

# 第 1 章

## 一般成分及び関連成分

### 1 水 分

#### 1-1. 常圧加熱乾燥法

##### 1-1-1. 直接法

###### 適用

穀類，種実類などの粉末状のもの，比較的水分量の少ない食品に用いる。

###### 測定方法

###### (1) 装置及び器具

電気定温乾燥器：80～150℃の温度範囲において，

所定の温度の±2℃が調節可能なもの（注1）。

はかり容器：一般的には，図1-1に示すようなアルミニウム製の小型のもの（質量約10g）を用いる。

デシケーター：中板の径20～22cmのもの（注2）。

乾燥剤として，一般に135℃で加熱乾燥した青色シリカゲルを入れて用いる。

電子はかり：秤量100g以上，最小表示0.1mgのものを用いる。

###### (2) 操 作

所定の温度に調節した乾燥器にはかり容器を入れ，1～2時間加熱後，デシケーターに移す。45分間放冷した後，0.1mgまではかって，恒量（ $W_0$ ）を求める（注3）。適量の試料をすばやく採取した後，蓋をして，0.1mgまではかる（ $W_1$ ）。はかり容器の蓋をとって容器の下に敷くか，横に置いて乾燥器中に入れる。乾燥器が所定の温度に達してから，定められた時間乾燥後，乾燥器中ですばやく容器に蓋をする。デシケーターに移して，室温に達するまで放冷（注4）して，質量をはかる（ $W_2$ ）。もしも，恒量になるまで乾燥するよう測定条件が定められている場合は，再び蓋をとって乾燥器中に入れ，乾燥して質量をはかることを繰り返す。

###### (3) 計 算

$$\text{水分 (g/100 g)} = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100$$

$W_0$ ：恒量としたはかり容器の質量（g）

$W_1$ ：試料を入れたはかり容器の乾燥前の質量（g）

$W_2$ ：試料を入れたはかり容器の乾燥後の質量（g）

試料形態に限らず，アルコール及び酢酸は，乾燥時に揮発するため水分の分析値に影響する。そこでこれらの成分が含まれ，かつ影響が大きいと考えられる場合は，乾燥減量（注5）から，これらを差し引きして水分値を算出する。

###### 注 解

（注1）種々の形式があるが，強制循環通風式のもの一般的に用いられる。通風式はかなりの風量が

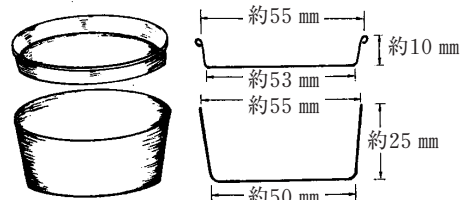


図1-1 アルミニウム製はかり容器（例）

あり、大量のものを乾燥する効率はよいが、密度の軽い試料は飛散することがあり、水分測定のためであれば、それほどの風量を必要としない。このことから、風量調節が可能で、風量を少なくしたとき、上段の棚の1/2～1/3の面積が、±2℃の温度範囲を維持できることが望ましい。一般の通風式はこれくらいの精度をもっている。棚の1/2～1/3の面積に試料を並べる。水分測定値のばらつきが、水分値そのもので0.1%以内を必要とするような場合は、乾燥後にはかり容器に蓋をする。また、取り出す間の吸湿によるばらつきを小さくする必要から、一度に測定するはかり容器の個数は8～12点までとする。したがって、水分測定用のアルミニウム製はかり容器12個を並べたとき、占有面積として、棚面積の1/2～1/3を占めるような大きさの乾燥器を用いることが望ましい。

\* 一般共通事項及び測定用試料の調製方法については、付録に記述している。

(注2) 測定点数を考え、中板の径20～22 cmの減圧コック付きがよい。あまり大きいと、余分の空間がありすぎてよくない。はかるときの開け閉めの際に、かえって吸湿の影響を大きくする。この大きさのデシケーターは、小型アルミニウム製はかり容器が8個並べられる。容器の放冷による誤差を一定にするには、常に8個ずつを収納するように決めればよい。

(注3) 初めて使用するアルミニウム製はかり容器の場合、2回繰り返し乾燥をして恒量をみる必要がある。次回からの使用には、通常、前の恒量値を用いる。試料が穀類などの場合は、注意して使用すると、20～30回繰り返し用いても、恒量は変化しない。ただし、試料が付着して洗ったときは、もう一度恒量を求める。

(注4) はかり周辺温度と測定するアルミニウム製はかり容器の温度が異なると空気の対流が起こり、正確な質量測定ができない。放冷時間やデシケーターへの収納個数などに注意が必要である。

(注5) 「乾燥減量」は乾燥時の減量である。この減量は水分以外の揮発成分も含まれるため、「乾燥減量 = 水分 + 揮発成分」となる。

## 1-1-2. 乾燥助剤添加法

### 適 用

粘質状、液状、ペースト状などの食品に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

電気定温乾燥器：1-1-1. 直接法に同じ。

デシケーター：1-1-1. 直接法に同じ。

電子はかり：1-1-1. 直接法に同じ。

はかり容器：目安として口径75 mm、底径70 mm、深さ35 mmの大型アルミニウム製、又はガラス製のものをを用いる。攪拌用のガラス棒を用意する。

#### (2) 試 薬

乾燥助剤（精製ケイ砂）：試薬として市販されているケイ砂を用いる（注1）。

#### (3) 操 作

はかり容器に精製ケイ砂約20～30 gを入れる。ガラス棒を入れ、所定の温度で1～2時間乾燥後、1時間放冷して、0.1 mg までばかり ( $W_0$ )、恒量を求める。ここに適量の試料を採取し、0.1 mg まではかる ( $W_1$ )。次いで、ガラス棒で試料をよく混和する。粘度が高いなど混合しにくい場合は乾燥助剤が濡れる程度の量の水を加え、試料をよく混和する。水浴上でかき混ぜながら（注2）、サラサラの状態になるまで予備乾燥を行う。その後の本乾燥は、測定条件に従って1-1-1. 直接法と同様に行い、60分間放冷してから質量をはかる ( $W_2$ )。

#### (4) 計 算

1-1-1. 直接法に同じ。

#### 注 解

(注1) ケイ砂は、種々の粒度のものが市販されている。粒径は200~1000  $\mu\text{m}$  程度が使いやすい。測定対象により粒度を使い分けてもよい。ケイソウ土を用いる場合もある。粒度を指定して購入する。試薬として販売されたものでも精製度が低いものもあり、それらを使用する場合は精製してから用いる。精製方法は、ケイ砂適量を塩酸：水（1：1）に入れ、約80℃に加温して、1時間放置する。冷却後、水洗を繰り返して完全に酸を取り除いた後、風乾し、さらに105℃で1~2時間乾燥して用いる。

(注2) このとき、ケイ砂の粒が容器の外に飛び出さないよう注意深く行う。念のため、水浴上から下ろし、充分な大きさのアルミニウム箔の上で操作するのもよい。

### 1-1-3. アルミニウム箔法

#### 適 用

粘質状の穀類加工品（飯、ゆでめんなど）類に用いる。

#### 測定方法

##### (1) 装置及び器具

電気定温乾燥器：1-1-1. 直接法に同じ。

デシケーター：1-1-1. 直接法に同じ。

電子はかり：1-1-1. 直接法に同じ。

アルミニウム箔製はかり容器：一般家庭用のアルミニウム箔（やや厚手のものを用いる）を、封筒状に折って袋を作製して、はかり容器とする（図1-2）（注1）。

##### (2) 操 作

アルミニウム箔製はかり容器を、0.1 mg まではかり ( $W_0$ )、試料の適量を採取する。はかり容器の口を折って気密とし、0.1 mg まではかった ( $W_1$ ) 後、丸い棒をローラーとして、試料をはかり容器の中に均一に薄く圧延する。はかり容器の口と底の部分は、上下1.5 cm ぐらい残すように試料をのばす。次いで、はかり容器を吹いてふくらませるか、はかり容器を開いた後、粘着試料が固着しないように「かまぼこ状」とする。金網又はアルミニウム製トレイ上にのせ、所定の温度で所定の時間乾燥する。乾燥終了後、破れないように注意しつつ、はかり容器を平らにし、はかり容器の口を折って、一応、気密にする。もしもはかり容器が破れたら、はかり容器が入る大きさのポリエチレン袋中に入れ、デシケーター中で30分間放冷後（注2）、質量をはかる ( $W_2$ )。

##### (3) 計 算

1-1-1. 直接法に同じ。

#### 注 解

(注1) 封筒状に折って作製したアルミニウム箔製はかり容器は、試料を採取してはかる際に気密にできるので、試料の水分損失を防ぐことができる。アルミニウム箔は吸湿性がほとんどなく、水分測定の目的では、予備乾燥をして恒量を出す必要はない。

(注2) ポリエチレン袋に入れなくて放冷したときは15~20分間で冷える。ピンホール程度なら、ポリエチレン袋から取り出して質量をはかる。もしも、ポリエチレン袋ごとにはかった場合は、後でポリエ

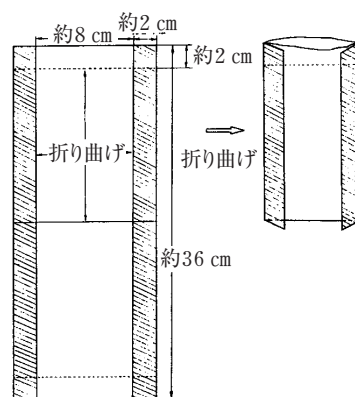


図1-2 アルミニウム箔製はかり容器（例）

チレン袋の質量をはかって差し引く。

## 1-2. 減圧加熱乾燥法

### 1-2-1. 直接法

#### 適用

加熱によって変化しやすい食品（粉末スープ、クッキーなど）に用いる。

#### 測定方法

##### (1) 装置及び器具

減圧電気定温乾燥器：60～110℃の範囲を、±2℃に自動調節できる電熱式を用いる。乾燥中に試料から蒸発した水、及び乾燥器を常圧に戻すときの空気中の水を除去するために、脱水用のトラップを連結する必要がある（注1）。

はかり容器：1-1-1.直接法に同じ。

デシケーター：1-1-1.直接法に同じ。

電子はかり：1-1-1.直接法に同じ。

##### (2) 操作

あらかじめ恒量になったはかり容器（ $W_0$ ）に、適量の試料を採取して、0.1 mg までをはかる（ $W_1$ ）。常圧において、所定の温度に調節した減圧電気定温乾燥器中に、はかり容器の蓋をとるか、口を開けた状態に入れる。扉を閉じ、真空ポンプを作動させて、所定の減圧度において一定時間乾燥する。真空ポンプを止め、乾燥空気を送って常圧に戻し（注2）、はかり容器を取り出し、蓋をしてデシケーター中で放冷後、質量をはかる。一般には、恒量（ $W_2$ 、0.1 mg までをはかる）になるまで乾燥、放冷、質量をはかる（注3）ことを繰り返す。

##### (3) 計算

1-1-1.直接法に同じ。

#### 注解

（注1）減圧電気定温乾燥器は、乾燥室が円筒形のものと角形のものがある。常圧下には、乾燥室内の加熱は、対流、伝導、輻射によって行われている。しかし、減圧下には、対流による加熱はごく小さくなり、壁からの伝導熱が主体となる。したがって、乾燥室内の温度分布はかなり不均一となり、壁に近い部分、特に後部の左右の隅が高くなる。これらの理由から、熱に不安定な成分を多く含有する食品の場合は、できるだけ中央部分の位置にはかり容器を置くように注意する。

（注2）小型アルミニウム製はかり容器を用いる場合、恒量は1-1.常圧加熱乾燥法に準ずる。乾燥終了後、空気を入れて急に常圧に戻すと、試料が舞い上がることがある。軽い粉末などのときは、蓋をとらずに、ずらして開けてのせておくほうがよい。

（注3）繰り返しの乾燥は、普通2時間ずつ行う。試料によっては、5時間ずつのこともある。恒量は一般に、0.5 mg 以上の減量がなくなったときを目標にする。試料によっては、いつまでもそれ以上の減量があり、判断を迷う場合がある。その場合、加熱による分解のためと考えられるので、減量が1 mg 又は3 mg になったときを目安にして、前後の値を参照して恒量とする。

### 1-2-2. 乾燥助剤添加法

#### 適用

野菜類、果実類、魚介類など比較的水分の多い食品や、粘質状、液状、ペースト状などの食品のうち、加熱によって変化しやすい食品に用いる。

## 測定方法

### (1) 装置及び器具

1-2-1. 直接法に同じ。

### (2) 試 薬

精製ケイ砂：1-1-2. 乾燥助剤添加法に同じ。

### (3) 操 作

あらかじめ精製ケイ砂20~30 g を入れ恒量にしたはかり容器 ( $W_0$ ) に適量の試料を採取して、0.1 mg までをはかる ( $W_1$ )。以下、1-2-1. 直接法と同様に操作する。

### (4) 計 算

1-1-1. 直接法に同じ

## 1-3. カールフィッシャー法

## 適 用

砂糖類、油脂類、みそ類、乾燥卵、香辛料類に用いる。

## 測定方法

### (1) 装置及び器具

カールフィッシャー水分測定装置：市販のもので、電氣的に終点を検出可能なものを用いる。

### (2) 試 薬

カールフィッシャー試薬：市販のカールフィッシャー試薬、力価 3 mg H<sub>2</sub>O/mL, 又は 10 mg H<sub>2</sub>O/mL のものを用いる。

脱水メタノール：市販の脱水メタノールをそのまま用いるか、メタノールをモレキュラーシーブ 3 A で脱水して用いる。

含水メタノール標準液：容量500 mL の全量フラスコに脱水メタノールを約400 mL とり、水 2.000 g を正確にはかって加え、一定温度 (20~25℃) 下に脱水メタノールを加えて500 mL 定容とする。

試料溶解用混合溶媒：試料に応じて、①クロロホルム+メタノール (5 + 1), ②ホルムアミド+メタノール (10 + 1), ③ピリジン+メタノール (5 + 1) などの市販のカールフィッシャー測定用脱水溶剤から選んで用いる (注1)。

