

厚生労働科学研究費補助金（食品の安全確保推進研究事業）
分担研究報告書

国際的な動向を踏まえた乳及び乳製品の試験法の研究

研究分担者	岩崎 司	公益財団法人日本乳業技術協会 事業部
協力研究者	田中 孝	株式会社明治 品質科学研究所
	横田 有生	株式会社明治 品質科学研究所
	伊藤 晶子	株式会社明治 品質科学研究所
	有働 久志	森永乳業株式会社 生産本部生産部
	伊藤 和彦	森永乳業株式会社 品質保証部
	佐藤 渥子	森永乳業株式会社 品質保証部
	須藤 朋子	雪印メグミルク株式会社 品質保証部 分析センター
	佐々木 麻子	雪印メグミルク株式会社 品質保証部 分析センター
	小林 信弘	雪印メグミルク株式会社 興部工場
	盛田 彰太郎	よつ葉乳業株式会社 中央研究所
	古賀野 邦博	江崎グリコ株式会社 マーケティング本部 商品開発研究所
	坂口 光一	一般社団法人日本乳業協会 生産技術部
	吉田 剛	公益財団法人日本乳業技術協会 事業部
	佐川 未弥	公益財団法人日本乳業技術協会 事業部
	丸田 陽洋	公益財団法人日本乳業技術協会 事業部

研究要旨

乳及び乳製品の成分規格等に関する省令(乳等省令)に示される試験法の制定は古く、科学技術の進歩や国際整合が求められる社会情勢を踏まえると、国際的なバリデーションが担保された試験法であるか確認する必要がある。対応する試験法を整理した項目のうち、アイスクリーム類、濃縮乳・無糖練乳、加糖練乳について、米国における試験法(Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL: OMA法)及び欧州連合における試験法(ISO法)と乳等省令法との比較試験を実施した。アイスクリーム類は、乳脂肪分の試験法を OMA 法と比較し、測定値は OMA 法と比べて乳等省令法が低く、室間再現相対標準偏差は乳等省令法が大きかった。濃縮乳・無糖練乳の全固形分は、乳等省令法、ISO 法、OMA 法の 990.19(AOAC990.19)及び 990.20(AOAC990.20)の 4 法を比較し、測定値は AOAC990.19 及び AOAC990.20 がほぼ同じ値で高く、次いで ISO 法、乳等省令法という順であった。室間再現相対標準偏差は、大きい順に ISO 法、乳等

省令法と AOAC990.19、AOAC990.20 となった。濃縮乳・無糖練乳の乳脂肪分の測定値は ISO 法、OMA 法に比べて乳等省令法が低く、室間再現相対標準偏差は ISO 法、OMA 法に比べて乳等省令法が大きかった。加糖練乳の全固形分は ISO 法と比較し、測定値は ISO 法に比べて乳等省令法が高く、室間再現相対標準偏差は乳等省令法が大きかった。加糖練乳の乳脂肪分の測定値は ISO 法、OMA 法に比べて乳等省令法が低く、室間再現相対標準偏差は大きい順に乳等省令、ISO 法、OMA 法であった。

A. 研究目的

昭和 26 年に告示された乳等省令の別表二(七)乳等の成分規格の試験法の制定から長い年月が経ち、種々の試験法における技術革新が進んだ現在では、乳等省令に示される試験法が昨今の試験法に用いる機器や新たに開発されてきた検査技術に対応した試験法であるとは言い難い。また、質的、量的に増加する輸入食品の規格基準の適合性を確認する試験法としては、国際的なバリデーションが担保された試験法か否かについては確認されておらず、国際的な標準試験法が確立されてゆく現状では、将来的な対応能力不足に陥る危険性をはらんでいると考えられる。本研究では、乳等省令における試験法に関連する情報収集と試験法の改正が必要と考えられる試験法について検討し、最適な試験法の策定の可能性も含めて、将来的な展望を示すことを目的とする。特に、海外の乳及び乳製品に関する試験法を規定する成分規格に関する情報を収集し、乳等省令と比較することで国際的にも対応可能な試験法の確立を目指す。

B. 研究方法

(1) 試験法の特定

平成 28 年度同様、乳および乳製品の成分規格(乳脂肪分や無脂肪固形分、酸度、

添加成分等の成分規格)について、以下の国々の法令から試験法を特定した。

米国 : Code of Federal Regulations (CFR ; 連邦行政規則集)

CFR Title21 CHAPTER I SUBCHAPTER B—FOOD FOR HUMAN CONSUMPTION

PART 131—乳及びクリーム

PART 133—チーズ及びチーズ製品

試験法として、Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL (OMA 法)が記載されている。

EU : Commission Regulation (EC) No 273/2008 of 5 March 2008 laying down detailed rules for the application of Council Regulation (EC) No 1255/1999 as regards methods for the analysis and quality evaluation of milk and milk products

成分規格と試験法が示されており、試験法は ISO 法を使用している。

特定した試験法の一覧は平成 29 年度総括研究報告書を参照されたい。

(2) 比較試験実施項目の選定

乳等省令の試験法に対応する試験法が

特定できた項目のうち、平成 27 年度に実施したアンケート調査において見直し等の要望が挙げられた試験法を比較試験実施候補としてピックアップした。

アイスクリーム類	乳脂肪分
濃縮乳	乳固形分・乳脂肪分
無糖練乳	乳固形分・乳脂肪分
加糖練乳	乳固形分・乳脂肪分

このうち、濃縮乳と無糖練乳は乳等省令における試験法が同一であり、かつ、対応する海外の試験法も同一のものであると整理されたため、同じ枠の中で比較試験を実施することとした。また、ラクトアイス、アイスマルク、アイスクリームも試験法の区別がないため、アイスクリーム類としてまとめて実施することとし、以下の 5 本の比較試験とした。

アイスクリーム類の乳脂肪分
濃縮乳・無糖練乳の乳固形分
濃縮乳・無糖練乳の乳脂肪分
加糖練乳の乳固形分
加糖練乳の乳脂肪分

(3) 共同試験の実施

株式会社明治品質科学研究所、森永乳業株式会社品質保証部、雪印メグミルク株式会社品質保証部分析センター、よつ葉乳業株式会社中央研究所及び公益財団法人日本乳業技術協会による共同試験を実施した。項目によって参加試験所数は異なるが、すべて試料数は 6、併行測定回数は 3 とした。試料は協力企業より提供された製品を用いた。

(4) 試験法の比較

4.1 アイスクリーム類の乳脂肪分

試料はラクトアイス、アイスマルク、アイスクリームそれぞれ 2 試料ずつ計 6 試料を用いた。併行測定回数は 3 回とし、3 試験所による共同試験を実施した。アイスクリーム類の乳脂肪分は EU において規格がないため、乳等省令法「別表二(七)(2)4 乳脂肪分の定量法」と OMA 法「AOAC Official Method 952.06 Fat in Ice Cream and Frozen Desserts, *IDF-ISO-AOAC Method, Codex-Adopted-AOAC Method, section 33.8.05*」の 2 法を比較した。それぞれのフローチャートを図 1、2 に示す。

図1 乳等省令 別表二(七)(2)4 乳脂肪分の定量法フローチャート

小型ビーカー

+ 試料採取(4g) $W1$

+ 温水 3ml

レーリツヒ管に試料溶液を移す。

+ ビーカーを 温水 3ml で洗う

+ アンモニア水 2ml

レーリツヒ管を 60 の水溶液中で時々振り混ぜながら 20 分間加温

+ エタノール 10ml

+ エーテル 25ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 25ml

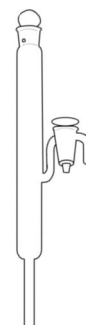
振とう抽出

2 時間以上静置後、上澄液を恒量 $W2$ を求めた
ビーカーに入れる

溶剤を揮発

乾燥器内(100 ~ 105 1 時間)

重量測定 $W3$



レーリツヒ管

さらに 1 回繰り返す

$$\text{乳脂肪分} = \frac{W3 - W2}{W1} \times 100$$

W1 : 試料重量(g)

W2 : ビーカー重量(g)

W3 : ビーカーと抽出物重量(g)

図2 AOAC Official Method 952.06 Fat in Ice Cream and Frozen Desserts, *IDF-ISO-AOAC Method, Codex-Adopted-AOAC-Method* フローチャート

脂肪回収容器の準備

脂肪回収容器

乾燥 (100 ±1 30分以上)

放冷 (デシケータ使用)

重量測定 m2

測定操作

マジョニア管

- + 試料採取 4~5g m0
- + 水 (総量約 10ml になるように)
- + アンモニア水 2ml

加熱 (水浴中 60 20分間)

冷却

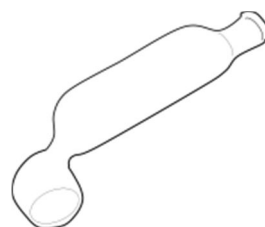
- + エタノール 10 ml
- + ジエチルエーテル 25ml

振とう抽出

- + 石油エーテル 25ml

振とう抽出

遠心分離 (約 600rpm、30 秒以上)



マジョニア管

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

+ エタノール 5ml

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（約 600rpm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（約 600rpm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

溶媒留去

乾燥（100 ±1 30 分以上）

放冷（デシケータ使用）

測定 m1

ブランクテスト

試料を水 10ml に置き換えたものを 2 連で同時に実施する m3

計算

$$\frac{(m1 - m2) - m3}{m0} \times 100\%$$

m0 : 試料採取量 (g)

m1 : 脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m2 : 脂肪回収容器の重量 (g)

m3 : ブランクテストにおける抽出残留物の平均重量 (g)

4.2 濃縮乳及び無糖練乳の乳固形分

試料は濃縮乳、無糖練乳それぞれ 3 試料ずつ計 6 試料を用いた。併行測定回数は 3 回とし、4 試験所による共同試験を実施した。乳等省令法「別表二(七)(1)2a 濃縮乳、脱脂濃縮乳、無糖練乳、無糖脱脂練乳、加糖練乳及び加糖脱脂練乳の乳固形分の定量法」と ISO 法「ISO6731:2010/IDF21:2010 Milk, cream and evaporated milk - Determination of total solids content (Reference method)」、OMA 法「AOAC Official Method 945.48 Evaporated Milk (Unsweetened), section33.4.01」の 3 法を比較した。

