石油エーテル及びその混液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容器内の有機溶媒を十分に除去すること。
- (05) 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。
- (06) 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。

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。

(07) 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。

(08) 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、放冷は秤量場所付近で行い、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) 電気恒温水槽：約 80 °C の設定及びその設定温度の保持が可能なもの

(02) 恒温乾燥器：105 °C に設定した場合の温度調節精度が ± 2 °C であるもの。庫内が清浄であること。

(03) 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、6.6 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。

(04) 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 °C 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。

(05) 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。

(06) 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口デシケーターで、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。

(07) 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。

(08) ビーカー又はコンカルビーカー：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。

(09) 葉さじ：長さ 15 cm～20 cm 程度であり、ステンレス製のもの。

(10) ピンセット：長さ 10 cm～20 cm 程度のもの。

- (11) **ガラス蓋**：丸底蒸発皿など、半球形や円錐形に近い形状のものでビーカーの上に乗せられる大きさのものが望ましいが、同様の大きさであれば時計皿でもかまわない。試料を採取する予定のビーカーにガラス棒を入れた状態でガラス蓋を載せ、分析に使用する際に差し支えないことを確認しておくこと。
- (12) **ガラス棒**：長さが 5 cm～15 cm 程度、径が 4 mm～8 mm 程度のもの*05。
- (13) **漏斗**：ガラス製で、マジョニア管及び油脂測定用容器と組み合わせが可能な大きさのもの*06。
- (14) **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。
- (15) **マジョニア管**：JIS K 0211 に規定する脂肪抽出用のもの。
- (16) **マジョニア管立て**：マジョニア管の胴体を垂直に固定できるもの*08。
- (17) **ガラスピペット**：容量が 2 mL 及び 10 mL のもの。
- (18) **パストゥールピペット**：ガラス製のもの。ピペット先端の細い部分が短いものが望ましい。
- (19) **メスシリンダー**：JIS R 3503 に規定する呼び容量が 50 mL のもの。
- (20) **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 8 cm、径 8 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。

*08 事務局では遠沈管立て、小型のケルダールチューブラック及び 500 mL ビーカーを用いた。

5. 水及び試薬

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*09。
- (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) 石油エーテル：JIS K 8593 に規定する特級のもの又はこれと同等以上のもの。
- (05) エタノール：JIS K 8101 に規定する特級のもの又はこれと同等以上のもの。
- (06) 塩酸：JIS K 8180 に規定する特級のもの又はこれと同等以上のもの。
- (07) 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) ジエチルエーテル・石油エーテル混液：ジエチルエーテルと石油エーテルを体積比で1：1の割合で混合したもの。
- (09) 水：蒸留法もしくはイオン交換法によって精製したもの又は逆浸透法、蒸留法及びイオン交換法等を組み合わせた方法によって精製したもので、JIS K 0557 に規定する A2 以上の品質を有するもの。

*09 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。なお、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

測定手順の中で、左右の指定や使用する指の指定がある部分は、記述の都合でこのようにしているが、同様の操作を行うことができれば、左右を逆にしても違う指を使用しても操作を行っても構わない。

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) 6.3～6.5 の操作は、同日に行う。6.6 の操作は別の日に行うことは構わない。そ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) 6.6 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^{*10}。
- (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) 薬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 6.5(51)のジエチルエーテル・石油エーテル混液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^{*11・*12}。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^{*12・*13}、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。
- (12) (06)～(11)を繰り返す、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。

- *10 6.5(50)及び6.6(09)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。
- *11 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。
- *12 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容器に付着しないように行う。
- *13 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2.5 g～3.0 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。それ以外の部分ならそのまま構わない。
- (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2.5 g～3.0 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。2.5 g未満の場合は(05)～(09)を再度行う。3.0 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 酸分解