酒石酸ナトリウム二水和物：カールフィッシャー試薬の力価検定に用いる。

### (3) カールフィッシャー試薬の力価の検定

次のいずれかの方法で検定する。

#### 1) 水による検定

10 mg H<sub>2</sub>O/mL のカールフィッシャー試薬の力価検定に用いる。カールフィッシャー滴定フラスコに脱水メタノール又は試料溶解用混合溶媒を適量入れ、かき混ぜながらカールフィッシャー試薬を滴下して終点を求め、無水状態とする。ここに水50~80 mg ( $W$ ) を正確にはかって入れ、カールフィッシャー試薬で滴定する ( $A$ )。

$$K \text{ (mg H}_2\text{O/mL)} = \frac{W}{A}$$

$K$ ：カールフィッシャー試薬の力価 (mg H<sub>2</sub>O/mL)

$A$ ：カールフィッシャー試薬の滴定量 (mL)

$W$ ：試料採取量 (mg)

## 2) 酒石酸ナトリウム二水和物による検定

3 mg H<sub>2</sub>O/mL のカールフィッシャー試薬の力価検定に用いる。カールフィッシャー滴定フラスコに脱水メタノール50 mL をとり、カールフィッシャー試薬を滴下して無水状態にする。ここに酒石酸ナトリウム二水和物200~300 mg (*W*) を正確にはかって、すばやく入れ、かき混ぜて完全に溶解した後、かき混ぜながらカールフィッシャー試薬で滴定する (*A*)。

$$K \text{ (mg H}_2\text{O/mL)} = \frac{W}{A} \times 0.1566$$

*K*: カールフィッシャー試薬の力価 (mg H<sub>2</sub>O/mL)

*A*: カールフィッシャー試薬の滴定量 (mL)

*W*: 試料採取量 (mg)

## 3) 含水メタノール標準液による検定

1) における水の代わりに標準液を用いる。3 mg H<sub>2</sub>O/mL のカールフィッシャー試薬の検定には、標準液 5 mL を、10 mg H<sub>2</sub>O/mL のときは20 mL を採取する (注2)。

$$K \text{ (mg H}_2\text{O/mL)} = \frac{f \times 5}{A} \quad \text{又は} \quad \frac{f \times 20}{A}$$

*K*: カールフィッシャー試薬の力価 (mg H<sub>2</sub>O/mL)

*f*: 含水メタノール標準液のファクター。*f*は、あらかじめ、1) 又は2) の方法で力価を求めたカールフィッシャー試薬で、含水メタノール標準液を滴定して求める。

*A*: カールフィッシャー試薬の滴定量 (mL)

## (4) 試料溶液の調製、測定及び計算

### 1) 溶媒に溶ける試料

試料の性状に応じて溶媒の種類を選ぶ。カールフィッシャー滴定フラスコに脱水メタノール又は試料溶解用混合溶媒25~50 mL をとり、カールフィッシャー試薬を滴下して終点とし、無水状態にする。適量の試料 (*W*) (水として10~100 mg が望ましい) をはかって、すばやく滴定フラスコ中に入れる。かき混ぜて試料を溶解し、次いで、かき混ぜながらカールフィッシャー試薬を滴下して終点 (*A*) を求める。

$$\text{水分 (g/100 g)} = \frac{A \times K \times 100}{W \times 1000}$$

*K*: カールフィッシャー試薬の力価 (mg H<sub>2</sub>O/mL)

*A*: カールフィッシャー試薬の滴定量 (mL)

*W*: 試料採取量 (g)

### 2) 溶媒に溶けない試料

試料 (*W*) をはかり、容量100 mL 又は200 mL の全量フラスコ (*V*) に入れ、脱水メタノールを約半量加え、激しく振って試料を分散させ、次いで、脱水メタノールで定容とした後、ときどき混和して約10分間放置する。上澄み液をピペットで5~10 mL (*v*) 採取し、カールフィッシャー滴定フラスコに入れ、カールフィッシャー試薬で滴定する (*A*)。次いで、カールフィッシャー滴定フラスコに脱水メタノールを試料溶液と同量採取し、カールフィッシャー試薬で滴定し、空試験値 (*B*) とする (注3)。



$$\text{水分 (g/100 g)} = \frac{(A - B) \times K \times \frac{V}{v} \times 100}{W \times 1000}$$

A：カールフィッシャー試薬の滴定量 (mL)

B：脱水メタノールによるカールフィッシャー試薬の空試験値 (mL)

K：カールフィッシャー試薬の力価 (mg H<sub>2</sub>O/mL)

V：全量フラスコの容量 (mL)

v：ピペットによる上澄み液の採取量 (mL)

W：試料採取量 (g)

### 注 解

(注1) ①は油脂類の溶解用として、②は乳糖、麦芽糖などの溶解用のほか、食品からの水の抽出用として、③はブドウ糖、水あめの溶解用として用いる。

(注2) 力価測定用として水の濃度が既知の溶液が市販されている。これを利用してよい。

(注3) 溶媒に溶けない試料の場合でも溶媒へ容易に分散し、水分が抽出される場合は1) 溶媒に溶ける試料に準じて測定することでもよい。また、前処理として試料を加熱し、乾燥窒素をキャリアガスとして試料溶解用混合溶媒に捕集して滴定する方法もある。

## 1-4. 蒸 留 法

### 適 用

香辛料類に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

蒸留式水分測定装置：水より比重の軽い溶媒を用いる場合には、図1-3のような簡易型を用いる。また、水より比重の重い溶媒（四塩化炭素）を用いる場合は、図1-4のような装置を用いる。

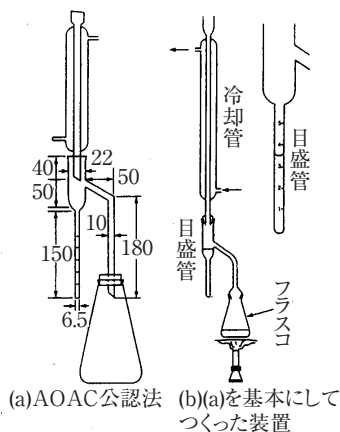


図1-3 蒸留法による水分測定用の簡易な装置  
水より比重の軽い溶媒用：数字の単位は mm

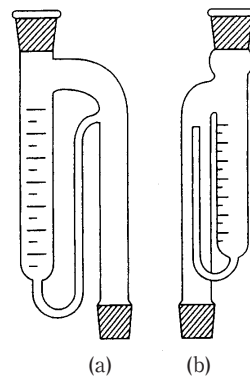


図1-4 蒸留法による水分測定装置  
水より比重の重い溶媒用の目盛り管部分の例

#### (2) 試 薬

表1-1に示す各種有機溶媒：試薬1級以上を用いる。使用前に、溶媒150 mLに対し水2～3 mLを加え、操作と同様にして水を留去し、残った溶媒を試料の測定用とする。

表 1-1 水と溶媒の共沸混合物

溶 媒	組成 (水%)	共沸点 (°C)	溶媒沸点 (°C)
四塩化炭素	4.1	66	77
クロロホルム	2.8	56.1	61
トリクロロエチレン	5.4	73.6	88~90
イソアミルアルコール	49.6	95.2	132
シクロヘキサン	9	68.95	81
ベンゼン	8.8	69.3	80
トルエン	19.6	84.1	111
<i>m</i> -キシレン	35.8	92	139

### (3) 操 作

適量の試料 (W) (注1) をフラスコに採取し、表 1-1 に示す各種有機溶媒 75 mL を加えて、装置に連結して加熱する。最初は 1 秒間に 2~3 滴の割合で、水が冷却管から滴下するように加熱する (注 2)。目盛り管の水の増加が目立たなくなったら、加熱を強め、1 秒間に 4~5 滴が滴下するようにする。水が留出しなくなったら、冷却管及び目盛り管上部に付着した水を目盛り管中に落とし (注 3)、次いで、もうしばらく蒸留を続ける (注 4)。蒸留が終了したら、目盛り管をはずし 25 °C まで冷却後、目盛の容量 (V) を 0.05 mL まで読み取る。

### (4) 計 算

$$\text{水分 (g/100 g)} = \frac{V}{W} \times 100$$

V: 蒸留した水の容量 (mL)

W: 試料採取量 (g)

### 注 解

(注 1) 試料は、水として 3~4.5 mL になるように採取することが望ましい。フラスコの口に試料が付着しないように工夫する。粘性のある試料は、1-1-3. アルミニウム箔法と同様にして採取し、試料をのばした後、筒状に巻いてフラスコ中に押し込む。

(注 2) 加熱が強すぎると、冷却管の上部まで蒸気が上がり、水が付着して回収困難となる。

(注 3) 長い針金の付いた細い洗浄ブラシ、又は針金の先に輪ゴムを巻き付けた用具を、冷却管の上部から挿入してガラス壁をこする。同時に、有機溶媒をスポイトで勢いよく注入し、付着した水を洗い落として回収する。このとき、用具は目盛管中の水に届くまで入れてはいけない。

(注 4) まだ水が留出してくる場合、(注 3) のように水の回収を行って、再び蒸留を繰り返す。

【付表】 水分定量法：食品別試料前処理法と測定方法一覧表

食 品 名	前 処 理 法	採取量	測定方法・測定条件	
1. 穀 類				
粒状	ローラーミル粗砕	3~5 g	常圧加熱・直接法	135 °C, 3 時間
粉類	混和均質化	3 g	常圧加熱・直接法	135 °C, 1 時間
パン類	予備乾燥後乳鉢粉碎	2~3 g	常圧加熱・直接法	135 °C, 1 時間
菓子パン類	詰物とパンを分けて粉碎	2~3 g	常圧加熱・直接法	135 °C, 1 時間
乾めん類	コーヒーマイル粉碎	3~5 g	常圧加熱・直接法	135 °C, 3 時間
マカロニ, スパゲッティ類	ローラーミル粗砕	3~5 g	常圧加熱・直接法	135 °C, 3 時間



生めん, ゆでめん	ポリ袋中混練り	3 g	常圧加熱・アルミ箔法	135 ℃, 2 時間
めし	同量加水, ミキサー粉碎	5 g	常圧加熱・乾燥助剤法*	135 ℃, 2 時間
もち (包装もち)	鯉節削り器, 包丁で細切り	5 g	常圧加熱・乾燥助剤法	135 ℃, 2 時間
味付けごはん類	フードプロセッサー	5 g	常圧加熱・アルミ箔法	135 ℃, 2 時間
プレミックス粉	混和均質化	3 g	常圧加熱・直接法	105 ℃, 5 時間
<b>2. いも及びでん粉類</b>				
いも類	フードプロセッサー (すりおろし用刃使用)	3 ~ 5 g	常圧加熱・乾燥助剤法	100 ℃, 5 時間
蒸し切り干し	はさみ又は包丁で細切り	5 ~ 10 g	常圧加熱・乾燥助剤法	105 ℃, 3 時間
でん粉類	混和均質化	3 g	常圧加熱・直接法	135 ℃, 1 時間
<b>3. 砂糖及び甘味類</b>				
砂糖類	混和均質化	5 g	常圧加熱・直接法 又はカールフィッシャー法	105 ℃, 3 時間
水あめ・液状糖類	混和均質化	2 ~ 3 g	減圧加熱・乾燥助剤法	100 ℃, 3 時間
はちみつ類	混和均質化	2 ~ 3 g	減圧加熱・乾燥助剤法	90 ℃, 3 時間
<b>4. 豆 類</b>				
あずき, いんげん豆類	ローラーミル粗砕	5 g	常圧加熱・直接法	135 ℃, 3 時間
ゆであずき, 煮豆類	ポリ袋中混練り	3 g	減圧加熱・乾燥助剤法	100 ℃, 恒量
さらしあん	混和均質化	3 g	常圧加熱・直接法	135 ℃, 1 時間
だいず	ローラーミル粗砕	5 g	常圧加熱・直接法	130 ℃, 2 時間
きな粉, 脱脂大豆	混和均質化	3 g	常圧加熱・直接法	130 ℃, 1 時間
豆腐類	250 μm 網上30秒水切り後 ホモジナイザー	5 g	常圧加熱・乾燥助剤法	105 ℃, 2 時間
油揚げ	フードプロセッサー細切り	3 g	常圧加熱・乾燥助剤法	100 ℃, 恒量
納豆類	チョッパー 3 回	5 g	常圧加熱・乾燥助剤法	105 ℃, 2 時間
おから	混和均質化	3 g	常圧加熱・乾燥助剤法	100 ℃, 恒量
テンペ	チョッパー 3 回	3 g	常圧加熱・乾燥助剤法	100 ℃, 恒量
みそ類 漉しみそ	混和均質化	1 g 又は	カールフィッシャー法 又は	
粒みそ	チョッパー 3 回	5 g	減圧加熱・乾燥助剤法	70 ℃, 5 時間
<b>5. 種 実 類</b>				
脂質少 (くり, ぎんなん など)	フードプロセッサー (すりおろし用刃使用)	5 g	常圧加熱・乾燥助剤法	130 ℃, 2 時間
脂質多, 大粒	コーヒーミル又は乳鉢	5 g	常圧加熱・直接法	130 ℃, 2 時間
らっかせい	ローラーミル粗砕	5 g	常圧加熱・直接法	130 ℃, 2 時間
炒り等の加工品	コーヒーミル又は乳鉢	5 g	常圧加熱・直接法	130 ℃, 2 時間
<b>6. 野菜類 (生鮮野菜)</b>				
かぼちゃ, きゅうり, だいこん, かぶなどすりおろし可能な試料	フードプロセッサー (すりおろし用刃使用)	5 ~ 7 g	減圧加熱・乾燥助剤法	70 ℃, 5 時間
葉菜類, 果菜類, さや豆類, 未熟豆類	フードプロセッサー細切り	5 ~ 7 g	減圧加熱・乾燥助剤法	70 ℃, 5 時間
缶, びん詰類	45° 傾斜, 2 分液汁切り, フードプロセッサー細切り	5 g	減圧加熱・乾燥助剤法	70 ℃, 5 時間
<b>7. 果 実 類</b>				
生果	フードプロセッサー細切り	5 g	減圧加熱・乾燥助剤法	70 ℃, 5 時間