AOAC945.48 は、Evaporated Milk(Unsweetened)の様々な成分について網羅的に書かれた試験法であり、固形分の試験法は D. Total Solids , *IDF-ISO-AOAC Method* として収載されている。その中で、固形分の試験法は 2 つの試験法「AOAC Official Method 990.19 Solids (Total) in Milk By Forced Air Oven Drying after Steam Table Predry, *IDF-ISO-AOAC Method*, section33.2.43」と「AOAC Official Method 990.20 Solids (Total) in Milk By Direct Forced Air Oven Drying, *IDF-ISO-AOAC Method*, section33.2.44」のいずれかを選択できるとされていることから、OMA 法はこれら 2 つの試験法について実施することとした。すなわち、乳等省令法、ISO 法、OMA 法の比較試験は、実際には 4 つの試験法について比較した。

なお、ISO6731:2010/IDF21:2010 と AOAC945.48 は、どちらも「Total solids」

を測定する試験法であり、乳等省令の「乳固形分」とは異なる規格のための試験法であるとも言えるが、乳等省令の試験法は水分を除去した乾燥物である「全固形分」をそのまま「乳固形分」としており、試験法の原理上同じ測定対象物を測定する試験法である。それぞれのフローチャートを図 3、4、5、6 に示す。

図3 乳等省令 別表二(七)(1)2a 濃縮乳、脱脂濃縮乳、無糖練乳、無糖脱脂練乳、加糖練乳及び加糖脱脂練乳の乳固形分の定量法フローチャート

試料の前処理

試料採取(20 g) $W1$

↓
+ 温水で希釈

メスフラスコ(100ml)に入れて定容し希釈試料とする

測定操作

秤量皿

↓

乾燥(98 ~ 100、乾燥器) 恒量測定 $W2$

↓

+ 希釈試料(5ml 試料 1 g 相当量)

予備加熱 (水浴上)

↓

乾燥(98 ~ 100、乾燥器) 恒量測定 $W3$

$$\text{全固形分} = \frac{W3 - W2}{W1 \times \frac{5}{100}} \times 100$$

<p>W1 : 試料重量(g) W2 : 秤量皿重量(g) W3 : 秤量皿と乾燥物重量(g)</p>

加糖練乳及び加糖脱脂練乳においてはしよ糖のパーセント量を引いたものを乳固形分のパーセント量とする。

図4 ISO6731:2010/IDF21:2010 Milk, cream and evaporated milk -Determination of total solids content(Reference method)フローチャート

平底皿の準備

平底皿（高さ 20 ~ 25 mm、直径 50 ~ 75 mm）、蓋（容易に取り外し可能なもの）

乾燥（102 ±2 1時間以上）

放冷（デシケータ使用 30分以上）

重量測定 m0

試料の準備

加温（水浴中 40 ~ 60 °C）

混合（15分ごと 2時間）

冷却（20 ~ 25 °C）

測定操作

平底皿

+ 試料採取（1 ~ 5g）m1

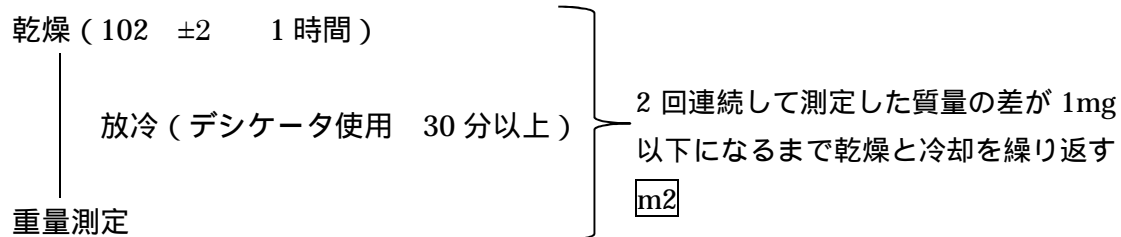
+ 水 3 ~ 5ml

加熱（沸騰水浴上 30分間）

乾燥（102 ±2 2時間）

放冷（デシケータ使用 30分以上）

重量測定



計算

$$\frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \%$$

m_0 : 平底皿と蓋の重量 (g)

m_1 : 平底皿と蓋及び試料の重量 (g)

m_2 : 平底皿と蓋及び乾燥した試料の重量 (g)

図5 AOAC Official Method 990.19 Solids (Total) in Milk By Forced Air Oven
Drying after Steam Table Predry フローチャート

試料の準備

加温 (水浴中 60)

混合 (15 分ごと 2 時間)

試料 40g を水 60g で希釈

加温 (38 ±1)

測定操作

秤量皿

乾燥 (100 ±1 2 時間以上)

放冷 (デシケータ使用) 重量測定 \boxed{W}

+ 試料採取 (希釈試料 4~5g) $\boxed{W1}$

予備加熱 (水浴上 25 分以内)

乾燥 (100 ±1 3 時間)

放冷 (デシケータ使用 30 分以上) 重量測定 $\boxed{W2}$

ブランクテスト

空の秤量皿を用いて 2 連で実施する \boxed{B}

計算

$$\frac{(W2 - W) - B}{W1 - W} \times 2.5 * \times 100\%$$

W：秤量皿の重量（g）

W1：秤量皿の重量と試料重量（g）

W2：秤量皿の重量と乾燥物重量（g）

B：ブランクテストの平均重量（g）

*：希釈倍数

図 6 AOAC Official Method 990.20 Solids (Total) in Milk By Direct Forced Air Oven
Drying, *IDF-ISO-AOAC Method* フローチャート

試料の準備

加温 (水浴中 60)

混合 (15 分ごと 2 時間)

試料 40g を水 60g で希釈

加温 (38 ±1)

測定操作

秤量皿

乾燥 (100 ±1 2 時間以上)

放冷 (デシケータ使用) 重量測定 \boxed{W}

+ 試料採取 (希釈試料 4 ~ 5g) $\boxed{W1}$

乾燥 (100 ±1 4 時間)

放冷 (デシケータ使用 30 分以上) 重量測定 $\boxed{W2}$

ブランクテスト

空の秤量皿を用いて 2 連で実施する \boxed{B}

計算

$$\frac{(W2 - W) - B}{W1 - W} \times 2.5 \times 100\%$$

W : 秤量皿の重量 (g)

W1 : 秤量皿の重量と試料重量 (g)

W2 : 秤量皿の重量と乾燥物重量 (g)

B : ブランクテストの平均重量 (g)

* : 希釈倍数

4.3 濃縮乳及び無糖練乳の乳脂肪分

試料は濃縮乳、無糖練乳それぞれ 3 試料ずつ計 6 試料を用いた。併行測定回数は 3 回とし、5 試験所による共同試験を実施した。乳等省令法「別表二(七)(1)3b 濃縮乳、無糖練乳、加糖練乳、全粉乳、クリームパウダー、加糖粉乳及びクリームの乳脂肪分の定量法」と ISO 法「ISO 1737:2008/IDF 13:2008 Evaporated milk and sweetened condensed milk - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method)」、OMA 法「AOAC Official Method 945.48 Evaporated Milk (Unsweetened), section 33.4.01」の 3 法を比較した。それぞれのフローチャートを図 7、8、9 に示す。

図7 乳等省令 別表二(七)(1)3b 濃縮乳、無糖練乳、加糖練乳の乳脂肪分の定量法フローチャート

試料の前処理

試料採取(20g) **W1**

↓
+ 温水で希釈

メスフラスコ(100ml)に入れて定容し希釈試料とする

測定操作

リョーリツヒ管

↓
+ 希釈試料 10ml
+ アンモニア水 2ml
+ エタノール 10ml
+ エーテル 25ml

振とう抽出

↓
+ 石油エーテル 25ml

振とう抽出

↓
2時間以上静置後、上澄液を恒量 **W2** を求めたビーカーに入れる

↓
溶剤を揮発

↓
乾燥器内(100 ~ 105 1時間)

↓
重量測定 **W3**

} さらに1回
繰り返す

$$\text{乳脂肪分} = \frac{W3 - W2}{W1 \times \frac{10}{100}} \times 100\%$$

W1 : 試料重量(g)

W2 : ビーカー重量(g)

W3 : ビーカーと抽出物重量(g)

図 8 ISO1737:2008/IDF13:2008 Evaporated milk and sweetened condensed milk
-Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method) フローチャ
ート

脂肪回収容器の準備

脂肪回収容器

乾燥 (102 ±2 1 時間)

放冷 (デシケータ使用不可 30 分以上)

重量測定 m2

< 濃縮乳 > 試料の準備

加温 (水浴中 40 ~ 60)

< 加糖練乳 (密閉缶試料の場合) > 試料の準備

加温 (水浴中 30 ~ 40)

混合 (15 分ごと 2 時間)

冷却 (室温)

測定操作

脂肪抽出フラスコ

+ 試料採取 (濃縮乳 4 ~ 5g 加糖練乳 2 ~ 2.5g) m0

+ 約 50 の温水 (総量 10 ~ 11ml になるように)

+ アンモニア水 2mL

+ エタノール 10mL

+ ジエチルエーテル 25ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 25ml

振とう抽出

遠心分離（80～90g、1～5分）もしくは30分以上静置

上層を脂肪回収容器に回収する

+ エタノール 5ml
+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（80～90g、1～5分）もしくは30分以上静置

上層を脂肪回収容器に回収する

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（80～90g、1～5分）もしくは30分以上静置

上層を脂肪回収容器に回収する

溶媒留去

乾燥（102 ±2 1時間）

放冷（デシケータ使用不可 30分以上）

重量測定

乾燥 (102 ±2)

重量測定

放冷 (デシケーター使用不可 30 分以上)

重量の減少が 1.0mg 以下になるか
増加するまで乾燥を繰り返す [m1]

ブランクテストの実施

試料を水 10ml に置き換えたものを同時に実施する [m3] [m4]

計算

$$\frac{(m1 - m2) - (m3 - m4)}{m0} \times 100\%$$

m0 : 試料採取量(g)

m1 : 脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m2 : 脂肪回収容器の重量 (g)

m3 : ブランクテストにおける脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m4 : ブランクテストにおける脂肪回収容器の重量 (g)

図9 AOAC Official Method 945.48 Evaporated Milk (Unsweetened)フローチャート

脂肪回収容器の準備

脂肪回収容器

乾燥 (100 ±1 30分以上)