- (01) 耐酸性ドラフトの中に電気恒温水槽を設置する。

- (02) 電気恒温水槽の電源を入れ、温度を約 80 °C に設定する。
- (03) 耐酸性ドラフトの中に 6.3(10) で試料を採取したビーカーを置き、ガラスピペットを用いて、エタノール 2 mL を加える。
- (04) (03) のビーカーにガラス棒を入れる。ガラス棒は、ビーカーの注ぎ口に立てかけるように置くと安定する。
- (05) ビーカーが動かないように押さえながら、ガラス棒の先端で試料をつぶすように広げる。この際、試料が固まっている場合は、加温した電気恒温水槽に数秒間浸すなどし、試料を少し熔融してから広げる。電気恒温水槽に浸す時間はあまり長くしないこと。
- (06) ガラスピペットを用いて、ビーカーに塩酸 10 mL を加える。
- (07) ビーカーが動かないように押さえながら、ビーカーの中に入っているガラス棒を持ち、試料が飛散しないようにかくはんする。
- (08) ガラス棒をビーカーに入れたまま、その上にガラス蓋を置く。
- (09) (02) の電気恒温槽が約 80 °C になっていることを確認する。
- (10) (08) のビーカーを電気恒温水槽に浸し、30 分間加熱する（酸分解）。加熱中、ガラス蓋の底面に付着している液が垂れないように蓋を少し持ち上げ、ガラス棒を用いて溶液を時々かくはんする。
- (11) 酸分解終了後、電気恒温水槽からビーカーを取り出し、ビーカー底部の水滴を紙等で拭い、40 °C 以下（手で触れる程度）になるまで耐酸性ドラフトの中で放冷する*14。

*14 室温になるまで放冷した場合は試料が固まることもある。その場合は加温した電気恒温槽に数秒間浸すなどし、再度熔融する。

6.5 油脂の抽出

- (01) 防爆型ドラフトの中にマジョニア管立てと漏斗台を置く。
- (02) (01) のマジョニア管立てに、共栓を外した状態のマジョニア管を置く。
- (03) (01) の漏斗台に、漏斗を置く。
- (04) 漏斗の下にマジョニア管を設置する。この際は、漏斗の先端の斜めになっている部分がマジョニア管のすりの部分よりも下になるようにしたうえでマジョニア管の内側壁面に接触するような高さに調節することとし、溶液をマジョニア管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マジョニア管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。
- (05) (04) のマジョニア管に 6.4(11) のビーカー中の分解液及び分解物（以下、「分解

液」という。)を、ガラス棒を伝わらせて入れる。その操作の詳細は以下の通り。

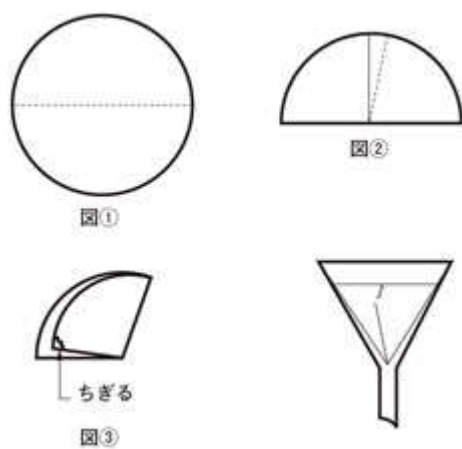
- ① エタノール 8 mL 及びジエチルエーテル 25 mL をそれぞれ適切な大きさのビーカーに入れる。
- ② スポイトをつけたパスツールピペットを 2 本 (エタノール用及びジエチルエーテル用) 準備する。
- ③ 6.4(11)のビーカーをマジョニア管の付近に移動する。
- ④ ビーカーに載せているガラス蓋を持ち、底面に付着している水滴を垂らさないように漏斗の上に素早く移し、その状態を保持しながら、エタノール 1 mL 程度を吸い込んだパスツールピペットを用いて、ガラス蓋の底面を洗い流した後、ジエチルエーテル 1 mL 程度を吸い込んだ別のパスツールピペットでガラス蓋の底面を洗い流す。洗い込みが終わったガラス蓋は不要なので片付ける。
- ⑤ ガラス棒でビーカー中の分解液を慎重にかき混ぜ、内壁に付着している分解物をできるだけこすり落とす。
- ⑥ ガラス棒を持ち、ガラス棒に付着している分解液をビーカーの壁面に伝わらせてできるだけ落とす。
- ⑦ ガラス棒の先端から分解液が滴下しなくなったら、ビーカーとガラス棒を持ち、ガラス棒を素早く漏斗の上に移動させる。ガラス棒をやや傾け、先端を漏斗の中央付近に保つ。
- ⑧ ビーカーを漏斗の上に移動し、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、ビーカー中の分解液をガラス棒を伝えながら漏斗の中に入れる。このとき、ビーカーを急激に傾けすぎるとビーカー中の分解液が一度に漏斗の中に落ち、分解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分解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。ビーカー中の分解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、分解液がおおむね漏斗の中に入ったならビーカーの位置と角度をそのまま保つ。
- ⑨ 分解液がガラス棒の先端及びビーカーの注ぎ口から垂れなくなったら、ガラス棒をそのまま保持しながら、ビーカーを素早く上に向け、実験台に置く。
- ⑩ エタノール 1 mL 程度を吸い込んだパスツールピペットを用いて、ガラス棒を洗い流した後、ジエチルエーテル 2 mL 程度を吸い込んだパスツールピペットでガラス棒を洗い流す。これをもう一度繰り返す。この段階でガラス棒に付着している残留物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。
- ⑪ エタノール 2 mL 程度を吸い込んだパスツールピペットを用いて、ビーカーの内壁をまんべんなく洗い流す。流し終えたらビーカーを持ち、円を描くように数回振り混ぜた後、ビーカーを漏斗の上で傾けて、ビーカー内部のエタノールを漏斗に流す。