缶, びん詰類 (除液汁)	45° 傾斜, 2分液汁切り, フードプロセッサー細切り	3~5g	減圧加熱・乾燥助剤法	70℃, 5時間
缶, びん詰類 (含液汁)	ミキサーで細切混和	3~5g	減圧加熱・乾燥助剤法	70℃, 5時間
果実飲料	ホモジナイザー又はミキ サーで均質化	3~5g	減圧加熱・乾燥助剤法	70℃, 5時間
ジャム類	同量加水ミキサー均質化	3~5g	減圧加熱・乾燥助剤法	70℃, 5時間
<b>8. きのご類</b>				
生きのご類	フードプロセッサー細切り	5g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 5時間
乾燥きのご類	コーヒーミル粉砕	2~5g	常圧加熱・直接法	105℃, 5時間
味付きのご類	フードプロセッサー細切り	5g	減圧加熱・乾燥助剤法	70℃, 恒量
<b>9. 藻 類</b>				
生	フードプロセッサー細切り	5g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 5時間
塩蔵品	付着の食塩を除去後, フー ドプロセッサー細切り	5g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 5時間
乾燥品	コーヒーミル粉砕	5g	常圧加熱・直接法	105℃, 5時間
こんぶ類 つくだ煮	フードプロセッサー細切り	5g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 恒量乾燥
<b>10. 魚 介 類</b>				
魚類	三枚おろし, チョッパー 3 回	5~7g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 5時間
貝類	可食部, チョッパー 3回	5~7g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 5時間
甲殻類	可食部, チョッパー 3回	5~7g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 5時間
その他 (いか, たこなど)	可食部, チョッパー 3回	5~7g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 5時間
缶詰類 水煮	45° 傾斜, 2分液汁切り, 固形分をチョッパー処理	5~7g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 5時間
味付け	召し上がり方などの表示に 従い, チョッパー処理			
<b>11. 肉 類</b>				
食肉及び肉製品	チョッパー処理	3~5g	常圧加熱・乾燥助剤法	135℃, 2時間
<b>12. 卵 類</b>				
生鮮卵, 卵黄, 卵白	ミキサーで短時間混和	3~5g	減圧加熱・乾燥助剤法	100℃, 恒量
ゆで卵	フードプロセッサー細切り		減圧加熱・乾燥助剤法	100℃, 恒量
<b>13. 乳 類</b>				
液状乳及びクリーム	混和, 必要に応じ加温	3g	常圧加熱・乾燥助剤法	100℃, 3時間
発酵乳, 乳酸菌飲料	ミキサー混和	3g	減圧加熱・乾燥助剤法	100℃, 恒量
アイスクリーム	軟化後混和	3g	常圧加熱・乾燥助剤法	100℃, 3時間
粉乳類	混和	2~3g	常圧加熱・直接法	100℃, 4時間
練乳類	混和, 20gを水で100mL	5mL	常圧加熱・乾燥助剤法	100℃, 4時間
チーズ類	フードプロセッサー細切り	3~4g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 4時間
<b>14. 油 脂 類</b>				
液体油脂	混和均質化	3~5g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 3時間
固体脂**	細切混和均質化	3~5g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 3時間
脂身	フードプロセッサー細切り	3~5g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 3時間
<b>15. 菓 子 類</b>				
生・半生菓子類	フードプロセッサー細切り	3~5g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 恒量

洋菓子	フードプロセッサー細切り	3～5 g	減圧加熱・乾燥助剤法	70℃, 恒量
プリン・ゼリー	ミキサー混和	3～5 g	減圧加熱・乾燥助剤法	70℃, 恒量
あられ, せんべい類	粗砕後, コーヒーミル	5 g	常圧加熱・直接法	135℃, 3時間
揚げせんべい	粗砕後, コーヒーミル	5 g	常圧加熱・直接法	105℃, 3時間
干菓子・砂糖菓子類	粗砕後, コーヒーミル	3～5 g	常圧加熱・直接法	105℃, 3時間
クッキーなどの焼菓子類	粗砕後, コーヒーミル	3～5 g	減圧加熱・直接法	100℃, 恒量
あめ玉, キャンデー類	粗砕後, コーヒーミル	4～5 g	減圧加熱・乾燥助剤法	100℃, 2時間
チョコレート類	包丁で細切り	4～5 g	減圧加熱・乾燥助剤法	70℃, 恒量
ポテトチップス	粗砕後, コーヒーミル	3～5 g	常圧加熱・直接法	100℃, 5時間
<b>16. し好飲料類</b>				
アルコール飲料***	混和	5 g	減圧加熱・乾燥助剤法	70℃, 恒量
茶類	コーヒーミル粉砕	3 g	常圧加熱・直接法	100℃, 恒量
コーヒー豆	ローラーミル又はコーヒーミル粉砕	3～5 g	常圧加熱・直接法	105℃, 恒量
コーヒー粉末	混和	5 g	常圧加熱・直接法	105℃, 恒量
コーヒー飲料	混和	3～5 g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 恒量乾燥
ココア	混和	5 g	常圧加熱・直接法	110℃, 恒量
<b>17. 調味料及び香辛料類</b>				
食塩	混和	2～3 g	常圧加熱・直接法	140℃, 90分
しょうゆ, ソース類	混和	5 g	減圧加熱・乾燥助剤法	70℃, 恒量
食酢****		3～5 g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 恒量
マヨネーズ, ドレッシング類****	混和	3～5 g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 3時間
トマト加工品類	混和	5 g	減圧加熱・乾燥助剤法	70℃, 恒量
風味調味料, 乾燥スープ	コーヒーミル粉砕	3 g	減圧加熱・直接法	70℃, 5時間
香辛料(粉体)	混和	5～10 g	蒸留法又はカールフィッシャー法	
(練り, すりおろし)	混和	2～3 g	減圧加熱・乾燥助剤法	70℃, 恒量
マスタード類	混和	2～3 g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 3時間
ラー油	混和	2～3 g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 1時間又はカールフィッシャー法
<b>18. 調理加工食品類</b>				
	形態に応じ, 主食材の前処理方法に準じ, チョッパー, フードプロセッサー, ローラーミル, コーヒーミルなどを適宜使用する	原則として 3～5 g	原則として主食材の試験方法を適用する。乾燥品はおおむね常圧加熱・直接法, 湿潤品はおおむね常圧加熱・乾燥助剤法 又は減圧加熱・乾燥助剤法	
カレー, コロッケ, ハンバーグ	フードプロセッサー	3～5 g	常圧加熱・乾燥助剤法	105℃, 恒量

\* 乾燥助剤法: 本文中の乾燥助剤添加法のこと。乾燥助剤はケイ砂。

\*\* 精製ラード, マーガリン, ショートニングなど, 規格が定められているものは, 定められた測定方法に従う。

\*\*\* 水分 = 乾燥減量 (g) - アルコール分 (g)

\*\*\*\* 水分 = 乾燥減量 (g) - 酢酸 (g)

## 2 たんぱく質

### 2-1. マクロ改良ケルダール法

#### 適用

食品全般に用いる。

#### 測定方法

##### (1) 装置及び器具

分解用加熱装置：ガス又は電熱式の分解用架台を用いる。熱源の強さは、装置自体を、ガスの場合は10分間予熱し、電熱の場合は30分間予熱し、そこに200 mLのイオン交換水と4～5粒の沸とう石を入れた分解フラスコをのせて加熱したとき、約5分間で沸き立つように調整されたものが必要である（電熱の場合、約600 W）。

ケルダールフラスコ：容量200～500 mLのものを用いる。

アンモニア蒸留装置：直接蒸留用の装置を用いる。熱源の強さは、分解用加熱装置と同様に調整する。

滴定装置：自動滴定装置（多検体を自動的に滴定できる市販品がある）を用いるか、テフロンコック付きの容量25～30 mLで、0.05 mLの刻線付きのビュレットを用いる。

##### (2) 試薬

濃硫酸：特級

分解促進剤：硫酸カリウム（特級）と硫酸銅（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 、特級）を9:1の割合で、乳鉢でよくすりつぶして混ぜ合わせる。タブレット状に成形された市販品を用いてもよい。

しょ糖：空試験に、試薬用しょ糖又は市販の精製糖を用いる。

沸とう石：1.7～1.4 mm目（10～12メッシュ）の粒度

砂状亜鉛：850  $\mu\text{m}$ 目（20メッシュ）よりも大きい粒度

中和用水酸化ナトリウム溶液：水酸化ナトリウム（特級）450 gをイオン交換水500 mLに溶解後、イオン交換水でほぼ1 Lに希釈する。市販の30～40%の溶液を使用してもよい。

4%ほう酸溶液：ほう酸（特級）40 gにイオン交換水960 mLの割合で加温溶解後、冷却する。

混合指示薬：0.1%メチルレッド（MR）と0.2%ブロムクレゾールグリーン（BCG）の95%エタノール溶液を2:1の割合で混合するが、滴定の終点近くで青緑色→汚無色→桃色の変化が明らかに起こるように、2つの指示薬溶液のいずれかを追加して調製する。

酸標準溶液：0.05 mol/Lの硫酸標準溶液を用いる。

##### (3) 操作

試料0.5～2.0 g (*W*)を0.001 gまではかってケルダールフラスコに入れる。フラスコの頸の部分に試料が付着したときは、少量のイオン交換水で洗い落とす。分解促進剤10 g、次いで濃硫酸をメスシリンダーで25 mL、沸とう石5～6粒を加え、硫酸が試料に十分に浸透するまで穏やかに振り混ぜた後、分解用加熱装置で加熱する。泡立ちが激しいときは、泡があふれ出ない程度に加熱を弱める。ケルダールフラスコの内容液が透明になってから、さらに60分加熱を続けて分解を完了させる。冷却後、イオン交換水150～200 mLをメスシリンダーで加え、25℃以下に冷却した後、少量（耳かき1杯程度）の砂状亜鉛、又は沸とう石数個を加えてから、静かに中和用水酸化ナトリウム溶液70 mLをメスシリンダーで注加し、振り混ぜずにアンモニアの直接蒸留装置に連結する。容量300 mLの三角フラスコに4%ほう酸溶液50 mLをメスシリンダーで入れ、混合指示薬5～6滴を加えて蒸留装置の出口に置く。このと

き、蒸留装置の出口はほう酸溶液中に入っているようにする。ケルダールフラスコを揺り動かして内容を混合する。所定の熱源の強さで30分間加熱蒸留し、留液が100 mL以上出たら、蒸留装置の出口をほう酸溶液の液面より離してから留出を続け、留液120~150 mLを集める。三角フラスコの内容液について、0.05 mol/L 硫酸標準溶液で滴定する。青色 → 青緑色 → 汚無色 → 桃色になったところを終点 ( $V_1$ ) とする。別に、空試験として試料の代わりに試料と同量のしょ糖を採取し、試料と同様に分解後蒸留し、次いで滴定 ( $V_2$ ) する。

#### (4) 計 算

$$\text{たんぱく質含量 (g/100 g)} = \text{窒素量 (g/100 g)} \times (\text{窒素-たんぱく質換算係数})$$

ただし、

$$\text{窒素量 (g/100 g)} = \frac{(V_1 - V_2) \times f \times 1.4}{W \times 1000} \times 100$$

$V_1$  : 本試験で中和に要した0.05 mol/L 硫酸標準溶液量 (mL)

$V_2$  : 空試験で中和に要した0.05 mol/L 硫酸標準溶液量 (mL)

$f$  : 用いた0.05 mol/L 硫酸標準溶液のファクター

$W$  : 試料採取量 (g)