放冷 (デシケータ使用)

重量測定 m_2

試料の準備

加温 (水浴中 60)

混合 (15分ごと 2時間)

冷却 (室温)

冷却 (20)

測定操作

マジョニア管

+ 試料採取 4~5g m_0

+ 水 7ml

試料が溶けるまで加温しながら混ぜる (40~50)

+ アンモニア水 1.25ml

+ エタノール 10ml

+ ジエチルエーテル 25ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 25ml

振とう抽出

遠心分離（約 600rpm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

+ エタノール 5ml

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（約 600rpm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

+ ジエチルエーテル 15ml

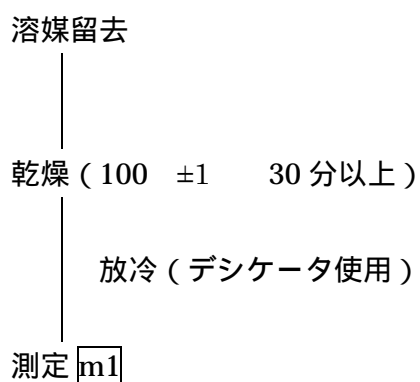
振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（約 600rpm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する



ブランクテスト

試料を水 10ml に置き換えたものを 2 連で同時に実施する m3

計算

$$\frac{(m1 - m2) - m3}{m0} \times 100\%$$

m0 : 試料採取量 (g)

m1 : 脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m2 : 脂肪回収容器の重量 (g)

m3 : ブランクテストにおける抽出残留物の平均重量 (g)

4.4 加糖練乳の乳固形分（全固形分）

試料は 6 試料を用いて併行測定回数は 3 回とし、4 試験所による共同試験を実施した。加糖練乳の乳固形分は米国において規格がないため、乳等省令法「別表二(七)(1)2a 濃縮乳、脱脂濃縮乳、無糖練乳、無糖脱脂練乳、加糖練乳及び加糖脱脂練乳の乳固形分の定量法」と ISO 法「ISO 6734:2010/IDF 15:2010 Sweetened condensed milk - Determination of total solids content (Reference method)」の 2 法を比較した。乳等省令における加糖練乳の乳固形分は、乾燥物質のパーセント量を測定後、別に定める方法により定量したしよ糖のパーセント量を差し引くことによって求めることとされている。

一方、ISO 6734:2010/IDF 15:2010 は total solids content を測定する試験法であるため、乳等省令法においては、しよ糖を差し引く前までの結果(全固形分)を比較し、全固形分の結果として取りまとめることとした。それぞれのフローチャートを図 10、11 に示す。

図 10 乳等省令 別表二(七)(1)2a 濃縮乳、脱脂濃縮乳、無糖練乳、無糖脱脂練乳、加糖練乳及び加糖脱脂練乳の乳固形分の定量法フローチャート

試料の前処理

試料採取(20 g) $W1$

|
+ 温水で希釈

メスフラスコ(100ml)に入れて定容し希釈試料とする

測定操作

秤量皿

|

乾燥(98 ~ 100、乾燥器) 恒量測定 $W2$

|

+ 希釈試料(5ml 試料 1 g 相当量)

予備加熱 (水浴上)

|

乾燥(98 ~ 100、乾燥器) 恒量測定 $W3$

$$\text{全固形分} = \frac{W3 - W2}{W1 \times \frac{5}{100}} \times 100$$

<p>W1 : 試料重量(g) W2 : 秤量皿重量(g) W3 : 秤量皿と乾燥物重量(g)</p>

加糖練乳及び加糖脱脂練乳においてはしよ糖のパーセント量を引いたものを乳固形分のパーセント量とする。

図 11 ISO6734:2010/IDF15:2010 Sweetened condensed milk -Determination of total solids content(Reference method)フローチャート

平底皿の準備

平底皿（高さ 20 ~ 25 mm、直径 50 ~ 75 mm）、蓋（容易に取り外し可能なもの）

- + 攪拌棒
- + 石英砂または海砂 25g

乾燥（102 ±2 1 時間以上）

放冷（デシケータ使用 45 分以上）

重量測定 m_0

試料の準備

加温（水浴中 30 ~ 40 ）

冷却（20 ~ 25 ）

測定操作

平底皿

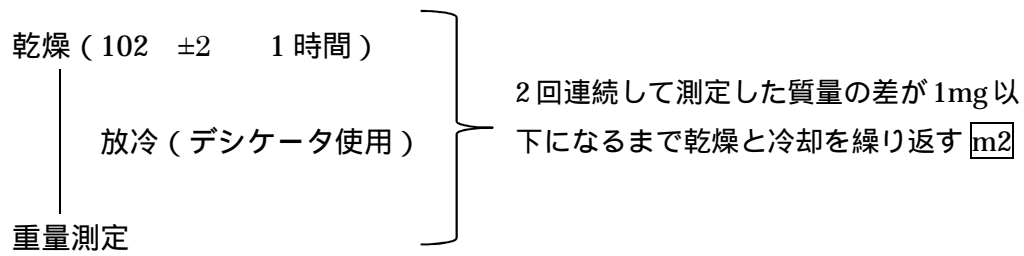
- + 試料採取（2g） m_1
- + 水 5ml

加熱（沸騰水浴上 30 分間）

乾燥（102 ±2 2 時間）

放冷（デシケータ使用 45 分以上）

重量測定



計算

$$\frac{m2 - m0}{m1 - m0} \times 100\%$$

m0 : 平底皿と蓋の重量 (g)

m1 : 平底皿と蓋及び試料の重量 (g)

m2 : 平底皿と蓋及び乾燥した試料の重量 (g)

4.5 加糖練乳の乳脂肪分

試料は 6 試料を用いて併行測定回数は 3 回とし、4 試験所による共同試験を実施した。乳等省令法「別表二(七)(1)3b 濃縮乳、無糖練乳、加糖練乳、全粉乳、クリームパウダー、加糖粉乳及びクリームの乳脂肪分の定量法」と ISO 法「ISO 1737:2008/IDF 13:2008 Evaporated milk and sweetened condensed milk - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method)」、OMA 法「AOAC Official Method 920.115 Sweetened Condensed Milk, *Codex-Adopted-AOAC Method*, section 33.4.02」の 3 法を比較した。それぞれのフローチャートを図 12、13、14 に示す。

図 12 乳等省令 別表二(七)(1)3b 濃縮乳、無糖練乳、加糖練乳の乳脂肪分の定量法フローチャート

試料の前処理

試料採取(20 g) **W1**

↓
+ 温水で希釈

メスフラスコ(100ml)に入れて定容し希釈試料とする

測定操作

リョーリツヒ管

↓
+ 希釈試料 10ml
+ アンモニア水 2ml
+ エタノール 10ml
+ エーテル 25ml

振とう抽出

↓
+ 石油エーテル 25ml

振とう抽出

↓
2時間以上静置後、上澄液を恒量 **W2** を求めたビーカーに入れる

↓
溶剤を揮発

↓
乾燥器内(100 ~ 105 1時間)

↓
重量測定 **W3**

} さらに1回
繰り返す

$$\text{乳脂肪分} = \frac{W3 - W2}{W1 \times \frac{10}{100}} \times 100\%$$

W1 : 試料重量(g)

W2 : ビーカー重量(g)

W3 : ビーカーと抽出物重量(g)

図 13 ISO1737:2008/IDF13:2008 Evaporated milk and sweetened condensed milk - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method) フロートチャート

脂肪回収容器の準備

脂肪回収容器

乾燥 (102 ±2 1 時間)

放冷 (デシケータ使用不可 30 分以上)

重量測定 m2

< 濃縮乳 > 試料の準備

加温 (水浴中 40 ~ 60)

< 加糖練乳 (密閉缶試料の場合) > 試料の準備

加温 (水浴中 30 ~ 40)

混合 (15 分ごと 2 時間)

冷却 (室温)

測定操作

脂肪抽出フラスコ

+ 試料採取 (濃縮乳 4 ~ 5g 加糖練乳 2 ~ 2.5g) m0

+ 約 50 の温水 (総量 10 ~ 11ml になるように)

+ アンモニア水 2mL

+ エタノール 10mL

+ ジエチルエーテル 25ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 25ml

振とう抽出

遠心分離（80～90g、1～5分）もしくは30分以上静止

上層を脂肪回収容器に回収する

+ エタノール 5ml
+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（80～90g、1～5分）もしくは30分以上静止

上層を脂肪回収容器に回収する

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

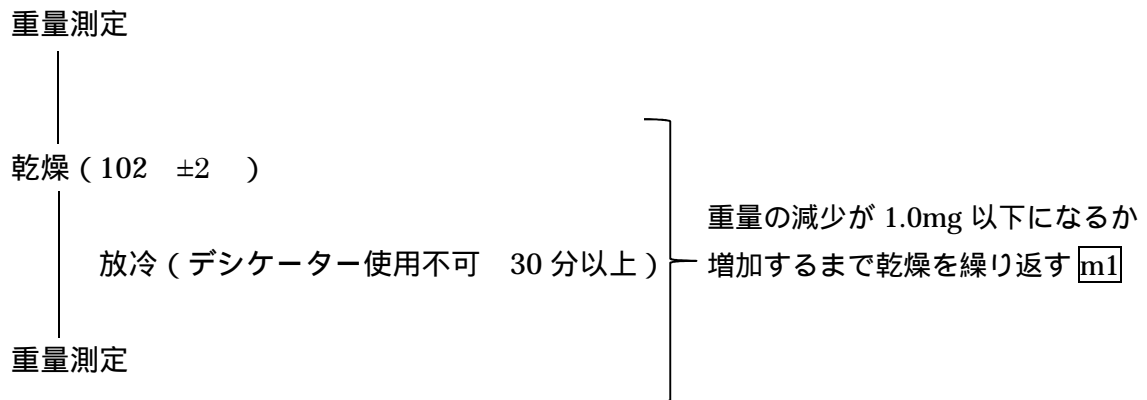
遠心分離（80～90g、1～5分）もしくは30分以上静止

上層を脂肪回収容器に回収する

溶媒留去

乾燥（102 ±2 1時間）

放冷（デシケータ使用不可 30分以上）



ブランクテストの実施

試料を水 10ml に置き換えたものを同時に実施する [m3] [m4]