- ⑫ 分解液がビーカーの注ぎ口から垂れなくなったら、ビーカーの傾きをそのまま保持し、ビーカーの注ぎ口を少量のエタノールを吸い込んだパスツールピペットを用いて洗い流し、液が垂れなくなったら、ビーカーを素早く上に向け、実験台上に置く。
- ⑬ ジエチルエーテル 2 mL 程度を吸い込んだパスツールピペットを用いて、ビーカーの内壁をまんべんなく洗い流す。これをもう一度繰り返す。流し終えたらビーカーを持ち、円を描くように数回振り混ぜた後、ビーカーを漏斗の上で傾けて、ビーカー内部のジエチルエーテルを漏斗に流す。
- ⑭ 分解液がビーカーの注ぎ口から垂れなくなったら、ビーカーの傾きをそのまま保持し、ビーカーの注ぎ口を少量のジエチルエーテルを吸い込んだパスツールピペットを用いて洗い流し、液が垂れなくなったら、ビーカーを素早く上に向け、実験台上に置く。
- ⑮ ⑪から⑭の操作をもう一度繰り返す。この段階でビーカーに付着している残留物はそのままで構わない。洗い込みが終わったビーカーは不要なので片付ける。
- ⑯ 残りのエタノールを吸い込んだパスツールピペットを用いて、漏斗の内壁に付着した分解液をマジョニア管の中に洗い込む。その際、漏斗の壁面の上部付近まで分解物が付着している場合があるので注意して洗い込む。
- ⑰ ジエチルエーテル 2 mL 程度を吸い込んだパスツールピペットを用いて、漏斗の内壁に付着した分解液をマジョニア管の中に洗い込む。この操作を合計で 2 回～3 回行う。その際、漏斗の壁面の上部付近まで分解物が付着している場合があるので注意して洗い込む。
- ⑱ 漏斗を持ち上げ、漏斗の先端に付着している分解液を残りのジエチルエーテルを用いてマジョニア管の中に洗い込む。洗い込みが終わった漏斗は不要なので片付ける。
- (06) (05) ⑱のマジョニア管を、栓をしない状態で、底面が左側を向くように、左手はくびれ付近、右手は上口の付け根付近を内容液がこぼれないように持つ。
- (07) (06)のマジョニア管を、内容液がこぼれないように注意しながら、徐々に右側を下に傾け、くびれより下の部分に空気を入れる。空気がマジョニア管のくびれより下の部分に入ったことを確認したら、マジョニア管を徐々に(06)の状態に戻す。この操作を 5 回程度繰り返し行い、発生するガスを逃がす。



- (08) マジヨニア管を振り混ぜる際に内容液が外に漏れないようにするため、あらかじめ水で湿らせた共栓で、マジヨニア管の上口付近にある通気孔と共栓の通気用の溝を合わせない状態で*15、マジヨニア管に栓をする。この際、マジヨニア管の上口のすり部分や共栓に風味原料等の粒が付着している場合は、そのまま栓をしてしまうとすり部分に隙間ができ、マジヨニア管を振る際に内容液が外に漏れるおそれがあるため、粒を少量のジエチルエーテルを用いてマジヨニア管の中に洗い込む。(以下、栓をする際は同様に行う。)
- (09) (08)のマジヨニア管の共栓を指で押さえながら、残りの指でマジヨニア管を握り、横長の弧を描くように左右に数回振った後、栓を外し、ガスを逃がす*16。栓を外す際は、押さええている指をいきなり離してしまうと内部のガスにより蓋が飛ぶことがあるので、押さええている指を離さないままで別の指を栓にかけ、マジヨニア管の口や栓(通気孔含む)を自分や他人に向けないようにして慎重に外す。(以下、栓を外す際は同様に行う。)また、栓を回転させて通気孔と共栓の通気用の溝を合わせてガスを逃がす方法は、通気孔から内容液が漏れるおそれがあるので行わないこと。ガスの発生が穏やかになるまで、この操作を繰り返す。
- (10) (09)のマジヨニア管の上口付近にある通気孔と共栓の通気用の溝を合わせない状態で*15、マジヨニア管に栓をする。共栓を指で押さえながら、残りの指でマジヨニア管を握り、横長の弧を描くように激しく左右に30秒間振り混ぜる*16。
- (11) (10)のマジヨニア管の栓を外し、実験台等の上に置く。
- (12) 石油エーテル25 mLをメスシリンダーで量りとり、メスシリンダーの注ぎ口がマジヨニア管に触れないようにして石油エーテル25 mLを加える。(以下、メスシリンダーを用いて試薬を加える際は注ぎ口がマジヨニア管に触れないように行う。)
- (13) (11)で外した共栓で、マジヨニア管の上口付近にある通気孔と共栓の通気用の溝を合わせない状態で*15、マジヨニア管に栓をする。共栓を指で押さえながら、残りの指でマジヨニア管を握り、横長の弧を描くように左右に数回振った後、栓を