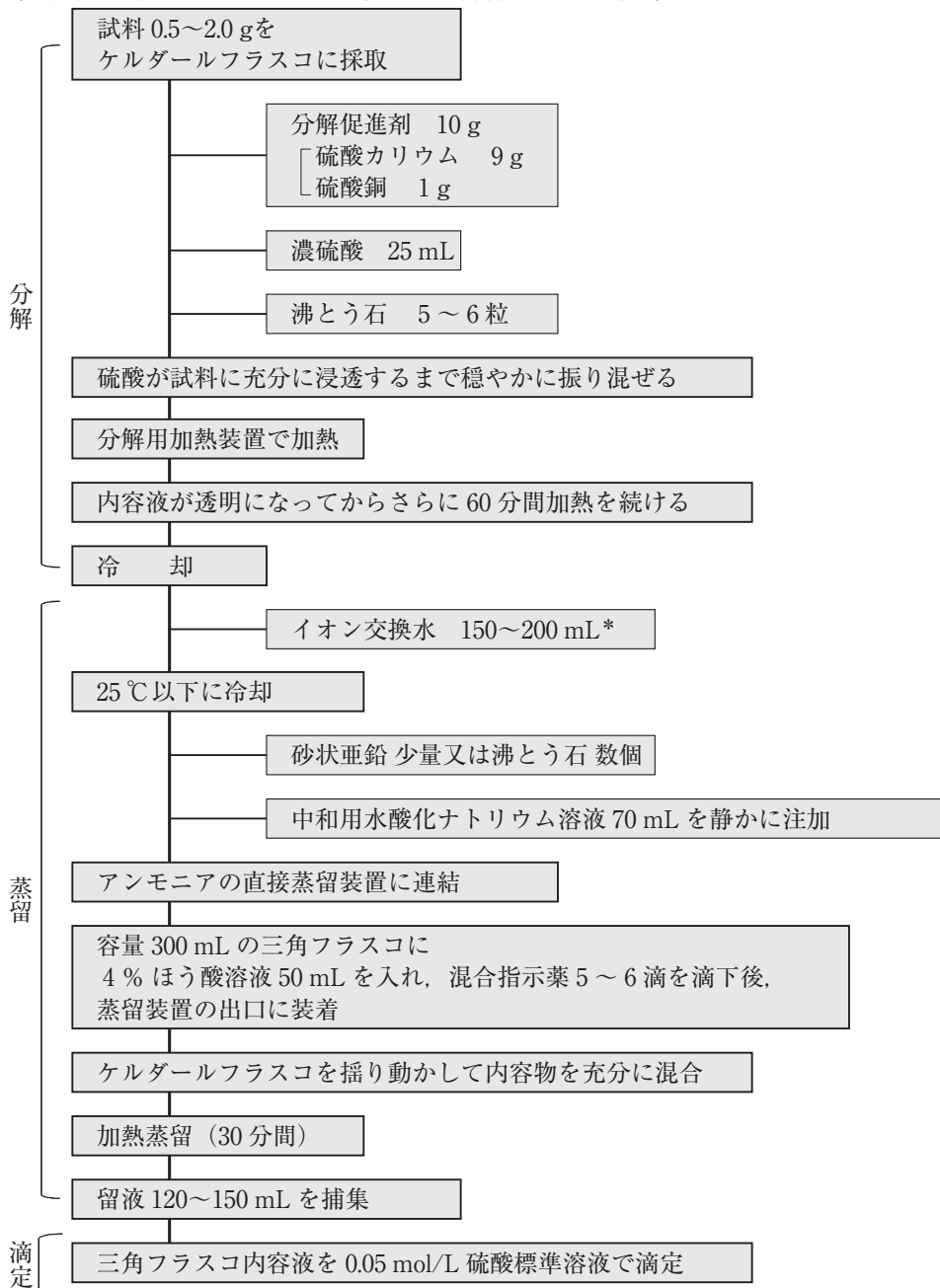
表 2-1 窒素-たんぱく質換算係数

食 品 名	換算係数
アマランサス	5.3
えんぱく (オートミール), おおむぎ, こむぎ (玄穀, 全粒粉), ライ麦,	5.83
小麦 (粉), フランスパン, うどん・そうめん類, 中華めん類, マカロニ・スパゲッティ類, ふ類, 小麦たんぱく, ぎょうぎの皮, しゅうまいの皮	5.7
小麦はいが	5.8
こめ, こめ製品 (赤飯を除く)	5.95
だいず, だいず製品 (豆腐竹輪を除く)	5.71
アーモンド	5.18
ブラジルナッツ, らっかせい	5.46
その他のナッツ類, あさ, えごま, かぼちゃ, けし, ごま, すいか, はす, ひし, ひまわり の各種実類	5.3
えだまめ, だいずもやし	5.71
らっかせい (未熟豆)	5.46
ふかひれ, ゼラチン, 腱 (うし), 豚足, 軟骨 (ぶた, にわとり)	5.55
乳, チーズを含む乳製品, その他の乳類 (シャーベットを除く), バター類, マーガリン類	6.38
しょうゆ類, みそ類	5.71

(注) 上記以外の食品は6.25の係数を用いる。

## 窒素定量法・フローチャート

(空試験は同量のしょ糖について、以下の操作を同様にを行う)



\*ここで定容し、その中から一定量を用いて以下の操作（蒸留）を行うことも可能である。



## 2-2. サリチル酸添加—マクロ改良ケルダール法

### 適用

野菜類のうち、葉菜類及び根菜類などで硝酸態窒素化合物をかなり含有する食品に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

2-1. マクロ改良ケルダール法に同じ。

#### (2) 試 薬

チオ硫酸ナトリウム五水和物：特級

粉末亜鉛：特級

サリチル酸：特級

サリチル酸硫酸溶液：サリチル酸10 g を濃硫酸300 mL に溶かしたもの

#### (3) 操 作

試料 2 g ( $W$ ) を 0.001 g まではかってケルダールフラスコに入れ、サリチル酸硫酸溶液 30~40 mL (試料 1 g に対して、サリチル酸硫酸溶液 15~20 mL) を加える。振り混ぜて混和後、ときどき振り混ぜながら 30 分間以上おいてサリチル酸のニトロ化を行う。次いで、(1) チオ硫酸ナトリウム五水和物 3 g、又は (2) 粉末亜鉛 (粒状及び華状は不可) 2 g を加え、振り混ぜて 5 分間放置する (硝酸塩が多い試料の場合、窒素の損失を防ぐためゴム栓をすることもある。白煙が消えるまで放置する)。泡立ちが静かになるまでゆっくり加熱して、ニトロ基のアミノ基への還元を行う。冷却後、2-1. マクロ改良ケルダール法に準拠するが、硫酸を加えることなく分解促進剤及び沸とう石を加え、硫酸が分解促進剤に十分に浸透するまで穏やかに振り混ぜた後、分解用加熱装置で加熱する。泡立ちが激しいときは、泡があふれ出ない程度に加熱を弱める。ケルダールフラスコの内容液が透明になってから、さらに 60 分間加熱を続けて分解を完了させる。以下、2-1. マクロ改良ケルダール法と同様に操作する。

#### (4) 計 算

$$\text{たんぱく質含量 (g/100 g)} = \{ \text{窒素量 (g/100 g)} - \text{硝酸態窒素量}^* \text{ (g/100 g)} \} \\ \times (\text{窒素} - \text{たんぱく質換算係数})$$

ただし、

$$\text{窒素量 (g/100 g)} = \frac{(V_1 - V_2) \times f \times 1.4}{W \times 1000} \times 100$$

$V_1$  : 本試験で中和に要した 0.05 mol/L 硫酸標準溶液量 (mL)

$V_2$  : 空試験で中和に要した 0.05 mol/L 硫酸標準溶液量 (mL)

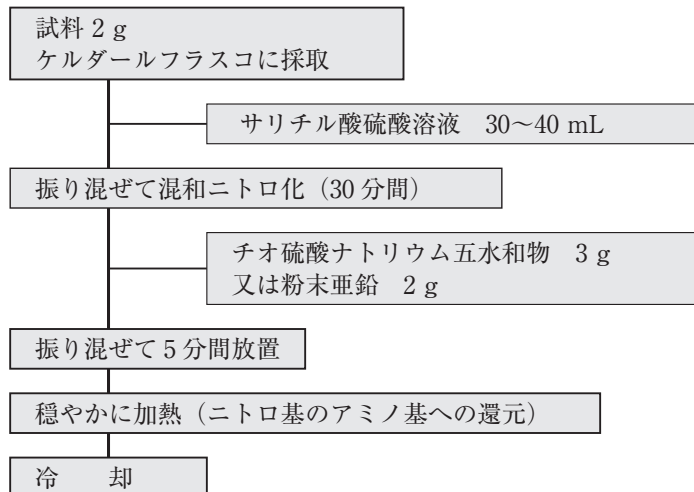
$f$  : 用いた 0.05 mol/L 硫酸標準溶液のファクター

$W$  : 試料採取量 (g)

\* 硝酸態窒素量は、第 7 章 42. 硝酸イオンの窒素量から求めた値を用いる。

## 全窒素定量法・フローチャート —サリチル酸添加—マクロ改良ケルダール法—

(空試験は同量のしょ糖について、以下の操作を同様に行う)



以下、2-1. マクロ改良ケルダール法の場合と同じ

### 2-3. 自動分析装置を用いる方法

市販の装置を用いて定量を行う。原理は、2-1. 及び2-2. の改良ケルダール法と同じであり、ケルダール法による分解装置と自動蒸留・滴定装置とを組み合わせ、自動窒素たんぱく質分析装置あるいは連続式窒素/たんぱく質迅速定量装置として市販されている。

操作方法は、装置に付属の説明書に従う。

### 2-4. 燃焼法 (改良デュマ法)

#### 適用

食品全般に用いる。

#### 測定方法

##### (1) 装置及び器具

燃焼法全窒素測定装置 (注1): 次の能力を有するもの

- ① 酸素 (純度 99.9 % 以上のもの) 中で試料を熱分解するため、最低 870 °C 以上の操作温度を保持できる燃焼炉をもつこと。
- ② 熱伝導度検出器による窒素 (N<sub>2</sub>) の測定のため、遊離した窒素 (N<sub>2</sub>) を他の燃焼生成物から分離することができる構造をもつこと。
- ③ 窒素酸化物 (NO<sub>x</sub>) を窒素 (N<sub>2</sub>) に変換する機構をもつこと。
- ④ ニコチン酸を用いて 10 回繰り返し測定したときの窒素分の平均値が、理論値 ± 0.15 % であり、相対標準偏差が 1.3 % 以下であること。

## (2) 試 薬

検量線作成用標準品：エチレンジアミン四酢酸 (EDTA)，DL-アスパラギン酸など。純度99 % 以上で窒素率が記載されたもの (注2)。

ニコチン酸：純度 99 % 以上のもの

使用装置に必要な試薬：還元剤，除湿剤など

## (3) 操 作

固形の試料の場合，粉砕機で粉砕し均質化する。試料の適量 (注3) を 0.1 mg 以下の単位まで正確にはかりとり，装置に適した方法で測定する。あらかじめ 0.1 mg 以下の単位まで正確にはかりとった検量線作成用標準品を測定して得られた検量線から試料中の窒素含量 (g/100 g) を算出する。

## (4) 計 算

たんぱく質含量 (g/100 g) = 窒素量 (g/100 g) × (窒素 - たんぱく質換算係数)

$$\text{窒素量 (g/100 g)} = \frac{A/1000 \times 100}{W}$$

A：検量線から検出した N (mg)

W：試料採取量 (g)

### 注 解

(注1) 乾燥スープ，しょうゆ類など塩分濃度が高い試料を測定する場合は，ナトリウムの酸化物，遊離した塩素などによる腐食を防止する対策がとられていること。

(注2) ニコチン酸を除く，他の同純度の標準品を用いることもできる。

(注3) 通常 200～500 mg を採取する。

## 3 脂 質

### 3-1. ソックスレー抽出法（1）

#### 適 用

種実類（多脂質）、香辛料類（粉末）に用いる。

#### 測定方法

##### （1）装置及び器具

電気恒温槽：温度調節範囲50～80℃のもの

電気定温乾燥器：温度調節範囲80～120℃のもの

ソックスレー抽出器：ガラス製のものを用い、試料量に応じて抽出管及び脂肪びんの容量を選択する（注1）。

円筒ろ紙：抽出管の大きさに応じて選択する（注2）。

##### （2）試 薬

ジエチルエーテル：特級

##### （3）操 作

試料（ $W$ ）をはかりとって円筒ろ紙に入れる（注3）。試料の上に脱脂綿を軽く詰めた後、100～105℃の電気定温乾燥器で1～2時間乾燥する。乾燥後、円筒ろ紙を抽出管に入れ、冷却管に連結する。あらかじめ恒量（ $W_0$ ）を求めておいた脂肪びんにジエチルエーテルを約2/3入れ、抽出管を連結して電気恒温槽上で8～16時間抽出を行う。抽出終了後、抽出管をとりはずして円筒ろ紙をピンセットで抜き出し、再び冷却管に連結して電気恒温槽上で加温し、脂肪びん中のジエチルエーテルがほとんど全部抽出管に移ったならば、脂肪びんをとりはずす（注4）。脂肪びんは横にしてなお加温するか、細いガラス管を用いて清浄空気を吹きつけるかして、ジエチルエーテルの残りを完全に除く。脂肪びんの外側をガーゼ又はタオルで拭き、100～105℃の電気定温乾燥器で1時間乾燥し、デシケーターに移し1時間放冷後、質量をはかる（ $W_1$ ）（注5）。

##### （4）計 算

$$\text{脂質含量 (g/100 g)} = \frac{W_1 - W_0}{W \times 100}$$

$W_0$ ：恒量とした脂肪びん質量（g）

$W_1$ ：脂質を抽出した乾燥後の脂肪びん質量（g）

$W$ ：試料採取量（g）

#### 注 解

（注1）小型抽出管（内径23～25 mm）、脂肪びんの容量60～80 mL、冷却管は玉数5～10個付きのものを使用する。中型の場合は脂肪びんの容量160 mL、どちらもすり合わせのよいものを用いる。

（注2）（注1）に記述したソックスレー抽出器の小型には直径20 mm、高さ90 mmのものを用い、中型には直径35 mm、高さ120 mmのものを用いる。

（注3）試料は円筒ろ紙の容積の2/3以上を占めてはいけない。

（注4）ジエチルエーテルの留去にロータリーエバポレーターを用いてもよい。

（注5）脂肪びん中の脂質に不溶物が含まれる場合、エーテルや石油エーテルなどの適切な溶媒でフラ

スコ内の回収物を恒量にした別のフラスコに移し、溶媒留去後に同様の乾燥条件で乾燥してはかる。もしくは、適切な溶媒で分液漏斗などに全量移し、水による洗浄操作を2～3回行った後、硫酸ナトリウム（無水）などで脱水ろ過しながらエーテル層をフラスコに集め、溶媒を留去して同様の乾燥条件で乾燥してはかる。

### 3-2. ソックスレー抽出法（2）

#### 適用

魚介類、肉類、香辛料類（練り）に用いる。

#### 測定方法

##### （1）装置及び器具

3-1. ソックスレー抽出法（1）に同じ。

##### （2）試 葉

ジエチルエーテル：特級

ケイソウ土：市販品

ケイ砂：500～800 μm、市販品をそのまま用いる。

硫酸ナトリウム（無水）：特級

##### （3）操 作

試料（IV）をビーカー（50 mL）にはかりとり、ケイソウ土2～3 gを加え、ガラス棒でかき混ぜながら水浴上や乾燥器で乾燥する。乾燥後、内容物を乳鉢に移し、ケイ砂及び硫酸ナトリウム（無水）をそれぞれ2～3 g加え、乳鉢ですりつぶす。磨砕した試料を円筒ろ紙に入れる。ビーカー、ガラス棒、乳鉢及び乳棒はジエチルエーテルを含ませた脱脂綿でよく拭き、脱脂綿も円筒ろ紙に入れる。以下、3-1. ソックスレー抽出法（1）と同様に操作する（注1）。