計算

$$\frac{(m1 - m2) - (m3 - m4)}{m0} \times 100\%$$

m0 : 試料採取量(g)

m1 : 脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m2 : 脂肪回収容器の重量 (g)

m3 : ブランクテストにおける脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m4 : ブランクテストにおける脂肪回収容器の重量 (g)

図 14 AOAC Official Method 920.115 Sweetened Condensed Milk, *Codex-Adopted-AOAC Method* フローチャート

脂肪回収容器の準備

脂肪回収容器



乾燥 (100 ±1 30 分以上)



放冷 (デシケータ使用)

重量測定 m2

試料の準備

試料 (未開封)



加温 (水浴中 30 ~ 35)

測定操作

マジョニア管



- + 試料採取 2 ~ 2.5gml m0
- + 水 (総量約 10.5ml になるように)
- + アンモニア水 1.25ml
- + エタノール 10ml
- + ジエチルエーテル 25ml

振とう抽出



- + 石油エーテル 25ml

振とう抽出



遠心分離 (約 600rpm、30 秒以上)



上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

- + エタノール 5ml
- + ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

- + 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（約 600rpm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

- + ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

- + 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（約 600rpm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

溶媒留去

乾燥（100 ±1 30 分以上）

放冷（デシケータ使用）

測定 m1

ブランクテスト

試料を水 10ml に置き換えたものを 2 連で同時に実施する m_3

計算

$$\frac{(m_1 - m_2) - m_3}{m_0} \times 100\%$$

m_0 : 試料採取量 (g)

m_1 : 脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m_2 : 脂肪回収容器の重量 (g)

m_3 : ブランクテストにおける抽出残留物の平均重量 (g)

C. 研究結果

(1) アイスクリーム類における乳脂肪分の試験法の比較

アイスクリーム類の乳脂肪分の試験法について、乳等省令法、OMA法の2法による測定結果を比較した。平均値は、乳等省令法がOMA法より低い傾向が見られ

た。(表1、図15)。室間再現相対標準偏差は、乳等省令法はOMA法に比べ大きい傾向が見られた(表2)。また、X-Yプロットによって2つの試験法について比較したところ、乳等省令法とOMA法による近似曲線の決定係数は $R^2=0.9982$ であった。(図16)。

表1 アイスクリーム類の乳脂肪分における平均値の比較

	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5	試料6
乳等省令法	6.26	3.45	8.07	3.86	8.95	8.59
OMA法	6.67	3.62	8.63	4.11	9.84	9.11

図15 アイスクリーム類の乳脂肪分における平均値の比較(濃度順並べ替え)

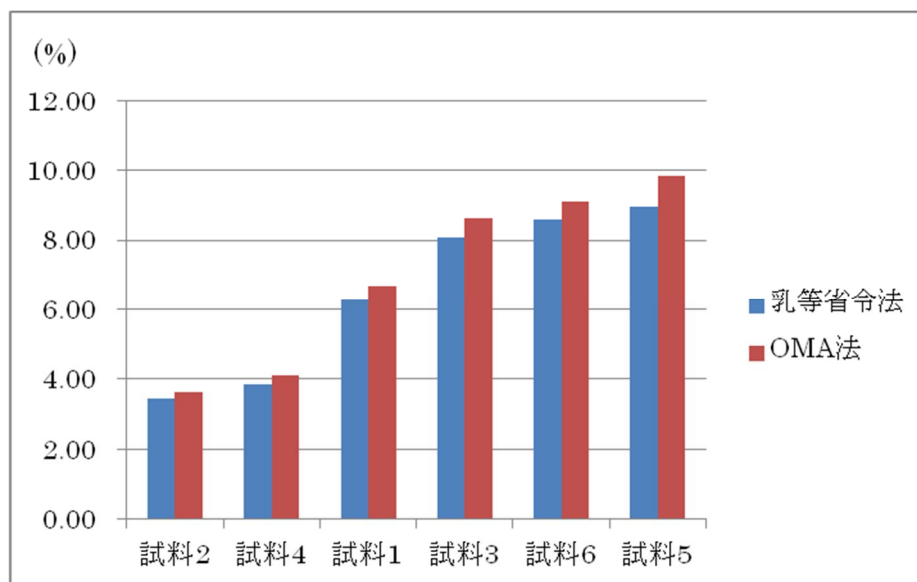


表2 アイスクリーム類の乳脂肪分における精度指標比較

乳等省令法

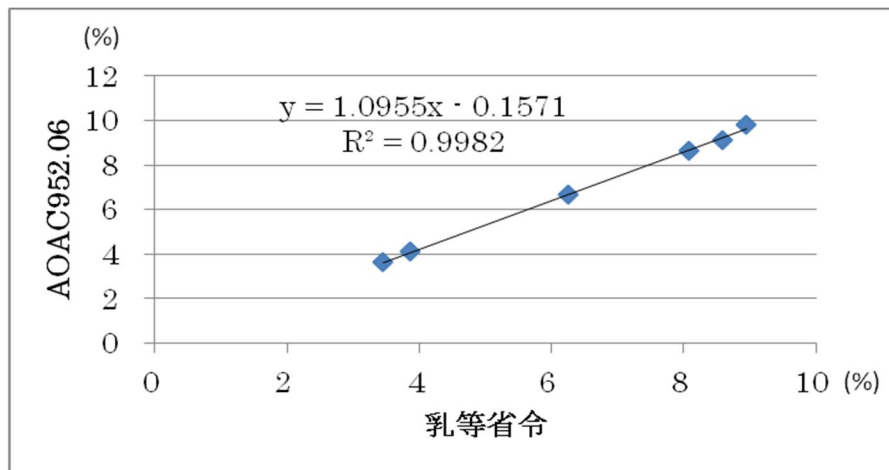
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	3	3	3	3	3	3	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	6.26	3.45	8.07	3.86	8.95	8.59	6.53
併行標準偏差 S_r (%)	0.024	0.012	0.037	0.036	0.029	0.021	0.027
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.067	0.032	0.104	0.101	0.082	0.060	0.074
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.4	0.3	0.5	0.9	0.3	0.2	0.4
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.211	0.150	0.362	0.113	0.407	0.319	0.261
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.592	0.421	1.015	0.316	1.139	0.895	0.730
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	3.4	4.4	4.5	2.9	4.5	3.7	3.9

AOAC952.06

試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	3	3	3	3	3	3	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	6.67	3.62	8.63	4.11	9.84	9.11	7.00
併行標準偏差 S_r (%)	0.020	0.016	0.022	0.014	0.022	0.019	0.019
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.056	0.046	0.063	0.040	0.062	0.053	0.053
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.3	0.5	0.3	0.3	0.2	0.2	0.3
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.032	0.015	0.032	0.013	0.047	0.060	0.033
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.088	0.041	0.090	0.036	0.131	0.168	0.092
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.5	0.4	0.4	0.3	0.5	0.7	0.4

図 16 アイスクリーム類の乳脂肪分における X-Y プロット

乳等省令法 - AOAC952.06



(2)濃縮乳・無糖練乳における乳固形分の試験法の比較

濃縮乳・無糖練乳の乳固形分の試験法について、乳等省令法、ISO法、OMA法の990.19(AOAC990.19)及び990.20(AOAC990.20)の4法による測定結果を比較した。AOAC990.19及びAOAC990.20がほぼ同じ値で高く、次いでISO法、乳等省令法という傾向が見られた。室間再現相対標準偏差は大きい順にISO法、乳等省令法とAOAC990.19、

AOAC990.20であった。(表3、図17、表4)。また、X-Yプロットによってそれぞれの試験法を比較した。近似曲線の決定係数は、乳等省令法とISO法は $R^2=0.9998$ 、乳等省令法とAOAC990.19は $R^2=1$ 、乳等省令法とAOAC990.20は $R^2=1$ 、ISO法とAOAC990.19は $R^2=0.9995$ 、ISO法とAOAC990.20は $R^2=0.9995$ 、AOAC990.19とAOAC990.20は $R^2=0.9995$ であった(図18)。

表3 濃縮乳・無糖練乳の乳固形分における平均値の比較

	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5	試料6
乳等省令法	26.55	26.54	26.45	35.82	27.65	27.64
ISO法	26.70	26.68	26.68	35.75	27.74	27.68
OMA990.19	26.77	26.75	26.69	36.04	27.88	27.81
OMA990.20	26.71	26.70	26.64	36.04	27.95	27.91

図17 濃縮乳・無糖練乳の乳固形分における平均値の比較(濃度順並べ替え)