- 外し、ガスを逃がす^{*16}。ガスの発生が穏やかになるまで、この操作を繰り返す。
- (14) (13)のマジョニア管の上口付近にある通気孔と共栓の通気用の溝を合わせない状態で^{*15}、マジョニア管に栓をする。共栓を指で押さえながら、残りの指でマジョニア管を握り、横長の弧を描くように激しく左右に 30 秒間振り混ぜる^{*16}。
- (15) (14)のマジョニア管の栓を一旦外す。次いで、マジョニア管内で発生したガスを外に逃がすように、マジョニア管の上口付近にある通気孔と共栓の通気用の溝を合わせた状態で^{*17}、マジョニア管に栓をする。マジョニア管立てにマジョニア管を立て、水相（下層）と有機相（上層）が分離するまで静置する^{*18}。
- (16) 漏斗台等、漏斗を安定して置ける器具の上に漏斗を置く。
- (17) ろ紙を 1 枚取る。
- (18) ろ紙の粗い面を内側にし^{*19}、図①のように中心線に沿って二つ折りにする。
- (19) 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。
- (20) ろ紙の端を図③のように少しちぎる^{*20}。
- (21) 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。
- (22) ろ紙を漏斗の上に置く。



- (23) ろ紙の円錐形に開いた部分の中に硫酸ナトリウムを約 10 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。
- (24) 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

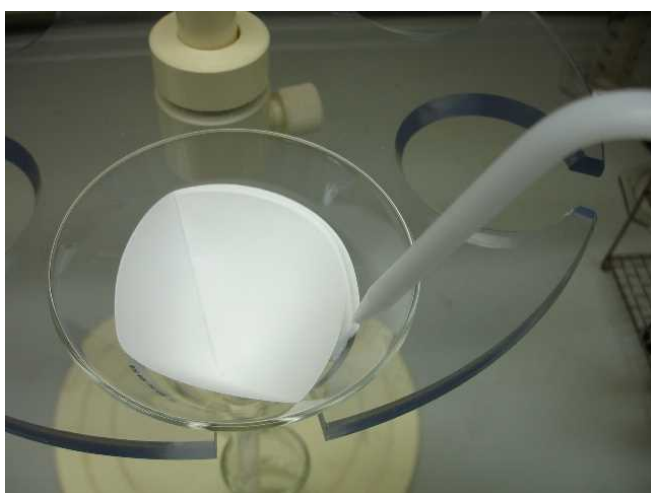
があるので、適切な高さに調節すること。

- (25) ジエチルエーテル・石油エーテル混液及び水を入れた洗瓶をそれぞれ準備する。
- (26) (15)のマジョニア管の栓を外し、実験台等の上に置く。
- (27) (26)のマジョニア管の水相と有機相の境界がマジョニア管のくびれ部分より低い場合は、水を洗瓶で少しずつ加え、境界がくびれの位置になるように調節する。
- (28) (27)のマジョニア管を片手又は両手で持つ。持ち方は画像を参考とするが、違う持ち方でも構わない。