##### （4）計 算

3-1. ソックスレー抽出法（1）に同じ。

#### 注 解

（注1）ただし、試料を入れた円筒ろ紙の乾燥を行わない。

### 3-3. ソックスレー抽出法（3）

#### 適用

果汁類、砂糖類、キャンデー類、ゼリーなどに用いる。

#### 測定方法

##### （1）装置及び器具

3-1. ソックスレー抽出法（1）に同じ。

##### （2）試 葉

ジエチルエーテル：特級

7% 硫酸銅溶液：硫酸銅五水和物（特級）70 gを水に溶かして1 Lとする。

1% 水酸化ナトリウム溶液：水酸化ナトリウム10 gを水に溶かして1 Lとする。

##### （3）操 作

試料（IV）をビーカー（200 mL）にはかりとり、水100 mLを加えて加温し、ガラス棒でかき混ぜながら試料を溶解する。7% 硫酸銅溶液約10 mLを加えてかき混ぜ、次いで1% 水酸化ナトリウム溶液を微酸性～中性になるまで滴下する（注1）。静置して水酸化銅の沈澱を生成させる（注2）。沈澱をろ

紙（JIS 5種 A）でろ過し（注3），ビーカーに移して乾燥する（注4）。ろ紙及び内容物を円筒ろ紙に入れる。ビーカー，ガラス棒はジエチルエーテルを含ませた脱脂綿でよく拭き，脱脂綿も円筒ろ紙に入れる。以下，3-1. ソックスレー抽出法（1）と同様に操作する。

#### （4）計 算

3-1. ソックスレー抽出法（1）に同じ。

#### 注 解

（注1）pH 6前後がよい。pH 試験紙で確認する。

（注2）1%水酸化ナトリウム溶液を入れても沈澱が生じないときは，再度，7%硫酸銅溶液を加え，微酸性になるまで1%水酸化ナトリウム溶液を加えて沈澱をつくる。

（注3）ろ過後，約200 mLの水を数回に分けて沈澱を洗浄する。ビーカー，ガラス棒も洗い，その液もろ過する。

（注4）水分が残っているとジエチルエーテルに溶解込み，値を高くするので，完全に水分を蒸発させること。

### 3-4. ソックスレー抽出法（4）

#### 適 用

みそ類，納豆類に用いる。

#### 測定方法

##### （1）装置及び器具

3-1. ソックスレー抽出法（1）に同じ。

##### （2）試 薬

3-2. ソックスレー抽出法（2）に同じ。

##### （3）操 作

試料（*W*）をビーカー（200 mL）にはかりとり，水100 mLを加えて加温し，ガラス棒でかき混ぜながら試料をけん濁する。ケイソウ土2～3 gを加えてかき混ぜながら桐山漏斗で手早く吸引ろ過する（注1）。ろ紙上の残留物を熱水で十分に洗浄（注2）した後，漏斗ごとホットプレートや乾燥器を用いて乾燥する。漏斗の残留物をろ紙ごと乳鉢に移し，ケイ砂，硫酸ナトリウム（無水）を適宜加えて乳棒ですりつぶし，中型円筒ろ紙に入れる。乳鉢，乳棒はジエチルエーテルを含む脱脂綿でよく拭き，脱脂綿も円筒ろ紙に入れる。以下，3-1. ソックスレー抽出法（1）と同様に操作する。

##### （4）計 算

3-1. ソックスレー抽出法（1）に同じ。

#### 注 解

（注1）あらかじめ，桐山漏斗（口径90 mm）に桐山漏斗用ろ紙（JIS 5種 A，直径60 mm）を敷き，ビーカーに約50 gのケイソウ土をとり，水を加えてかき混ぜながら手早くろ紙上にあげ，ケイソウ土層をつくっておく。

（注2）水溶性物質が除けるよう，ろ液300 mLになる程度まで洗浄する。

### 3-5. 酸分解法

#### 適 用

穀類及びその加工品，いも及びでん粉類，菓子類，種実類（低脂質），豆類（だいずを除く），野菜類，果実類，きのこ類，藻類，茶類，ソース類，トマト加工品類に用いる。



## 測定方法

### (1) 装置及び器具

電気定温乾燥器：3-1. ソックスレー抽出法（1）に同じ。

水浴：温度調節範囲50～100℃のもの

ロータリーエバポレーター

遠心分離機（マジョニア管用）（注1）

マジョニア管（注2）

脂肪びん：容量130～150 mL 程度で、できるだけ軽量化したもの。

漏斗：径40 mm 程度の小型のもの

分液漏斗：短脚のスキープ型

### (2) 試 薬

塩酸：特級（35～37 %）

塩酸溶液①：粉体，乾燥試料用。塩酸25容にイオン交換水11容を加えて調製する。

塩酸溶液②：ココア，チョコレート用。塩酸2容にイオン交換水1容を加えて調製する。

エタノール：特級

ジエチルエーテル：特級

石油エーテル：特級

ジエチルエーテル-石油エーテル混液（1：1 v/v）に混和する。

硫酸ナトリウム（無水）：特級

### (3) 操 作

試料（ $W$ ）を容量50 mL ビーカーにはかりとり（注3），エタノール2 mL を加えてガラス棒でよくかき混ぜる（注4）。次いで，多水分試料のときは濃塩酸，乾燥試料のときは塩酸溶液①，ココア，チョコレートなどは塩酸溶液②を10 mL 加えて充分にかき混ぜ，ビーカーを時計皿で覆って70～80℃の水浴中で30～40分間加温し，その間ときどきかき混ぜる。放冷後，内容物をマジョニア管に移し，ビーカーとガラス棒は少量の水とエタノール10 mL で洗い，さらにジエチルエーテル25 mL で洗浄し，いずれの洗浄液もマジョニア管に入れる（注5）。

マジョニア管の栓をして軽く振って混和した後，栓をゆっくり回してジエチルエーテルのガスを抜く。再び栓をして栓の頭部を指で押さえ，30秒間振り混ぜる。ガス抜き操作後，石油エーテル25 mL を加え，同様にして30秒間激しく振り混ぜる。ガスを抜き，マジョニア管用遠心分離器にかけ，エーテル混液層と水層を分離させる。分離した後，マジョニア管を傾けてエーテル混液層だけを栓に伝わらせながら，あらかじめ水30 mL を入れた分液漏斗に移す。残った水層にジエチルエーテル-石油エーテル混液（1：1 v/v）30 mL を加え，前と同様に操作してエーテル混液層を分液漏斗に移す。この操作を2回繰り返した後，マジョニア管の口の部分と栓をエーテル混液で洗い，これも分液漏斗のエーテル混液に合わせる。分液漏斗のエーテル混液と水を充分に振り混ぜた後，静置して分離した水層を捨てる。エーテル混液に水30 mL を加え，同様に操作する。この操作を2回行う。

漏斗に，JIS 5種 A のろ紙を折って入れ，この中に硫酸ナトリウム（無水）約10 g をのせたものを準備し，ここへ，水洗が終わったエーテル混液を分液漏斗から流下させ，脱水，ろ過する。受器には質量既知の脂肪びん（ $W_0$ ）を用いる。分液漏斗及び漏斗はジエチルエーテル約20 mL で洗い，これも同様に脱水，ろ過してエーテル混液と合わせる。脂肪びんをロータリーエバポレーターに接続し，エーテル混液を充分に留去する（注6）。脂肪びんをガーゼ又はタオルで拭き，100～105℃の電気定温乾燥器で1時間乾燥後，デシケーターで1時間放冷し質量をはかる（注7）。恒量（ $W_1$ ）になるまで，乾燥，放

冷を繰り返す。

#### (4) 計 算

3-1. ソックスレー抽出法 (1) に同じ。

#### 注 解

(注1) マジョニア管を1000回転/分ぐらいで遠心分離できるもの。

(注2) マジョニア管は細いくびれの部分から下の容量は約25 mLにつくられている。くびれより下に水層，上にエーテル層を分離し，管を傾けるとエーテル層のみを流出させることができる。すわりの悪い形なので，安定に静置できるように支持台を用意する。

(注3) 乾燥試料として1～2 gに相当するように試料を採取する（例えば，生めん類，卵類は5 g，野菜類は8 g）。また，ビーカーを用いず直接マジョニア管に採取できる試料については，直接採取し，エタノール，塩酸で壁に付着した試料を洗い入れ，マジョニア管を水浴中に入れて加温分解することもできる。

(注4) エタノールの添加は，後で塩酸を加えたとき，乾燥試料が塊状になるのを防ぐためである。液状試料，多水分試料の場合に入れなくてもよい。

(注5) 水層の液量はマジョニア管のくびれの少し下までであることが望ましい (22～23 mL)。

(注6) エーテル混液をほとんど留去した残留物中に，黒いタール状のものが認められるときは，分解物が水とともに混入したためであり，定量値増大の誤差となるので，ジエチルエーテル-石油エーテル混液 (1 : 1 v/v) 20 mLを加えて加温溶解し，ろ過して混液を別の脂肪びんに集める。もとの脂肪びんは混液で数回洗浄し，同様にして別の脂肪びんに集め，混液の留去操作を行う。

(注7) 脂肪含量の少ないもの（例えば，でん粉類）は，重い脂肪びんでは測定誤差が生じやすいので，混液の留去操作で液量が少なくなったときは，軽い容器（例えば，アルミカップ，小容量の脂肪びん，小ビーカーなど）に移し替えたのち混液の留去操作を行ったほうがよい。

### 3-6. クロロホルム-メタノール混液抽出法

#### 適 用

卵類，だいず及びだいず加工品類に用いる。

#### 測定方法

##### (1) 装置及び器具

電気定温乾燥器：3-1. ソックスレー抽出法 (1) に同じ。

水浴：3-5. 酸分解法に同じ。

ロータリーエバポレーター

遠心分離機：容量50 mLの遠心管が4～8本かけられるもの

遠心管：共栓ガラス遠心管で，容量50 mL，直径35 mm，高さ100 mmぐらいのもの

抽出装置：冷却管と共通すり合わせ三角フラスコ（容量200 mL）からなるもの

フラスコ：なす形フラスコまたはなし形フラスコ。共通すり合わせ共栓付き，容量200 mLのもの

はかりびん：直径45 mm，高さ45 mmで蓋付きのガラス製

ガラスろ過器：ブフナー漏斗型11G 3，ろ過板直径40 mm，容量60～100 mLのもの

##### (2) 試 薬

クロロホルム：特級

メタノール：特級

クロロホルム-メタノール混液 (2 : 1 v/v)

石油エーテル：特級

硫酸ナトリウム（無水）：特級

### (3) 操 作

試料 ( $W$ ) を共栓三角フラスコにはかりとり (注1)、クロロホルム-メタノール混液 (2:1 v/v) 60 mL を加え、フラスコと冷却管を接続後、60℃の水浴中で穏やかに沸とうを始めた後、約1時間加温し、この間ときどき静かに振り混ぜて抽出を行う。抽出終了後、冷却管からフラスコをとりはずし、ガラスろ過器を用いてなす形フラスコ又はなし形フラスコへ抽出した混液をろ過する。次いで、混液で抽出に用いた三角フラスコとガラスろ過器中の試料を洗う (注2)。捕集した混液をロータリーエバポレーターで留去する (注3)。

冷却後、石油エーテル25 mL を正確に加え、次いで、硫酸ナトリウム（無水）約15 g を加え、直ちに栓をして1分間振り混ぜた後、石油エーテル層を共栓遠心管に移し、遠心分離を行う。あらかじめ恒量 ( $W_0$ ) としたはかりびんに石油エーテル層10 mL を正確にはかりとり、水浴上で石油エーテルを留去する。はかりびんを100~105℃の電気定温乾燥器で30分間乾燥し、デシケーター中で40~45分間放冷し、恒量 ( $W_1$ ) とする。

### (4) 計 算

$$\text{脂質含量 (g/100 g)} = \frac{(W_1 - W_0) \times 2.5}{W} \times 100$$

$W_0$ : 恒量とした脂肪びん質量 (g)

$W_1$ : 脂質を抽出した乾燥後の脂肪びん質量 (g)

$W$ : 試料採取量 (g)

2.5: 石油エーテル25 mL 中の10 mL を分取したための係数

### 注 解

(注1) 多水分試料には適量のケイソウ土を加えて分散させ、乾燥試料には2~3 mL の水を加える。

(注2) ガラスろ過器の中に7 cm ぐらいの細いガラス棒を入れておき、ときどき試料をかき混ぜながら混液で洗う。フラスコは5 mL ずつ3回ぐらい洗い、次いで、30 mL ぐらいを用いて試料およびガラスろ過器を効率よく洗うようにする。

(注3) 完全に乾固してしまうと石油エーテルに溶けにくくなり、定量値が低くなるおそれがある。蒸発の程度は、内容物がフラスコを傾けたときドロッと動くぐらいがよい。

## 3-7. レーゼゴットリーブ法

### 適 用

乳及び乳製品類に用いる (注1)。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

抽出管：レーリッヒ管またはマジョニア管

電気定温乾燥器：3-1. ソックスレー抽出法 (1) に同じ。

水浴：3-5. 酸分解法に同じ。

ロータリーエバポレーター

脂肪びん：容量200~250 mL のもの

## (2) 試 薬

アンモニア水：特級，28 %

エタノール：特級

ジエチルエーテル：特級

石油エーテル：特級

ジエチルエーテル-石油エーテル混液（1：1 v/v）

## (3) 操 作

試料（ $W$ ）を抽出管にはかりとり（注2），全体が10～11 mLになるように水を加え，振り混ぜて試料を完全に溶解させる。アンモニア水 2 mLを加え，栓をして十分に混合する（注3）。エタノール 10 mLを加えて栓をしてよく混合する。次いで，ジエチルエーテル 25 mLを加え，栓をして軽く振って混和した後，栓をゆっくりまわしてエーテルガスを抜く。再び栓をして交互に上下を逆さにしながら，1分間激しく振り混ぜる。ガス抜きをして栓をとり，石油エーテル 25 mLを栓及び抽出管の内側をすすぎながら加える。再び栓をして 30秒間激しく振り混ぜる。ガス抜き栓を開放状態にして，上層が透明になり水層とはっきり分離するまで静置する。栓をとり，栓及び抽出管の内側をエーテル混液数 mLですすぎ，すべてのすすぎ液を管内に注ぎ込む。抽出管の溶媒取り出し口のcockを開き（注4），あらかじめ恒量（ $W_0$ ）にした脂肪びんに移し，残りの水層にジエチルエーテル-石油エーテル混液（1：1 v/v） 30 mLを加え，1回目と同様にして2回目の抽出を行う。抽出は計3回行う。抽出液を先の脂肪びんに合わせ，ロータリーエバポレーターでエーテル混液を留去する。脂肪びんの外側をガーゼ又はタオルで拭き，乾燥した清浄空気（又は窒素）を吹き込んでエーテル液を完全に蒸発させた後，100～105℃の乾燥器に入れ，1時間乾燥する。デシケーター中で放冷し恒量（ $W_1$ ）を求める。