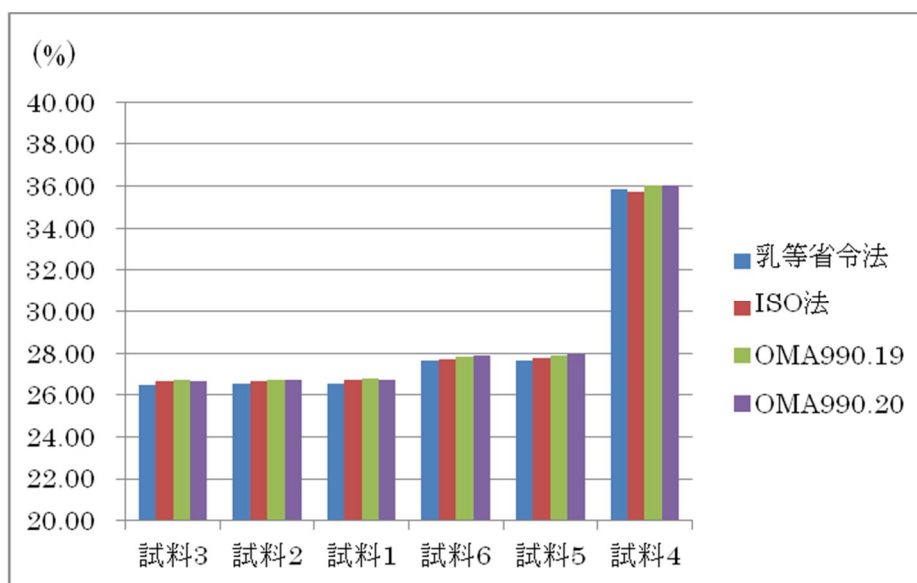


表 4 濃縮乳・無糖練乳の乳固形分における精度指標比較

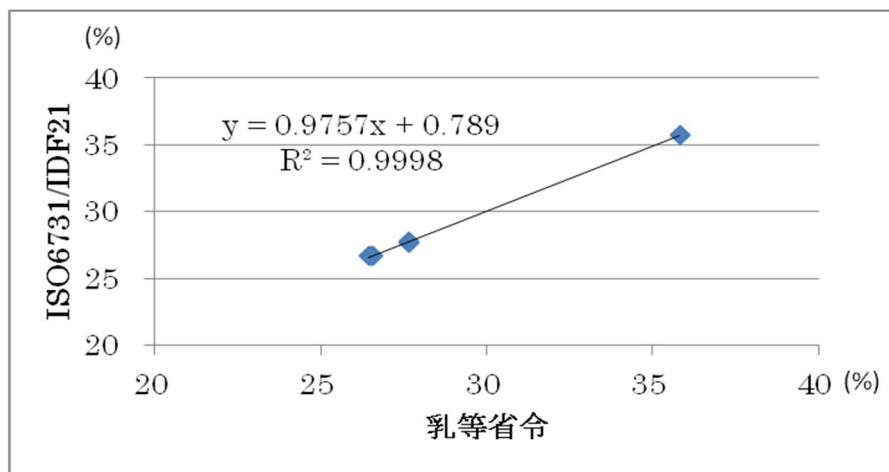
乳等省令法							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	26.55	26.54	26.45	35.82	27.65	27.64	28.44
併行標準偏差 S_r (%)	0.073	0.032	0.046	0.071	0.039	0.014	0.046
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.205	0.091	0.128	0.199	0.110	0.038	0.129
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.3	0.1	0.2	0.2	0.1	0.0	0.2
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.166	0.102	0.088	0.108	0.177	0.147	0.131
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.464	0.285	0.247	0.304	0.495	0.410	0.367
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.6	0.4	0.3	0.3	0.6	0.5	0.5
ISO6731:2010/IDF21:2010							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	26.70	26.68	26.68	35.75	27.74	27.68	28.54
併行標準偏差 S_r (%)	0.038	0.037	0.034	0.098	0.049	0.044	0.050
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.107	0.103	0.096	0.276	0.138	0.124	0.140
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.1	0.1	0.1	0.3	0.2	0.2	0.2
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.192	0.222	0.315	0.316	0.153	0.224	0.237
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.538	0.621	0.881	0.884	0.429	0.627	0.663
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.7	0.8	1.2	0.9	0.6	0.8	0.8
AOAC990.19							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	26.77	26.75	26.69	36.04	27.88	27.81	28.66
併行標準偏差 S_r (%)	0.025	0.048	0.026	0.037	0.026	0.025	0.031
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.071	0.135	0.072	0.103	0.074	0.071	0.088
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.1	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.131	0.187	0.154	0.167	0.110	0.025	0.129
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.366	0.523	0.432	0.467	0.308	0.071	0.361
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.5	0.7	0.6	0.5	0.4	0.1	0.5

AOAC990.20

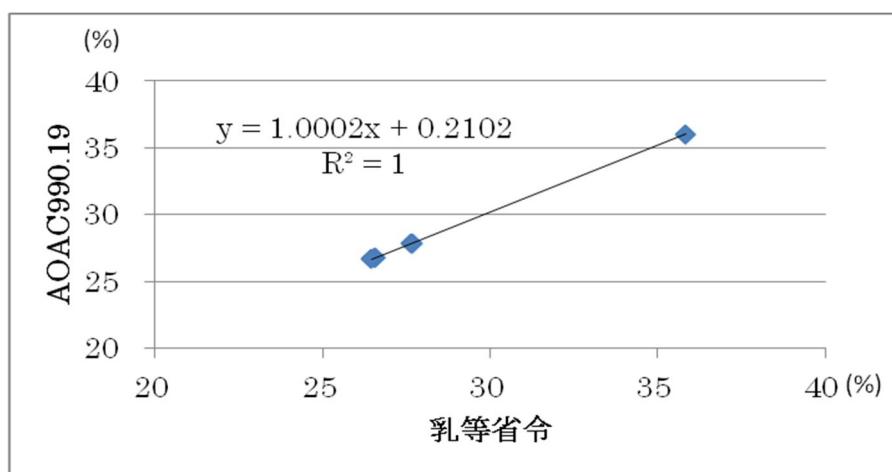
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	總平均
參加試驗所數	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均值(%)	26.71	26.70	26.64	36.04	27.95	27.91	28.66
併行標準偏差 S_r (%)	0.037	0.033	0.027	0.055	0.032	0.060	0.040
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.103	0.093	0.075	0.153	0.089	0.168	0.113
併行相對標準偏差 RSD_r (%)	0.1	0.1	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.058	0.043	0.036	0.191	0.148	0.060	0.089
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.162	0.121	0.101	0.535	0.415	0.168	0.250
室間再現相對標準偏差 RSD_R (%)	0.2	0.2	0.1	0.5	0.5	0.2	0.3

図 18 濃縮乳・無糖練乳の乳固形分における X-Y プロット

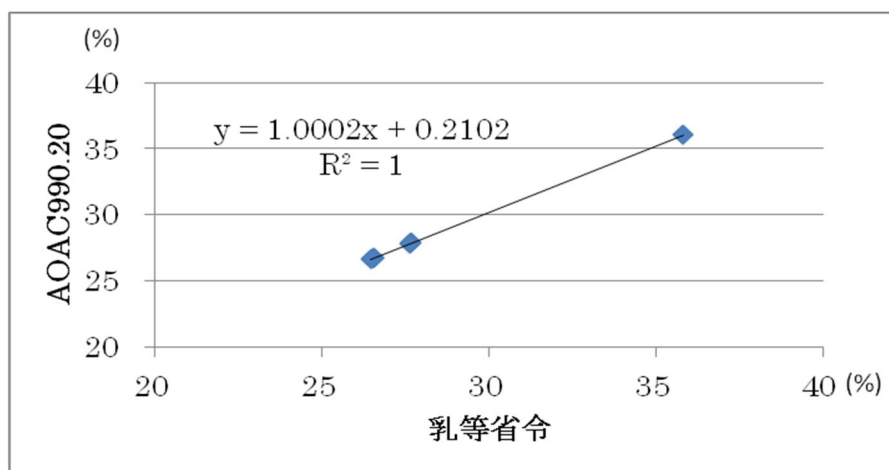
乳等省令法 - ISO6731:2010/IDF21:2010



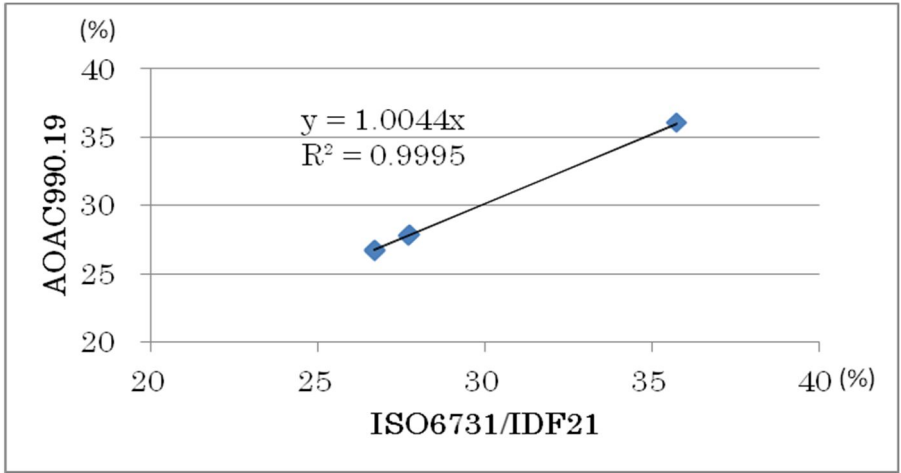
乳等省令法 - AOAC990.19



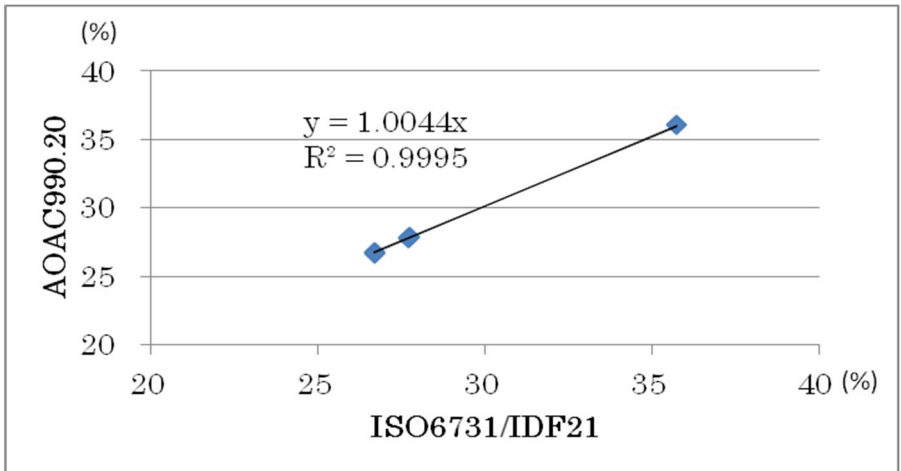
乳等省令法 - AOAC990.20



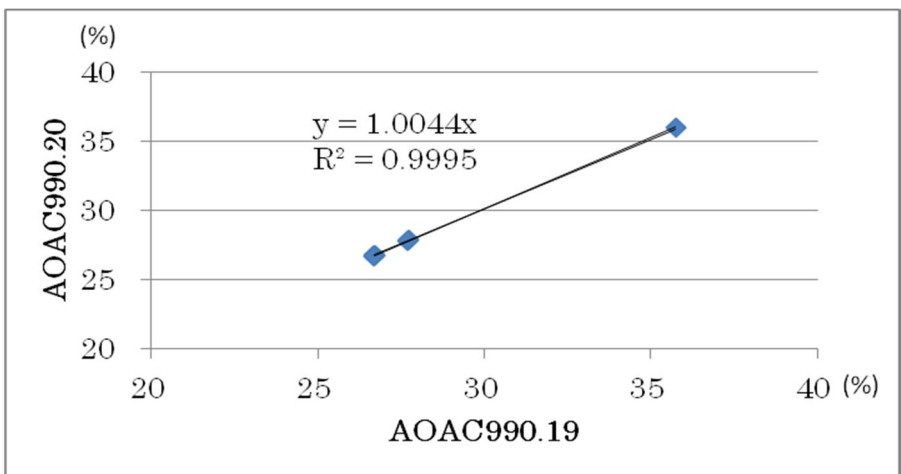
ISO6731:2010/IDF21:2010 - AOAC990.19



ISO6731:2010/IDF21:2010 - AOAC990.20



AOAC990.19 - AOAC990.20



(3)濃縮乳・無糖練乳における乳脂肪分の試験法の比較

濃縮乳・無糖練乳の乳脂肪分の試験法について、乳等省令法、ISO法、OMA法の3法による測定結果を比較した。平均値は、ISO法、OMA法に比べて乳等省令法が低い傾向が見られた(表5、図19)。室間再現標準偏差はISO法、OMA法に