- (29) マジョニア管の右側（上口側）を徐々に下に傾け、水相が入らないように注意しながら有機相を(24)の漏斗にセットしたろ紙の中に入れる。有機相を1ヵ所に集中して流すと、その部分の硫酸ナトリウムがへこみ、脱水が不十分になる可能性があるがあるので、全体的に流し込むようにすること。（以下、マジョニア管を傾けて溶液を出す操作の際は同様に行う。）
- (30) マジョニア管の上口から有機相が滴下しなくなったら、ジエチルエーテル・石油エーテル混液の入った洗瓶で上口付近を少し洗い流す。
- (31) ジエチルエーテル・石油エーテル混液 30 mL をメスシリンダーで量りとり、水相が残ったマジョニア管に加える。
- (32) (26)で外した共栓で、マジョニア管の上口付近にある通気孔と共栓の通気用の溝を合わせない状態で^{*15}、マジョニア管に栓をする。共栓を指で押さえながら、残りの指でマジョニア管を握り、横長の弧を描くように左右に数回振った後、栓を外し、ガスを逃がす^{*16}。ガスの発生が穏やかになるまで、この操作を繰り返す。
- (33) (32)のマジョニア管の上口付近にある通気孔と共栓の通気用の溝を合わせない状態で^{*15}、マジョニア管に栓をする。共栓を指で押さえながら、残りの指でマジョニア管を握り、横長の弧を描くように激しく左右に 30 秒間振り混ぜる^{*16}。
- (34) (14)のマジョニア管の栓を一旦外す。次いで、マジョニア管内で発生したガスを外に逃がすように、マジョニア管の上口付近にある通気孔と共栓の通気用の溝を合わせた状態で^{*17}、マジョニア管に栓をする。マジョニア管立てにマジョニア管

- を立て、水相（下層）と有機相（上層）が分離するまで静置する*18。
- (35) (34)のマジョニア管の栓を外し、実験台等の上に置く。
- (36) (35)のマジョニア管の水相と有機相の境界がマジョニア管のくびれ部分より低い場合は、水を洗瓶で少しずつ加え、境界がくびれの位置になるように調節する。
- (37) (36)のマジョニア管を片手又は両手で持つ。持ち方は(28)下の画像を参考とするが、違う持ち方でも構わない。
- (38) マジョニア管の右側（上口側）を徐々に下に傾け、水相が入らないように注意しながら有機相を(29)で用いたろ紙の中に入れる。
- (39) マジョニア管の上口から有機相が滴下しなくなったら、ジエチルエーテル・石油エーテル混液の入った洗瓶で上口付近を少し洗い流す。
- (40) (31)～(39)を再度行う。
- (41) ジエチルエーテル・石油エーテル混液の入った洗瓶でマジョニア管の内壁全体をまんべんなく洗い流す。
- (42) (37)～(39)と同じ操作を行う。
- (43) マジョニア管の共栓をジエチルエーテル・石油エーテル混液の入った洗瓶で(38)で用いたろ紙の中に洗い流す。作業後、マジョニア管及び共栓は不要なので片付ける。（マジョニア管の中に残っている水相は強酸性であるので注意して処理すること。）
- (44) 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・石油エーテル混液を流す操作を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。
- (45) ジエチルエーテル・石油エーテル混液 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・石油エーテル混液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・石油エーテル混液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、洗いこみの際には、ろ紙が乾かないようにジエチルエーテル・石油エーテル混液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・石油エーテル混液を流しても、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・石油エーテル混液を流しても色素が付着したままの場合はそのままで構わない。
 - 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・石油エーテル混液が乾燥すると、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・石油エーテル混液で十分に流すこと。
 - 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。
- (46) 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*21。
- (47) 洗瓶のジエチルエーテル・石油エーテル混液を用い、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。
- (48) 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・石油エーテル混液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。
- (49) 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・石油エーテル混液を用いて容器の下部に洗い込む。
- (50) 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

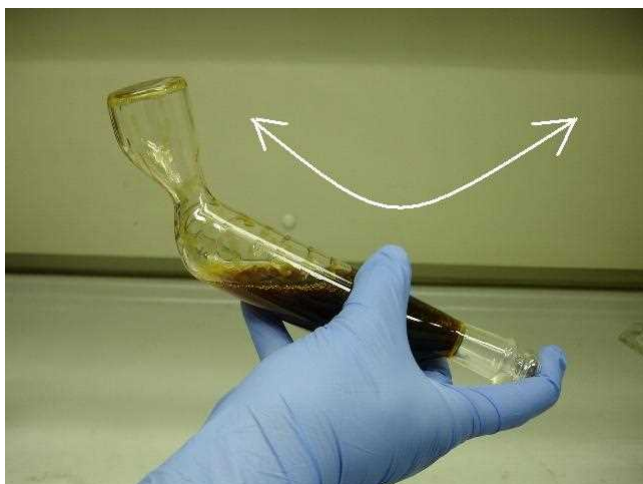
ら飛散するおそれがあり、漏斗の高さが低すぎると漏斗の先端が空中に浮いてしまったりジエチルエーテル・石油エーテル混液を用いて洗い込む際に漏斗の先端が液に浸かってしまうおそれがあるので、適切な高さに調節すること。