## (4) 計 算

3-1. ソックスレー抽出法（1）に同じ。

### 注 解

（注1）この方法は乳，練乳，粉乳，クリームなどの脂質定量法として国際標準化機構（ISO）においてはISO 勧告として，国連食糧農業機関/世界保健機関（FAO/WHO）においては，乳及び乳製品基本法の国際検査法として，AOAC Internationalにおいては公認分析法として，それぞれ採用されている。

（注2）脂質含量として0.3～0.6 g ぐらいが適当である。

（注3）必要に応じ，60℃ ぐらいの水浴中で20～30分間加温するとよい（例：粉乳）。

（注4）抽出管としてのマジョニア管を使用したときは，3-5. 酸分解法の操作に従って抽出液を分離，採取する。

## 3-8. 酸・アンモニア分解法（注1）

### 適 用

チーズ類に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

ホットプレート

その他のものは，3-5. 酸分解法に同じ。

#### (2) 試 薬

アンモニア水溶液：アンモニア水（特級，28 %）1 容と水 9 容を混和したもの

塩酸：特級（35～37 %）

ジエチルエーテル：特級

石油エーテル：特級

ジエチルエーテル-石油エーテル混液（1：1 v/v）

硫酸ナトリウム（無水）：特級

### （3）操 作

試料（*W*）を100 mL コニカルビーカーにはかりとり、アンモニア水溶液10 mL を加え、ガラス棒でよくつぶして均質の乳濁液にする（注2）。塩酸11 mL を加え、時計皿で蓋をして、ときどきかき混ぜながらホットプレートで加熱分解する（注3）。冷却後、分解物をマジョニア管に移し、ビーカー、ガラス棒を少量の水で洗い、洗液も分解液と合わせる（注4）。以下、3-5. 酸分解法と同様に操作する。

### （4）計 算

3-1. ソックスレー抽出法（1）に同じ。

#### 注 解

（注1）別名 Schmid-Bondzski-Ratzlaff 法といい、酸分解法とレーゼゴットリーブ法を組み合わせた方法で、乳等省令ではプロセスチーズなどに適用されている。

（注2）溶けにくいときには、時計皿で蓋をして水浴上で温めながらつぶす。

（注3）電気コンロにセラミック板を敷いて突沸しないように注意しながら加熱してもよい。加熱は穏やかに沸とうし始めてから5～6分間程度が目安である。分解が充分に進むと酸分解法と同様に分解溶液がサラサラとした感じの褐色液体になる。純粋なチーズの場合、あまり濃い色はつかない。

（注4）マジョニア管の頸以下におさまる程度（22～23 mL）に液量を加減する。もし、液量が多くなりそうなときは、コニカルビーカーを水浴上に置き、時計皿をとって水分を蒸発させる。

## 3-9. 液-液抽出法

#### 適 用

しょうゆ類、食酢類（醸造）、めんつゆに用いる。

#### 測定方法

### （1）装置及び器具

電気定温乾燥器：3-1. ソックスレー抽出法（1）に同じ。

ロータリーエバポレーター

脂肪びん：容量150～200 mL のもの

分液漏斗：スキープ型，容量150～200 mL のもの

### （2）試 薬

エタノール：特級

ジエチルエーテル：特級

石油エーテル：特級

硫酸ナトリウム（無水）：特級

### （3）操 作

試料（*W*）を容量50 mL のビーカーにはかりとり、水約20 mL とエタノール約10 mL を用いて分液漏斗に移し入れる。これにジエチルエーテル25 mL を加えて30秒間激しく振り混ぜる。次いで、石油エーテル25 mL を加えて同様に30秒間激しく振り混ぜ、静置してエーテル層と水層を分離する。水層は別の分液漏斗に移し、ジエチルエーテル15 mL 及び石油エーテル15 mL を加えて30秒間激しく振り混

ぜ、静置してエーテル層と水層を分離し、水層は捨てる。エーテル層に先のエーテル抽出液を合わせ、さらに水20～30 mLを加えて振り混ぜ、静置してエーテル層と水層を分離する。水層は捨て、残ったエーテル層に水20～30 mLを加え、同様の操作を行う（注1）。

漏斗に、JIS 5種 A のろ紙を折って入れ、この中に硫酸ナトリウム（無水）約15 gをのせたものを用意し、ここへ水洗の終わったエーテル混液を分液漏斗から静かに流下させ、脱水、ろ過する。ろ液は、あらかじめ恒量（ $W_0$ ）にした脂肪びんに受ける。分液漏斗及び漏斗はジエチルエーテル約20 mLで洗い、これも同様に脱水、ろ過してエーテル混液と合わせる。脂肪びんをロータリーエバポレーターに接続し、エーテル混液を十分に留去する。脂肪びんの外側をガーゼ又はタオルで拭き、105℃の電気定温乾燥器で1時間乾燥後、デシケーターで50～60間放冷し質量をはかる。恒量（ $W_1$ ）になるまで、乾燥、放冷を繰り返す。

#### （4）計 算

3-1. ソックスレー抽出法（1）に同じ。

#### 注 解

（注1）エーテル層、水層の濁りがなくなるまで行う。通常3～4回程度。

#### 【附表】 脂質定量法：食品別試料採取量と測定方法一覧表

試料の前処理法：できるだけ細かく粉碎し、均質化する。原則として、水分の定量時に用いた方法によるが、ローラーミル粗砕試料はさらにコーヒーミルなどで細かく粉碎する。

食 品 名	試料採取量	測定方法
1. 穀 類		
粉体	1～2 g	酸分解法、塩酸溶液①使用
めし、ゆでめんなどの多水分試料	4～5 g	酸分解法、濃塩酸使用
2. いも及びでん粉類		
粉状	2～3 g	酸分解法、塩酸溶液①使用
生（多水分）	4～5 g	酸分解法、濃塩酸使用
3. 砂糖及び甘味類		
固体粉状	5～10 g	加水溶解、ソックスレー抽出法（3）
水あめ・液状糖類、はちみつ類	10～15 g	加水溶解、ソックスレー抽出法（3）
4. 豆 類		
だいずを除く一般の豆類	1～2 g	酸分解法、塩酸溶液①使用
だいず、きな粉、豆腐	2～5 g	クロロホルム-メタノール混液抽出法
みそ、納豆類	3～10 g	ソックスレー抽出法（4）
5. 種 実 類		
脂質少（くり、ぎんなんなど）	2～3 g	酸分解法、塩酸溶液①使用
脂質多（らっかせい、アーモンドなど）	1～2 g	ソックスレー抽出法（1）
6. 野 菜 類		
全般	3～5 g	酸分解法、濃塩酸使用
7. 果 実 類		
全般	5～7 g	酸分解法、濃塩酸使用
果汁	5～7 g	ソックスレー抽出法（3）
8. きのご類		
全般	5～7 g	酸分解法、濃塩酸使用
乾燥品	3～5 g	酸分解法、塩酸溶液①使用
9. 藻 類		
生、湯通し塩蔵品	5～7 g	酸分解法、濃塩酸使用



乾燥品	3～5g	酸分解法, 塩酸溶液①使用
10. 魚介類		
全般	3～5g	ソックスレー抽出法(2)
11. 肉類		
全般	3～5g	ソックスレー抽出法(2)
12. 卵類		
生, ゆで卵など	3～5g	クロロホルム-メタノール混液抽出法
乾燥卵など	2～3g	クロロホルム-メタノール混液抽出法
13. 乳類		
乳及び乳製品全般	1～5g	レーゼゴットリーブ法
チーズ	1～2g	酸・アンモニア分解法
14. 油脂類		
液体, 固体脂	5～10g	計算。脂質含量=100-(水分+石油エーテル不溶分)
脂身	1～2g	ソックスレー抽出法(2)
15. 菓子類		
穀粉使用の菓子類全般	2～3g	酸分解法, 塩酸溶液①使用
あめ玉, キャンデー類, ゼリー	5～10g	加水溶解, ソックスレー抽出法(3)
ココア, チョコレート	1～2g	酸分解法, 塩酸溶液②使用
砂糖菓子類	5～10g	加水溶解, ソックスレー抽出法(3)
ポテトチップス	1～3g	ソックスレー抽出法(1)
16. し好飲料類		
果汁入り清涼飲料類	10～30g	ソックスレー抽出法(3)
アルコール飲料類	10～30g	ソックスレー抽出法(3)
乳成分を含むもの	5～7g	レーゼゴットリーブ法
コーヒー 豆, 粉末	2～3g	ソックスレー抽出法(1) 溶媒: 石油エーテル使用
浸出液	10～30g	ソックスレー抽出法(3)
茶葉類	2～3g	酸分解法, 塩酸溶液①使用
浸出液	10～30g	ソックスレー抽出法(3)
17. 調味料及び香辛料		
しょうゆ類, めんつゆ類, 食酢など	10～30g	液-液抽出法
マヨネーズ, ドレッシング類	2～3g	ソックスレー抽出法(1)
トマト加工品	3～5g	酸分解法, 塩酸溶液①使用
香辛料 粉末	2～3g	ソックスレー抽出法(1)
練り, すりおろし	3～5g	ソックスレー抽出法(2)
18. 調理加工食品類	2～7g	原則として主食材の試験方法を用いる

## 4 炭水化物

### 4-1. 差引き法

#### 適用

食品全般（魚介類，肉類及び卵類を除く）に用いる。

#### 測定方法

100 g から水分，たんぱく質，脂質及び灰分の合計 g 数を差し引く。硝酸イオン，アルコール分，酢酸，タンニン，カフェイン，テオブロミン又はポリフェノールを含む食品では，これらも差し引く。

### 4-2. アンスロン-硫酸法（全糖）

#### 適用

魚介類，肉類及び卵類に用いる。

#### 測定方法

##### (1) 装置及び器具

分光光度計

ホモジナイザー

遠心管

共栓試験管

遠心分離機

全量フラスコ

水浴

分注器

マイクロピペット

##### (2) 試薬

トリクロロ酢酸：特級

アンスロン：特級

ブドウ糖：特級

10 % (w/v) トリクロロ酢酸溶液：トリクロロ酢酸10 g を水で100 mL とする。

5 % (w/v) トリクロロ酢酸溶液：トリクロロ酢酸5 g を水で100 mL とする。

0.2 % (w/v) アンスロン溶液：アンスロン200 mg を75 % (v/v) 硫酸で100 mL とする（用時調製）（注1）。

##### (3) 試料調製

可食部又は必要部位をとり，包丁で細かく刻み，たたいて均質試料とする。

##### (4) 試料溶液の調製

試料5 g (*W*) をホモジナイザーのカップにとり，氷水で冷却した10 % (w/v) トリクロロ酢酸溶液を試料の2倍量加え，ホモジナイズ（10000回転/分，3分間）後に，遠心管に移す。ホモジナイザーのカップ及び刃を5 % (w/v) トリクロロ酢酸溶液20 mL で洗浄し，洗液を遠心管に集める。2000回転/分で5分間遠心分離し，上澄み液を容量200 mL 全量フラスコに集める。沈澱物に，試料の4倍量の5 % (w/v) トリクロロ酢酸を加え，上述のホモジナイズからの操作をさらに2回繰り返す，上澄み液

を集め水で200 mL 定容 (V) とし、ろ過した液を測定用試料溶液とする。

#### (5) 操 作

0.2% (w/v) アンスロン溶液10 mL を分注器で正確に共栓試験管にとり、氷水で十分に冷却しておく。氷水中で冷却しながら試料溶液 1 mL を正確にアンスロン溶液の上に層になるように静かに注ぎ込み、直ちに激しく振り混ぜる。栓をして沸とう水浴中で10分間加熱後、冷水で冷却する。620 nm で吸光度を測定する。同様にブドウ糖 (0.02~0.08 mg/mL) について行い、検量線を作成する。全糖はブドウ糖として算出する。

#### (6) 計 算

$$\text{全糖含量 (g/100 g)} = \frac{A \times V \times C}{W \times 1000} \times 100$$

A: 検量線より求めた試料溶液中のブドウ糖濃度 (mg/mL)

V: 定容量 (mL)

C: 希釈倍数

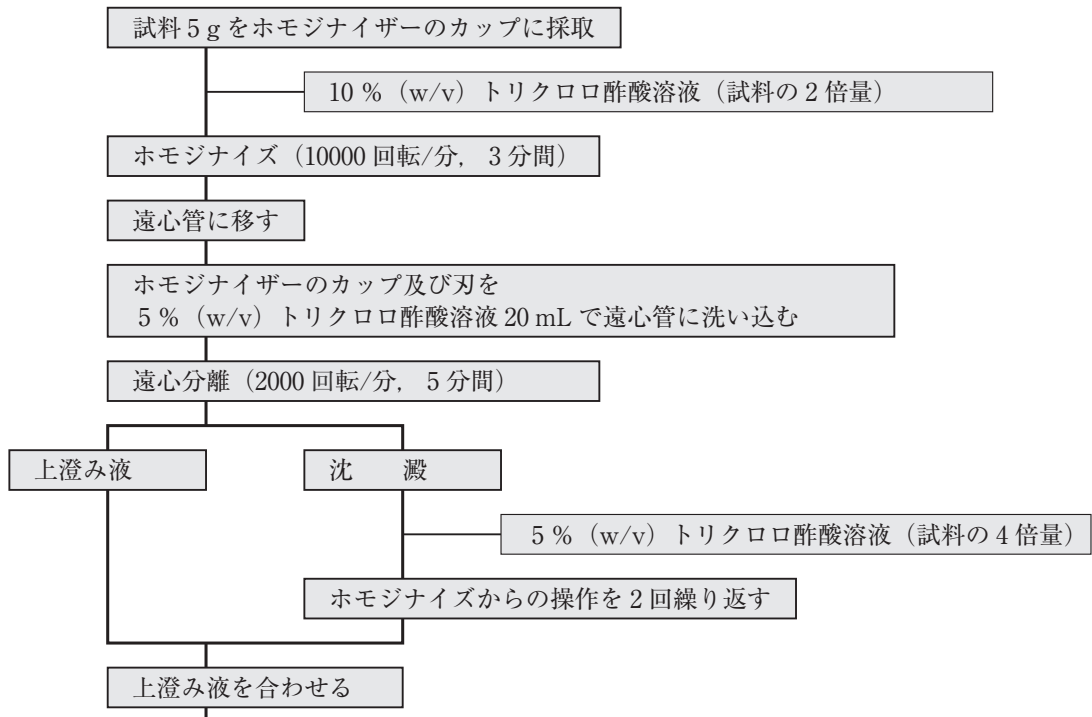
W: 試料採取量 (g)