比べて乳等省令法が大きい傾向が見られた(表6)。また、X-Yプロットによってそれぞれの試験法を比較した。近似曲線の決定係数は、乳等省令法とISO法は $R^2=0.9993$ 、乳等省令とOMA法は $R^2=0.9996$ 、ISO法とOMA法は $R^2=0.9999$ であった(図20)。

表5 濃縮乳・無糖練乳の乳脂肪分における平均値の比較

(%)

	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5	試料6
乳等省令法	7.55	7.45	7.55	9.78	7.50	7.47
ISO法	8.02	7.93	7.99	10.53	7.99	7.98
OMA法	8.01	7.92	7.98	10.51	7.98	7.94

図19 濃縮乳・無糖練乳の乳脂肪分における平均値の比較(濃度順並べ替え)

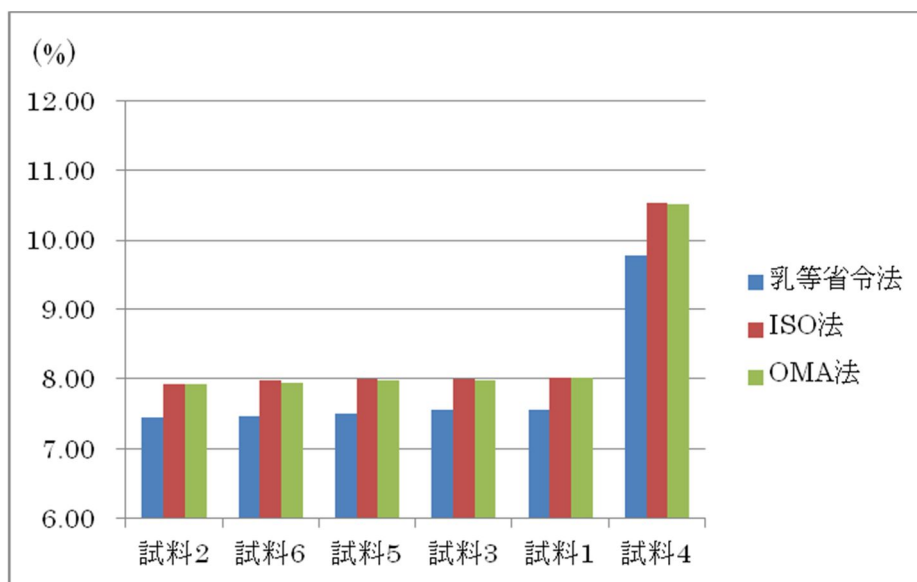
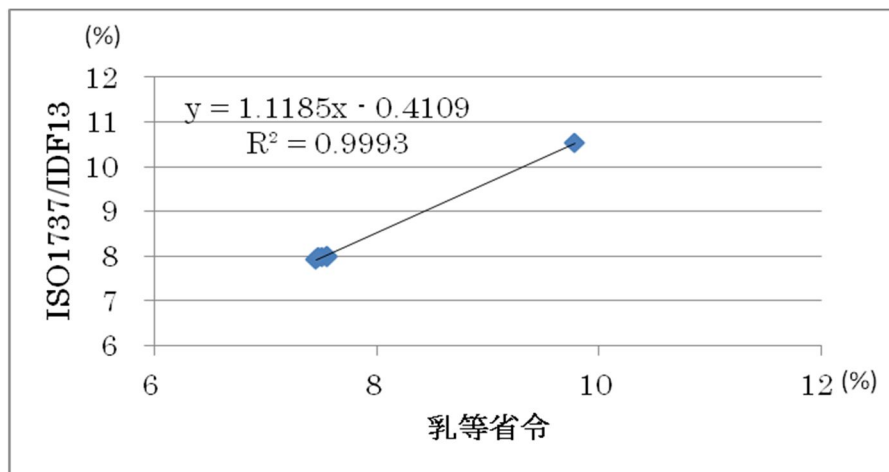


表 6 濃縮乳・無糖練乳の乳脂肪分における精度指標比較

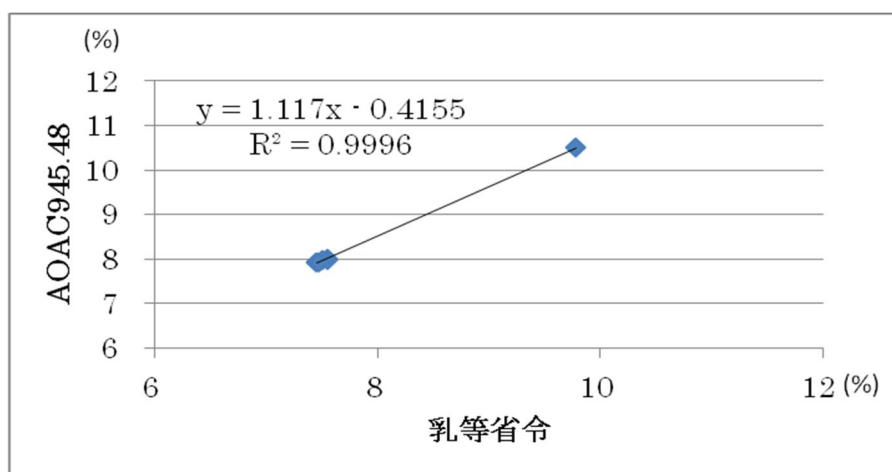
乳等省令法							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	5	5	5	5	5	5	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	7.55	7.45	7.55	9.78	7.50	7.47	7.88
併行標準偏差 S_r (%)	0.020	0.032	0.033	0.031	0.026	0.039	0.030
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.055	0.090	0.092	0.088	0.073	0.110	0.085
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.3	0.4	0.4	0.3	0.3	0.5	0.4
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.084	0.095	0.053	0.396	0.093	0.119	0.140
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.237	0.266	0.147	1.110	0.260	0.333	0.392
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	1.1	1.3	0.7	4.1	1.2	1.6	1.7
ISO1737:2008/IDF13:2008							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	5	5	5	5	5	5	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	8.02	7.93	7.99	10.53	7.99	7.98	8.41
併行標準偏差 S_r (%)	0.010	0.013	0.010	0.018	0.015	0.009	0.013
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.027	0.038	0.029	0.049	0.042	0.026	0.035
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.1	0.2	0.1	0.2	0.2	0.1	0.1
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.016	0.023	0.030	0.055	0.046	0.014	0.031
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.044	0.066	0.085	0.153	0.128	0.040	0.086
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.2	0.4
AOAC945.48							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	5	5	5	5	5	5	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	8.01	7.92	7.98	10.51	7.98	7.94	8.39
併行標準偏差 S_r (%)	0.013	0.010	0.019	0.013	0.013	0.012	0.013
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.037	0.027	0.053	0.037	0.037	0.034	0.037
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.2	0.1	0.2	0.1	0.2	0.2	0.2
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.015	0.019	0.026	0.061	0.034	0.012	0.028
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.041	0.053	0.072	0.170	0.096	0.034	0.078
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.2	0.2	0.3	0.6	0.4	0.2	0.3

図 20 濃縮乳・無糖練乳の乳脂肪分における X-Y プロット

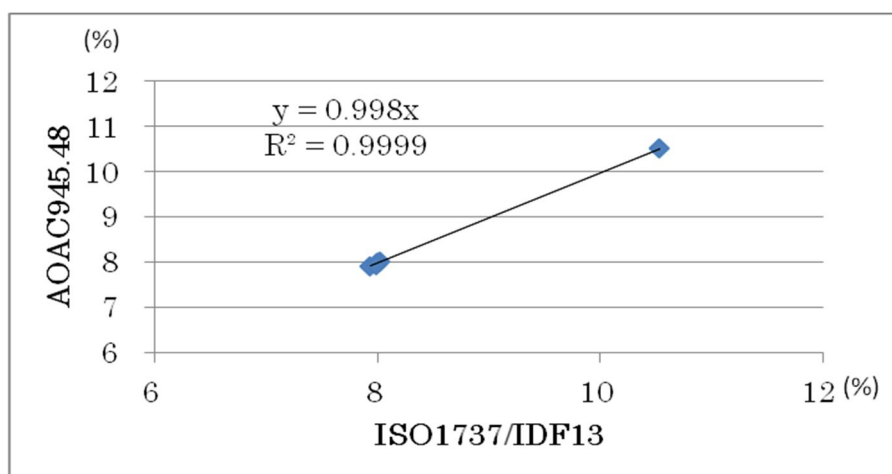
乳等省令法 - ISO1737:2008/IDF13:2008



乳等省令法 - AOAC945.48



ISO1737:2008/IDF13:2008 - AOAC945.48



(4) 加糖練乳における全固形分の試験法の比較

加糖練乳の全固形分の試験法について、乳等省令法、ISO法の2法による測定結果を比較した。平均値は、乳等省令法がISO法より高い傾向が見られた。(表7、図21)。室間再現相対標準偏差は、乳等省

令法が高かった(表8)。また、X-Yプロットによってそれぞれの試験法を比較したところ、乳等省令法とISO法による近似曲線の決定係数は $R^2=0.9351$ であった。(図22)。

表7 加糖練乳の全固形分における平均値の比較

	試料1	試料2	試料3	試料4	試料5	試料6
乳等省令法	73.90	73.85	74.12	74.16	74.40	74.23
ISO法	72.93	72.92	73.08	73.28	73.56	73.40