- 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・石油エーテル混液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・石油エーテル混液を用い、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・石油エーテル混液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・石油エーテル混液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・石油エーテル混液を用い、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・石油エーテル混液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・石油エーテル混液を用いて新容器の下部に洗い込む。
- (51) (49) (又は(50)⑪) の油脂測定用容器のジエチルエーテル・石油エーテル混液を留去する。ジエチルエーテル・石油エーテル混液の留去については、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^{*22}。
- (52) (51)の油脂測定用容器内に窒素ガス又は空気^{*23} を穏やかに吹き付け、残存するジエチルエーテル・石油エーテル混液を十分に除去する^{*24}。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。

*15 共栓に通気用の溝がない場合は、向きを考慮する必要はない。

*16 マジョニア管の持ち方と振り方については、適切に作業を行うことができれば方法は問わない。一例として事務局の操作方法を示す。マジョニア管の共栓を人差し指で押さえながら、残りの

指でマジョニア管の底面が左側を向くようにマジョニア管を握り、横長の弧を描くように左右に振る。これ以外に、マジョニア管の共栓を親指で押さえる方法や、マジョニア管の底面を右に向けて振る方法もある。



- *17 共栓に通気用の溝がない場合は、共栓を外して静置すること。
- *18 エマルジョン等の状態になって分離しない場合は、軽く振ったりマジョニア管用の遠心分離機にかける等の操作を行う。
- *19 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。
- *20 少しちぎった方が漏斗とろ紙の密着性が向上する。
- *21 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・石油エーテル混液を乾かす。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。（45）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。
- *22 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・石油エーテル混液を留去した。
- *23 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。）
- *24 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。

6.6 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) 6.5(52)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。コックを付けた上口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 2 時間乾燥する。
- (07) 油脂測定用容器を 2 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^{*11・*12}。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) 油脂測定用容器の中の残留物を目視し、残留物中にタール状のものが認められた場合は、次の手順に従う。
 - ① 60 °C～70 °C に加温した水浴等を用いて、残留物を油脂測定用容器ごと加温して溶解し、それにジエチルエーテル・石油エーテル混液を 20 mL 程度加えて、油脂を再び溶解する。（この溶液は、以下この項においては「油脂溶液」という。）
 - ② 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。）を準備する。
 - ③ 6.5(16)～(23)と同じ操作を行い、硫酸ナトリウムを入れたろ紙及び漏斗を準備する。
 - ④ 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てしまったりジエチルエーテル・石油エーテル混液を用いて洗い込む際に漏斗の先端が液に浸かってしまうおそれがあるので、適切な高さに調節すること。

- ⑤ 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・石油エーテル混液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。
 - ⑥ 洗瓶のジエチルエーテル・石油エーテル混液を用い、旧容器の内壁をまんべんなく流す。
 - ⑦ 旧容器の中のジエチルエーテル・石油エーテル混液を漏斗の中に入れる。
 - ⑧ 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。
 - ⑨ ⑥～⑧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。
 - ⑩ 6.5(45)～(52)と同じ操作を行う。
 - ⑪ 6.6(01)からの操作を再び行う。
- (10) 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^{*12・*13}、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パットの上に置く。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。この測定値を油脂測定用容器の質量(抽出後)とする。(W₂)
- (11) 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))

W₀ : 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: 1995 分析化学用語 (基礎部門)
JIS K 0557: 1998 用水・廃水の試験に用いる水
JIS K 8101: 2006 エタノール (試薬)
JIS K 8103: 2007 ジエチルエーテル (試薬)
JIS K 8180: 2006 塩酸 (試薬)
JIS K 8593: 2007 石油エーテル (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℃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 (風味原料等を含む) 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 : 54.29 % (質量分率) ~ 78.63 % (質量分率)
- (4) 併行標準偏差 (S_r) : 0.30 % (質量分率) ~ 0.67 % (質量分率)
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.44 % (質量分率) ~ 1.6 % (質量分率)
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_r) : 0.48 % ~ 0.92 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 0.70 % ~ 2.9 %