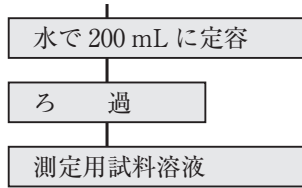
#### 注 解

(注1) アンスロン溶液は褐変してくるため長期間の保存はできないので、用時調製する。また、溶液を試験管に入れる際、壁面に付けないように正確に10 mL 入れる。

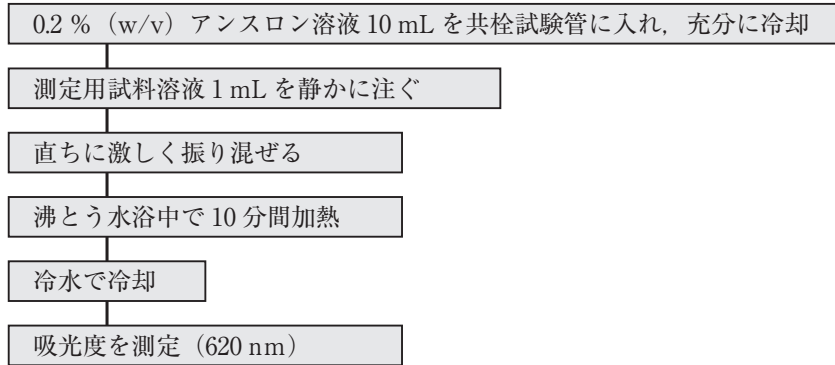
### 全糖定量法・フローチャート

#### 【試料溶液の調製】





[測 定]



## 5 食物繊維

### 5-1. プロスキー変法 (1)

#### 適用

野菜類、きのこ類及び藻類とそれらの加工品を除く、すべての食品に用いる。ただし、えだまめ、そらまめ未熟豆、らっかせい未熟豆などは本法を用いる。

#### 測定方法

##### (1) 装置及び器具

凍結乾燥器

トールビーカー：容量500 mL（容量400～600 mLであれば可）

るつぼ形ガラスろ過器：Pyrex 2 G-2。購入後、525℃で1時間加熱し、充分に水洗して風乾しておく。使用前にケイソウ土1.1 gを入れ、水、78%エタノールで順次洗浄して均一なケイソウ土層を形成させ、130℃で1時間加熱後、デシケーター中で放冷する。恒量を0.1 mgまで求め、使用するまでデシケーター中で保管する。

ろ過装置：吸引ポンプや吸引びんなどで構成されるもので、るつぼ形ガラスろ過器の装着できるもの。

水浴：振り混ぜ可能なもので、沸とう水浴と60℃定温水浴とに使用できるもの。

乾燥器：105℃±5℃及び130℃±5℃に調整できるもの

電気マッフル炉：525℃±25℃に調整できるもの

デシケーター

##### (2) 試薬

95% (v/v) エタノール

78% (v/v) エタノール：95% (v/v) エタノール800 mLに水200 mL加えたもの

アセトン：特級

0.08 mol/L リン酸緩衝液 (pH 6.0)：リン酸水素二ナトリウム1.400 g（二水和物の場合は1.753 g）とリン酸二水素ナトリウム一水和物9.68 g（二水和物の場合は10.94 g）を水に溶かし、pH 6.0に調製して1 Lとしたもの。

耐熱性  $\alpha$ -アミラーゼ：Novo 社製，termamyl 120 L

プロテアーゼ：Sigma 社製の P-3910又は P-5380を0.08 mol/L リン酸緩衝液に50 mg/mLの濃度に溶かす。用時調製すること。

アミログルコシダーゼ：Sigma 社製，A-9913

0.275 mol/L 水酸化ナトリウム溶液：水酸化ナトリウム11.00 gを水に溶かして1 Lとしたもの。

0.325 mol/L 塩酸溶液：36%（約11.6 mol/L）塩酸28 mLに水を加えて1 Lとしたもの。

ケイソウ土：あらかじめ酸洗浄してから用いる（〔例〕セライト545）。

##### (3) 試料調製

1) 水分が少なく脂質も少ない食品（穀類、だいずを除く豆類）

そのまま均質に粉碎し500  $\mu\text{m}$  のふるいを通す。

2) 水分の多い食品（いも類、果実類）

いも類のように糖分の少ない食品は、凍結乾燥して均質に粉碎し、500  $\mu\text{m}$  目のふるいを通す。なお凍結乾燥の際の乾燥減量は乾物から原試料への換算に必要なので、必ず記録しておく。果実類のように

糖分が多く凍結乾燥の難しい食品は、そのままホモジナイズして4 mm 目のふるいを通す。

### 3) 脂質の多い食品

脂質の多い食品（だいたいや種実類など脂質含量が5 %以上のもの）については、あらかじめ脱脂処理を行い、脱脂風乾減量 ( $W_D$ ) を求めておく。すなわち、粗砕試料5～6 g ( $W$ ) を容量200 mL の遠心管にはかりとり、石油エーテル125～150 mL (注1) を加え、15～16分間振り混ぜた後、遠心分離(2000回転/分、10分間)する。上澄み液を捨て、残りの沈澱物にさらに石油エーテル100～120 mL を加え、先と同様の操作を行う。この操作を2回繰り返した後、沈澱物の全量を石油エーテルを用いて、恒量既知 ( $W_0$ ) のるつぼ形ガラスろ過器 (G3) に移し入れ、吸引ろ過後、風乾して質量 ( $W_1$ ) をはかる。得られた乾燥試料を粉碎し、500  $\mu$ m 目のふるいを通して均質にする。

$$\text{脱脂風乾減量 } (W_D\%) = \left(1 - \frac{W_1 - W_0}{W}\right) \times 100$$

$W_0$ : 恒量としたガラスろ過器の質量 (g)

$W_1$ : 乾燥後のガラスろ過器の質量 (g)

$W$ : 試料採取量 (g)

## (4) 操 作

### 1) 試料採取

1 試料につき、必ず2点（ほぼ同質量）ずつ同時にはかりとる。1点は最後に非消化性たんぱく質含量を測定するのに用い、もう1点は灰分を測定するのに用いる。粉碎した乾燥試料1 g ずつを0.1 mg まで2点はかる ( $W_1$ ,  $W_2$ )。果実類のようにそのままホモジナイズした液状又はペースト状のものは2～10 g ずつを0.1 mg まで2点はかる。はかった試料はそれぞれ容量500 mL のトルビーカーに入れる。同時に試薬空試験用のトルビーカーを2個用意し、試料用と同様に操作する。粘質性の食品などでろ過時間が極端に長くなる場合には、採取量を1 g よりも少なくする (注2)。

### 2) 耐熱性アミラーゼ処理

0.08 mol/L リン酸緩衝液50 mL (液状試料の場合には、全量が50 mL となる量) と耐熱性  $\alpha$ -アミラーゼ0.1 mL をそれぞれのトルビーカーに加えてアルミニウム箔で覆い、沸とう水浴中に入れ、トルビーカー内の液温が95  $^{\circ}$ C になってから15～30分間放置する。この間5分ごとにかき混ぜる。

### 3) プロテアーゼ処理

室温まで冷却後、0.275 mol/L 水酸化ナトリウム溶液約10 mL を加えて、pH 7.5  $\pm$  0.1 に調整する。プロテアーゼ溶液0.1 mL を加えてトルビーカーをアルミニウム箔で覆い、60  $^{\circ}$ C の水浴中で振り混ぜながら30分間反応させる。

### 4) アミログルコシダーゼ処理

室温まで冷却後、0.325 mol/L 塩酸溶液約10 mL を加えて、pH 4.3  $\pm$  0.3 に調整する。アミログルコシダーゼ0.1 mL を加えてトルビーカーをアルミニウム箔で覆い、60  $^{\circ}$ C の水浴中で振り混ぜながら30分間反応させる。

### 5) ろ過 (水溶性、不溶性食物繊維の分別)

るつぼ形ガラスろ過器に吸引しながら酵素処理液を流し込み、残さ (不溶性食物繊維画分) とろ液 (水溶性食物繊維画分) とに分ける。トルビーカーの内壁及びろ過器上の残さを少量の水 (約10 mL) で洗浄し、洗液はろ液に合わせる。

### 6) 水溶性食物繊維の定量

ろ液にその4倍量の95 %エタノールをあらかじめ60  $^{\circ}$ C に加温してから加え、室温で正確に60分間静



置して水溶性食物繊維を沈澱させる。5)と同じ要領で吸引ろ過を行い、残さとろ液とに分ける。るつぼ形ガラスろ過器上に捕集された残さを78%エタノール20 mLで3回、95%エタノール10 mLで2回、アセトン10 mLで2回順次洗浄する(注3)。ろ過器ごと105℃±5℃で一夜乾燥し、デシケーター中で放冷後、0.1 mgまではかって、非消化性たんぱく質測定用( $R_1$ )、灰分測定用( $R_2$ )とする。残さ中のたんぱく質( $P_1$ )と灰分( $A_1$ )を、それぞれ8)、9)に示す方法で定量し、残さ質量から差し引く。

#### 7) 不溶性食物繊維の定量

5)のろ過操作で得られたろ過器上の残さを95%エタノール10 mLで2回、アセトン10 mLで2回順次洗浄する(注3)。ろ過器ごと105℃±5℃で一夜乾燥し、デシケーター中で放冷後、0.1 mgまではかって、非消化性たんぱく質測定用( $R_3$ )、灰分測定用( $R_4$ )とする。残さ中のたんぱく質( $P_2$ )と灰分( $A_2$ )を、それぞれ8)、9)に示す方法で定量し、残さ質量から差し引く。

#### 8) 残さ中のたんぱく質の定量

$R_1$ 、 $R_{B1}$ 及び $R_3$ 、 $R_{B3}$ の残さをそれぞれケイソウ土とともにかきとり、ケルダール法によって残さ中の窒素含量を求める。得られた窒素含量に6.25を乗じて、たんぱく質量( $P_1$ 、 $P_{B1}$ 及び $P_2$ 、 $P_{B2}$ )とする。

#### 9) 残さ中の灰分の定量

$R_2$ 、 $R_{B2}$ 及び $R_4$ 、 $R_{B4}$ の残さをガラスろ過器ごと525℃±5℃で5時間灰化処理し、デシケーター中で放冷後、0.1 mgまではかって、残さ中の灰分( $A_1$ 、 $A_{B1}$ 及び $A_2$ 、 $A_{B2}$ )を得る。

### (5) 空 試 験

試料を含まない系で同様に処理し、以下の8種の空試験値を得る。

水溶性食物繊維相当空試験	残さ	$R_{B1}$ 、 $R_{B2}$ g
同	残さ $R_{B1}$ 中のたんぱく質	$P_{B1}$ g
同	残さ $R_{B2}$ 中の灰分	$A_{B1}$ g
不溶性食物繊維相当空試験	残さ	$R_{B3}$ 、 $R_{B4}$ g
同	残さ $R_{B3}$ 中のたんぱく質	$P_{B2}$ g
同	残さ $R_{B4}$ 中の灰分	$A_{B2}$ g

試薬空試験値は、同一ロットの試薬を使用している限り不変と考えられる。そこで、15~20回の繰り返し試験を実施して各空試験の平均値を求め、同一ロットの試薬を使用している限りにおいて、これを定数として使用するのが多検体処理の場合には合理的である。

### (6) 計 算

以下の式によって水溶性食物繊維と不溶性食物繊維の含量を算出する。

$$\text{水溶性食物繊維含量 (g/100 g)} = \frac{\frac{R_1 + R_2}{2} \left[ 1 - \left( \frac{P_1}{R_1} + \frac{A_1}{R_2} \right) \right] - B_s}{\frac{W_1 + W_2}{2}} \times 100$$

ただし、ここで、

$$B_s \text{ (g)} = \frac{R_{B1} + R_{B2}}{2} \left[ 1 - \left( \frac{P_{B1}}{R_{B1}} + \frac{A_{B1}}{R_{B2}} \right) \right]$$

$$\text{不溶性食物繊維含量 (g/100 g)} = \frac{\frac{R_3 + R_4}{2} \left[ 1 - \left( \frac{P_2}{R_3} + \frac{A_2}{R_4} \right) \right] - B_1}{\frac{W_1 + W_2}{2}} \times 100$$

ただし、ここで、

$$B_1 \text{ (g)} = \frac{R_{B3} + R_{B4}}{2} \left[ 1 - \left( \frac{P_{B2}}{R_{B3}} + \frac{A_{B2}}{R_{B4}} \right) \right]$$

$W_1, W_2$	: 試料採取量 (g)	
$R_1, R_2$	: 水溶性食物繊維	残さ (g)
$P_1$	: 同	残さ中のたんぱく質 (g)
$A_1$	: 同	残さ中の灰分 (g)
$R_{B1}, R_{B2}$	: 水溶性食物繊維	空試験の残さ (g)
$P_{B1}$	: 同	空試験残さ中のたんぱく質 (g)
$A_{B1}$	: 同	空試験残さ中の灰分 (g)
$R_3, R_4$	: 不溶性食物繊維	残さ (g)
$P_2$	: 同	残さ中のたんぱく質 (g)
$A_2$	: 同	残さ中の灰分 (g)
$R_{B3}, R_{B4}$	: 同	空試験の残さ (g)
$P_{B2}$	: 同	空試験残さ中のたんぱく質 (g)
$A_{B2}$	: 同	空試験残さ中の灰分 (g)