図21 加糖練乳の全固形分における平均値の比較(濃度順並べ替え)

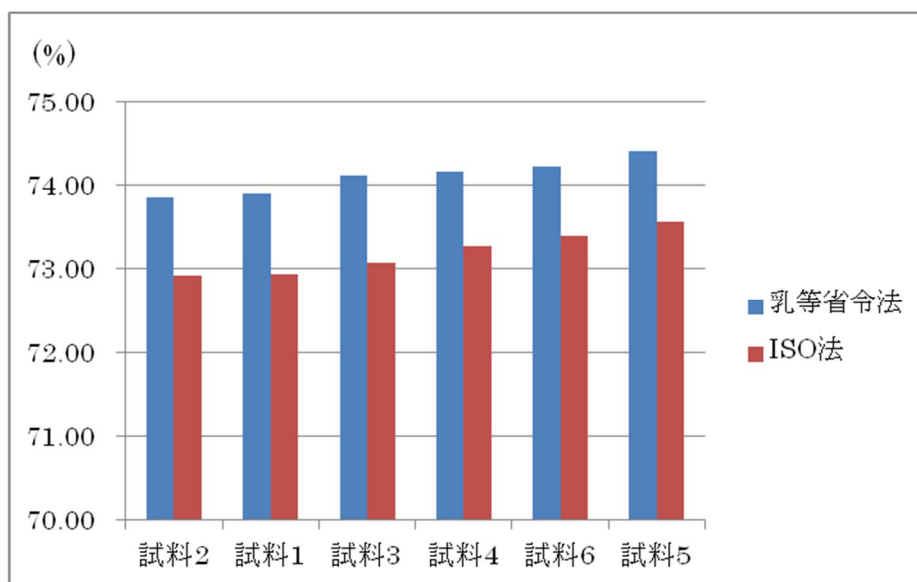
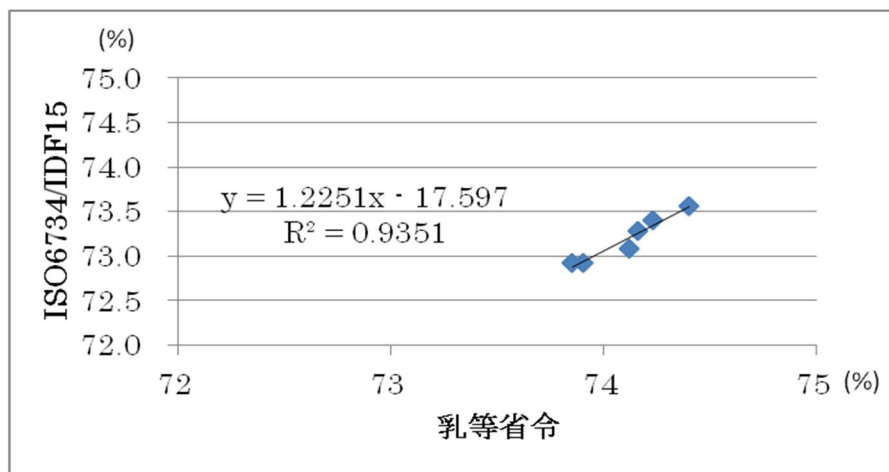


表 8 加糖練乳の全固形分における精度指標比較

乳等省令法							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	73.90	73.85	74.12	74.16	74.40	74.23	74.11
併行標準偏差 S_r (%)	0.077	0.128	0.119	0.117	0.136	0.104	0.113
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.216	0.358	0.335	0.326	0.382	0.290	0.318
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2	0.1	0.2
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.415	0.360	0.314	0.279	0.466	0.340	0.362
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	1.162	1.008	0.878	0.780	1.306	0.952	1.014
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.6	0.5	0.4	0.4	0.6	0.5	0.5
ISO6734:2010/IDF15:2010							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	72.93	72.92	73.08	73.28	73.56	73.40	73.20
併行標準偏差 S_r (%)	0.053	0.101	0.042	0.053	0.070	0.020	0.056
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.147	0.282	0.117	0.147	0.197	0.057	0.158
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.1
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.141	0.229	0.130	0.359	0.307	0.084	0.208
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.394	0.640	0.365	1.005	0.860	0.236	0.583
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.2	0.3	0.2	0.5	0.4	0.1	0.3

図 22 加糖練乳の全固形分における X-Y プロット

乳等省令法 - ISO6734:2010/IDF15:2010



(5) 加糖練乳における乳脂肪分の試験法の比較

加糖練乳の乳脂肪分について、乳等省令法、ISO法、OMA法の3法による測定結果を比較した。平均値は、ISO法、OMA法に比べて乳等省令法が低い傾向が見られた(表9、図23)。室間再現相対標準偏差は大きい順に乳等省令法、OMA法、

ISO法であった。(表10)。また、X-Yプロットによってそれぞれの試験法を比較した。近似曲線の決定係数は乳等省令法とISO法は $R^2=0.7947$ 、乳等省令とOMA法は $R^2=0.9159$ 、ISO法とOMA法は $R^2=0.8832$ であった(図24)。

表9 加糖練乳の乳脂肪分における平均値の比較

	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6
乳等省令法	7.78	7.48	7.61	7.91	7.99	7.89
ISO法	8.20	8.16	8.22	8.41	8.50	8.47
OMA法	8.30	8.16	8.21	8.38	8.49	8.47

(%)

図23 加糖練乳の乳脂肪分における平均値の比較(濃度順並べ替え)

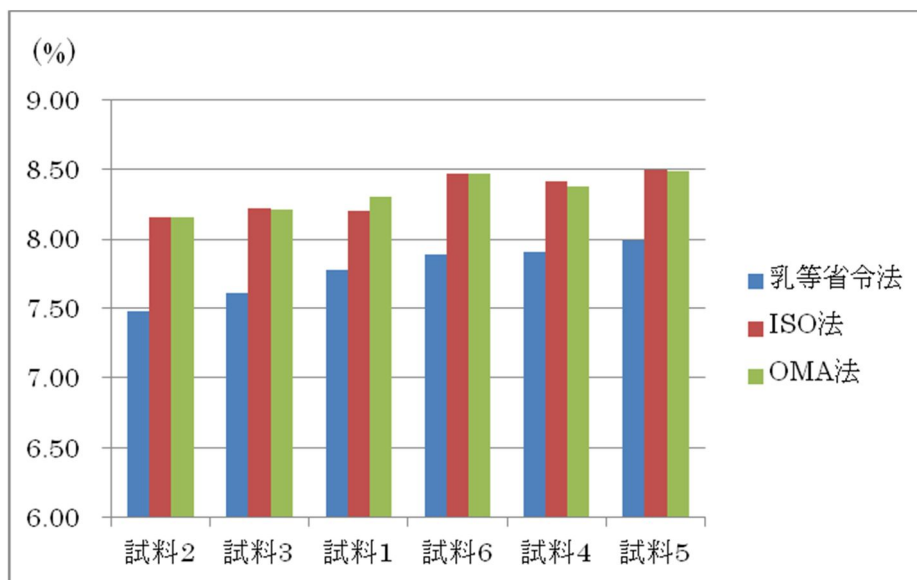
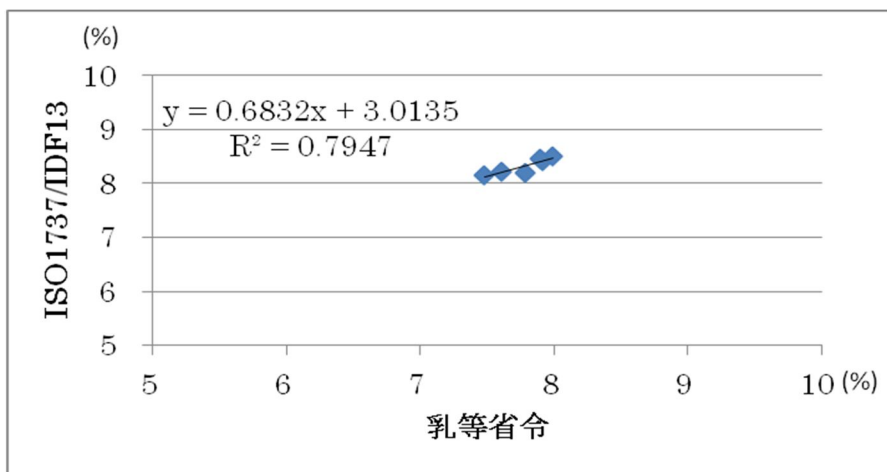


表 10 加糖練乳の乳脂肪分における精度指標比較

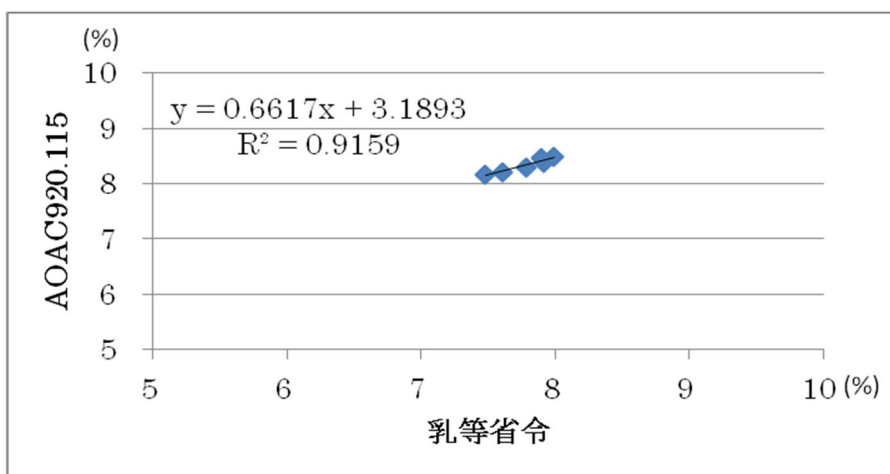
乳等省令法							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	7.78	7.48	7.61	7.91	7.99	7.89	7.78
併行標準偏差 S_r (%)	0.029	0.028	0.036	0.011	0.024	0.029	0.026
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.082	0.078	0.102	0.031	0.068	0.082	0.074
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.4	0.4	0.5	0.1	0.3	0.4	0.3
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.107	0.430	0.303	0.112	0.134	0.179	0.211
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.300	1.203	0.847	0.313	0.376	0.502	0.590
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	1.4	5.7	4.0	1.4	1.7	2.3	2.7
ISO1737:2008/IDF13:2008							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	8.20	8.16	8.22	8.41	8.50	8.47	8.33
併行標準偏差 S_r (%)	0.027	0.029	0.011	0.023	0.011	0.014	0.019
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.075	0.081	0.030	0.064	0.030	0.038	0.053
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.3	0.4	0.1	0.3	0.1	0.2	0.2
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.053	0.029	0.038	0.038	0.019	0.041	0.036
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.149	0.081	0.107	0.107	0.052	0.115	0.102
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.7	0.4	0.5	0.5	0.2	0.5	0.4
AOAC920.115							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	8.30	8.16	8.21	8.38	8.49	8.47	8.34
併行標準偏差 S_r (%)	0.012	0.022	0.020	0.013	0.018	0.043	0.021
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.034	0.060	0.057	0.037	0.050	0.122	0.060
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.1	0.3	0.2	0.2	0.2	0.5	0.3
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.259	0.053	0.037	0.076	0.033	0.043	0.083
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.725	0.148	0.105	0.212	0.091	0.122	0.234
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	3.1	0.6	0.5	0.9	0.4	0.5	1.0