脱脂風乾処理をした試料にあっては、以下の式によって原試料に換算する。

$$\text{原試料中の食物繊維含量 (g/100 g)} = D \times \left( 1 - \frac{W_D}{100} \right)$$

$D$  : 脱脂風乾試料中の水溶性又は不溶性食物繊維含量 (g/100 g)  
 $W_D$  : 脱脂風乾減量 (%)

### 注 解

(注1) だいず及びその加工品の場合には、クロロホルム-メタノールの2:1混液を用いる。

(注2) ろ過時間が長くなりすぎると正しい分析値が得られないので、このような場合には、むしろ採取量を少なく(0.1~0.5 g)してろ過時間を短縮するほうがより誤差の少ない分析値を得ることができる。

(注3) 脱脂処理で脂質が完全には除去できない試料の場合は、アセトン30 mLを用いて5回くらい洗浄する。

## 5-2. プロスキー変法 (2)

### 適 用

野菜類(えだまめ、そらまめ未熟豆、らっかせい未熟豆など、たんぱく質含量の高いものを除く)、きのこ類及びそれらの加工品に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

5-1. プロスキー変法 (1) に同じ。

## (2) 試 薬

5-1. プロスキー変法 (1) に同じ。

## (3) 試料調製

凍結乾燥して均質に粉碎し、500  $\mu\text{m}$  目のふるいを通す。なお、凍結乾燥の際の乾燥減量 ( $W_D$ ) は、乾物から原試料への換算に必要なので、必ず記録しておく。トマトジュースのように糖分が多く凍結乾燥の難しい食品は、そのままホモジナイズして4 mm 目のふるいを通す。

## (4) 操 作

### 1) 試料採取

凍結乾燥後に粉碎した試料は1 gを0.1 mgまではかる ( $W$ )。トマトジュースのようにそのままホモジナイズした液状又はペースト状のものは、2~10 gずつを0.1 mgまではかる ( $W$ )。質量をはかった試料を容量500 mLのトルビーカーに入れる。粘質性の食品などでろ過時間が極端に長くなる場合には、採取量を1 gよりも少なくする (例えば、採取量を0.1~0.5 gにする) ほうがよい (注1)。

### 2) 耐熱性アミラーゼ処理

5-1. プロスキー変法 (1) に同じ。

### 3) プロテアーゼ処理

5-1. プロスキー変法 (1) に同じ。

### 4) アミログルコシダーゼ処理

5-1. プロスキー変法 (1) に同じ。

### 5) ろ過 (水溶性、不溶性食物繊維の分別)

5-1. プロスキー変法 (1) に同じ。

### 6) 水溶性食物繊維の定量

ろ液にその4倍量の95%エタノールをあらかじめ60℃に加温してから加え、室温で正確に60分間静置して水溶性食物繊維を沈澱させる。5)と同じ要領で吸引ろ過を行い、残さろ液とに分ける。ろつぼ形ガラスろ過器上に捕集された残さを78%エタノール20 mLで3回、95%エタノール10 mLで2回、アセトン10 mLで2回、順次洗浄する (注2)。ろ過器ごと105℃ $\pm$ 5℃で一夜乾燥し、デシケーター中で放冷後、0.1 mgまではかる ( $R_1$ )。残さ中の灰分 ( $A_1$ ) を、8)に示す方法で定量し、残さ質量から差し引く。

### 7) 不溶性食物繊維の定量

5)のろ過操作で得られたろ過器上の残さを95%エタノール10 mLで2回、アセトン10 mLで2回、順次洗浄する (注2)。ろ過器ごと105℃ $\pm$ 5℃で一夜乾燥し、デシケーター中で放冷後、0.1 mgまではかる ( $R_2$ )。残さ中の灰分 ( $A_2$ ) を、8)に示す方法で定量し、残さ質量から差し引く。

### 8) 残さ中の灰分の定量

$R_1$ 、 $R_{B1}$ 及び $R_2$ 、 $R_{B2}$ の残さを、ガラスろ過器ごと525℃ $\pm$ 5℃で5時間灰化処理し、デシケーター中で放冷後、0.1 mgまではかって、残さ中の灰分量  $A_1$ 、 $A_{B1}$ 及び $A_2$ 、 $A_{B2}$ を得る。

## (5) 空 試 験

試料を含まない系で同様に処理し、以下の4種の空試験値を得る。

水溶性食物繊維相当空試験	残さ	$R_{B1}$ (g)
同	残さ $R_{B1}$ 中の灰分	$A_{B1}$ (g)
不溶性食物繊維相当空試験	残さ	$R_{B2}$ (g)
同	残さ $R_{B2}$ 中の灰分	$A_{B2}$ (g)

## (6) 計 算

試薬空試験値は5-1. プロスキー変法(1) 参照。

以下の式によって、水溶性食物繊維と不溶性食物繊維の含量を算出する。

$$\text{水溶性食物繊維含量 (g/100 g)} = \frac{R_1 - A_1 - B_s}{W} \times 100$$

ただし、ここで、 $B_s \text{ (g)} = R_{B1} - A_{B1}$

$$\text{不溶性食物繊維含量 (g/100 g)} = \frac{R_2 - A_2 - B_l}{W} \times 100$$

ただし、ここで、 $B_l \text{ (g)} = R_{B2} - A_{B2}$

凍結乾燥処理をした試料にあつては、以下の式によって原試料に換算する。

$$\text{原試料中の食物繊維含量 (g/100 g)} = D \times \left(1 - \frac{W_D}{100}\right)$$

$D$  : 前述の2つの式で得られた水溶性、又は不溶性食物繊維含量 (g/100 g)  
 $W_D$  : 乾燥減量 (%)

### 注 解

(注1) ろ過時間が長すぎると正しい分析値が得られないので、このような場合には、むしろ採取量を少なくしてろ過時間を短縮するほうがより誤差の少ない分析値を得ることができる。

(注2) クロロフィルを多く含む試料の場合は、アセトン30 mLで5回くらい洗浄する。

## 5-3. プロスキー法

### 適 用

藻類に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

5-1. プロスキー変法(1) に同じ。

#### (2) 試 薬

5-1. プロスキー変法(1) に同じ。

#### (3) 試料調製

生の状態のものはそのまま、乾燥品は必要があれば湯戻しし、それぞれ凍結乾燥した後、均質に粉碎し、500 μmのふるいを通す。なお、湯戻し及び凍結乾燥の際の乾燥減量( $W_D$ )は、原試料への換算に必要なので、必ず記録しておく。

#### (4) 操 作

##### 1) 試料採取

1 試料につき、必ず2点(ほぼ同質量)ずつ同時にはかりとる。1点は最後に非消化性たんぱく質量を測定するのに用い、もう1点は灰分を測定するのに用いる。凍結乾燥後に粉碎した試料1gずつを0.1 mgまで2点はかる( $W_1$ ,  $W_2$ )。質量をはかった試料はそれぞれ容量500 mLのトルビーカーに入れる。同時に試薬空試験用にトルビーカーを2個用意し、試料と同様に操作する。粘質性の食品などでろ過時間が極端に長くなる場合には、採取量を1gよりも少なくする(例えば、採取量を0.1~

0.5 gにする)。

2) 耐熱性アミラーゼ処理

5-1. プロスキー変法(1)に同じ。

3) プロテアーゼ処理

5-1. プロスキー変法(1)に同じ。

4) アミログルコシダーゼ処理

5-1. プロスキー変法(1)に同じ。

5) 総食物繊維の定量

得られた酵素処理液に4倍量の95%エタノールをあらかじめ60℃に加温してから加え、室温で正確に60分間静置して沈澱させる。ろつぼ形ガラスろ過器に吸引しながら酵素処理液を流し込み、残さ(総食物繊維画分)を得る。ろつぼ形ガラスろ過器上に捕集された残さを78%エタノール20 mLで3回、95%エタノール10 mLで2回、アセトン10 mLで2回、順次洗浄する。ろ過器ごと105℃±5℃で一晩乾燥し、デシケーター中で放冷後、0.1 mgまではかって、非消化性たんぱく質測定用( $R_1$ )及び灰分測定用( $R_2$ )とする。残さ中のたんぱく質( $P_1$ )と灰分( $A_1$ )を、それぞれ6)、7)に示す方法で定量し、残さ質量から差し引く。

6) 残さ中のたんぱく質の定量

$R_1$ 、 $R_{B1}$ の残さをケイソウ土とともにかきとり、ケルダール法によって残さ中の窒素含量を求める。得られた窒素含量に6.25を乗じて、たんぱく質量( $P_1$ 、 $P_B$ )とする。

7) 残さ中の灰分の定量

$R_2$ 、 $R_{B2}$ の残さを、ガラスろ過器ごと525℃±5℃で5時間灰化処理し、デシケーター中で放冷後、0.1 mgまではかって、残さ中の灰分量( $A_1$ 、 $A_B$ )を得る。

(5) 空 試 験

試料を含まない系で同様に処理し、以下の4種の空試験値を得る。

食物繊維相当空試験	残さ	$R_{B1}$ 、 $R_{B2}$ (g)
同	残さ $R_{B1}$ 中のたんぱく質	$P_B$ (g)
同	残さ $R_{B2}$ 中の灰分	$A_B$ (g)

試薬空試験値は、5-1. プロスキー変法(1)参照。

(6) 計 算

以下の式によって総食物繊維の含量を算出する。

$$\text{総食物繊維含量 (g/100 g)} = \frac{\frac{R_1 + R_2}{2} \left[ 1 - \left( \frac{P_1}{R_1} + \frac{A_1}{R_2} \right) \right] - B}{\frac{W_1 + W_2}{2}} \times 100$$

ただし、ここで、

$$B \text{ (g)} = \frac{(R_{B1} + R_{B2})}{2} \left[ 1 - \left( \frac{P_B}{R_{B1}} + \frac{A_B}{R_{B2}} \right) \right]$$

凍結乾燥処理をした試料にあっては、以下の式によって原試料に換算する。

$$\text{原試料中の食物繊維含量 (g/100 g)} = D \times \left( 1 - \frac{W_D}{100} \right)$$

$D$  : 上の式で得られた総食物繊維含量 (g/100 g)  
 $W_D$  : 乾燥減量 (%)



# 6 灰 分

## 6-1. 直接灰化法

### 適 用

食品全般に用いる。

### 測定方法

#### (1) 装置及び器具

電気マッフル炉：熱電対温度計付きのもので500～600℃±10℃に設定できるものを用いる。

灰化容器：容量30～50 mL 程度の磁製あるいは石英るつば、又は直径60 mm 程度の磁製蒸発皿を用いる。

デシケーター：乾燥剤としてシリカゲルを用いる。

電熱式ホットプレートや電熱式コンロ。

#### (2) 試料の調製

【付録】2. 食品群別の試料前処理法に同じ。

#### (3) 予備灰化

全食品について予備灰化を行う。電熱式ホットプレートや電熱式コンロ上で加熱し、ふきこぼれないように穏やかに加熱し、部分炭化又は全炭化させる（注1）。砂糖類、はちみつなどの甘味料を多量に含む菓子類、でん粉類、魚介類などで、灰化時に膨化して容器の外へあふれるおそれのあるもの、及び穀類、豆類、種実類、乾燥食品などで、灰化時に膨化飛散するおそれのあるものなどは、特に予備炭化を煙が出なくなるまで完全に行う必要がある。水分の多い野菜類、果実類及び液体状の試料は、予備乾燥後、炭化を行う。

#### (4) 操 作

##### 1) 完全に灰化できる場合

あらかじめ恒量にした灰化容器 ( $W_0$ ) に、適量の試料をはかりとり ( $W_1$ )、予備炭化の後、電気マッフル炉に入れて室温から徐々に昇温させ、550℃に達したら、5～6時間保持して灰化させる。電気マッフル炉の電源を切り、扉を少しあけて温度を下げる。電気マッフル炉の炉内温度が約200℃に下がったら、灰化容器を取り出し、デシケーター中に入れて、1時間放冷後に質量をはかる。灰が白色又は灰色のときは、再び550℃のマッフル炉に入れ、数時間加熱後、質量をはかり、恒量 ( $W_2$ ) を求める。

##### 2) 炭素が残る場合

1) の操作で、未灰化の炭素が認められた場合は、灰にイオン交換水を数滴加えて灰を溶解し、未灰化炭素を露出させた後、十分に乾燥させ、再び550℃で数時間灰化を行う。恒量になるまでこの操作を繰り返す。

##### 3) かなり多量の未灰化炭素が残る場合

灰化後、炭素の塊が多い場合は、放冷後、熱水で灰を湿らせた後、炭素の塊をガラス棒で突き碎き、熱水10 mL を加え、よくかき混ぜて可溶物を抽出する。ろ紙 (JIS 5種A) を用い、傾斜法で容量50 mL のビーカーにろ液を集める。再度、灰化容器に少量の熱水を加え、同様にろ過する。ろ紙上に残った不溶物及びろ紙を灰化容器に移し、用いた漏斗を洗って、洗液をろ液と合わせる。灰化容器を乾燥後、再び550℃で灰化する。灰化後、放冷し、灰化容器に先のろ液を移し、少量の水でビーカーを洗って洗液

を移し、ホットプレート上で蒸発乾固後、再び550℃で灰化し恒量（ $W_2$ ）を求める。

（5）計 算

$$\text{灰分 (g/100 g)} = \frac{W_2 - W_0}{W_1 - W_0} \times 100$$

$W_0$ ：恒量とした灰化容器の質量（g）

$W_1$ ：試料を入れた灰化容器の灰化前の質量（g）

$W_2$ ：試料を入れた灰化容器の灰化後の質量（g）

注 解

（注1）赤外線ランプ（250～500 Wのフラット型）による加熱を同時又は交互に行ってもよい。