図 24 加糖練乳の乳脂肪分における X-Y プロット

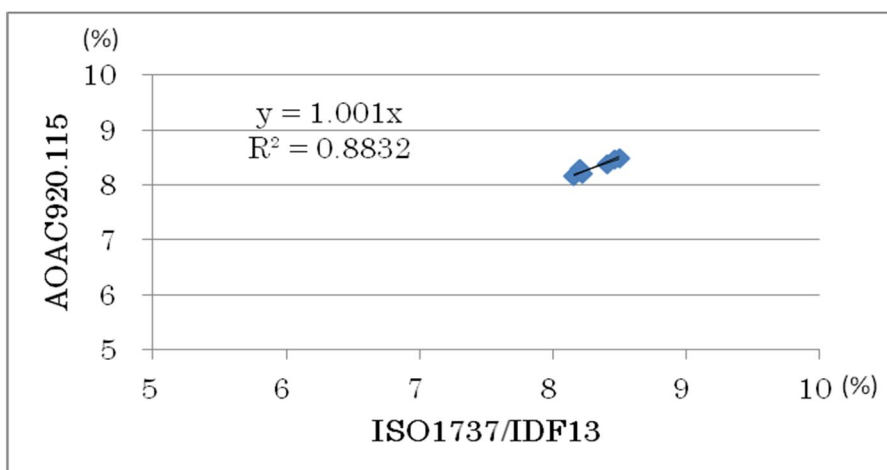
乳等省令法 - ISO1737:2008/IDF13:2008



乳等省令法 - AOAC920.115



ISO1737:2008/IDF13:2008 - AOAC920.115



D. 考察

(1) アイスクリーム類における試験法の比較

アイスクリーム類の乳脂肪分の試験法として比較した乳等省令法及び OMA 法は、いずれも原理的には同じ重量法であるが、脂肪抽出を行う器具に違いがある。乳等省令法には「レーリツヒ管」が、OMA 法には「マジョニア管」が規定されている。このことは平成 28 年度に比較試験を実施したクリームと同じである。なお、乳等省令において、クリームの試験法である「別表二(七)(1)3b 濃縮乳、無糖練乳、加糖練乳全粉乳、クリームパウダー、加糖粉乳及びクリームの乳脂肪分の定量法」では「リヨーリツヒ管」、アイスクリーム類の試験法である「別表二(七)(2)4 乳脂肪分の定量法」では「レーリツヒ管」とそれぞれ記載に違いがあるが、器具自体は同じものとして比較試験を実施した。

測定値の比較において、乳等省令法は OMA 法より平均値が脂肪分値として約 0.5% 低かった。OMA 法の Reproducibility (反復精度) は 0.056% である。この数値は一つの試験法についての複数の試験所間の許容差であるが、これを複数の試験法間で同等の結果が出せるかをみる指標としてあてはめれば、ISO 法と OMA 法はいずれの指標でも許容範囲内にあり、乳等省令法は許容範囲外である。また、ばらつきについては、室間再現相対標準偏差の総平均は、OMA 法が 0.4%、乳等省令法は 3.9% であり、併行相対標準偏差は、OMA 法が 0.3%、乳等省令法は 0.4% であった。併行相対標準偏差は OMA 法と同等であり、室間再現相対

標準偏差は OMA 法の約 10 倍であったことから、乳等省令法は、同一試験所内における併行測定では OMA 法と同水準の精度で結果を出すことができるが、試験所間の差が大きく、試験の操作方法によって差が生じやすい試験法であると考えられた。

X-Y プロットは $R^2=0.9982$ であり非常に高い相関性が確認された。

レーリツヒ管とマジョニア管は、どちらもガラス製の脂肪抽出器具であるが、その形状は大きく異なる(図 1、図 2)。レーリツヒ管は、管の中央部付近にある側管から溶媒層を回収する構造になっており、その構造上側管より下に位置する溶媒層はレーリツヒ管内に残してしまうことになる。一方、マジョニア管は溶媒層を最後まで回収できる構造になっている。マジョニア管に比べてレーリツヒ管がロスを生じてしまう形状であることが、乳等省令法が低値となった原因であると考えられた。試験所間で生じる測定値の差も同様に抽出器具の違いに起因する操作方法の熟練度等に原因があるものではないかと考えられた。

マジョニア管適用への要望は、平成 27 年度に実施したアンケート調査でも指摘されており、また、日本国内においてもレーゼ・ゴットリーブ法を実施する際にレーリツヒ管同様に用いることができるとされている⁽¹⁾。

(2) 濃縮乳・無糖練乳における試験法の比較

2.1 濃縮乳・無糖練乳の乳固形分

比較試験を行った乳等省令法、ISO 法、

OMA990.19 及び OMA990.20 の 4 試験法はいずれも直接乾燥法であるが、試料採取方法や、測定操作に少しずつ違いがある。

試料採取方法については、乳等省令法は試料 20g を 100ml メスフラスコで希釈し、希釈試料 10ml を容量採取する、ISO 法は試料 1 ~ 5g を直接重量採取する、AOAC990.19、AOAC990.20 は共通して試料 40g を水 60g で希釈し、希釈試料 4 ~ 5g を重量採取する、という違いがある。

乾燥条件については、乳等省令法は 98 ~ 100 で恒量になるまで、ISO 法は 102 ± 2 で 2 時間乾燥後、2 回連続して測定した質量の差が 1mg 以下になるまで 1 時間乾燥の繰り返し、AOAC990.19 は 100 ± 1 で 3 時間、AOAC990.20 は 100 ± 1 で 4 時間、という違いがある。また、乳等省令法、ISO 法、AOAC990.19 の 3 法は共通して、乾燥機で乾燥する前に沸騰水浴上で予備乾燥を行うことになっているが、AOAC990.20 は予備乾燥の工程なしに乾燥機で乾燥させることとなっている。

測定値の総平均値を比較した場合、AOAC990.19 と AOAC990.20 はいずれも 28.66% と同値であり、ISO 法は 28.54%、乳等省令法は 28.44% であった。ISO 法の反復精度は 0.50%、OMA 法の反復精度は AOAC990.19 が 0.013%、AOAC990.20 が 0.018% である。ISO 法の数値を指標としてあてはめれば、4 法はいずれも許容範囲内であるが、OMA 法の数値を指標としてあてはめれば、乳等省令法と OMA 法は許容範囲外である。また、ばらつきについては、室間再現相対標

準偏差は大きい順に ISO 法は 0.8%、乳等省令法と OMA990.19 は 0.5%、OMA990.20 は 0.3% であった。

X-Y プロットは 4 法いずれの組み合わせにおいても $R^2 > 0.999$ と非常に高い相関性が確認された。

2.2 濃縮乳・無糖練乳の乳脂肪分

比較試験を行った乳等省令法、ISO 法、OMA 法はいずれも原理的には同じ重量法であるが、脂肪抽出を行う器具に違いがある。乳等省令法には「リヨールツヒ管」が、OMA 法には「マジョニア管」が規定されており、このことはアイスクリーム類と同じである。

測定値の比較において、ISO 法と OMA 法の総平均値は 8.41% と 8.39%、乳等省令法は 7.88% であり、ISO 法及び OMA 法より脂肪分値として約 0.5% 低値であった。ISO 法の反復精度は 0.06% であり、OMA 法の反復精度は 0.056% である。これらの数値を指標としてあてはめれば、ISO 法と OMA 法はいずれの指標でも許容範囲内にあり、乳等省令法は許容範囲外である。

ばらつきについては、室間再現相対標準偏差の総平均は、ISO 法が 0.4%、OMA 法が 0.3%、乳等省令法は 1.7% であり、併行相対標準偏差は、ISO 法が 0.1%、OMA 法が 0.2%、乳等省令法が 0.4% であった。乳等省令法は、測定値は低く、試験所間の差が生じやすいというアイスクリーム類と同じ傾向であった。

X-Y プロットは、3 法いずれの組み合わせも $R^2 > 0.999$ と非常に高い相関性が確認された。

(3) 加糖練乳における試験法の比較

3.1 加糖練乳の全固形分

比較試験を行った乳等省令法と ISO 法は、いずれも原理的には同じ乾燥法であるが、乳等省令法は直接乾燥法であり、ISO 法は乾燥助剤法と呼ばれる方法である。乾燥助剤法は国内においても乳飲料等の全固形分の測定に一般的に用いられている方法である。乾燥助剤法は、直接法では水の蒸発が不完全な食品に適用される。すなわち、加熱乾燥にあたり、食品試料から水を効率よくかつ完全に蒸発させるには、蒸発面積を大きくすることと、水蒸気が食品組織から抜け出られる道を作ることが必要である。粘質状、液状、ペースト状などの食品は、そのままでは上記の条件を満たさないばかりか、加熱温度の上昇に伴って、水に溶解あるいは分散、乳化していた成分が、蒸発表面に被膜を形成し、乾燥が阻害されることがある。そこで乾燥助剤として精製ケイ砂やケイソウ土などを試料に混和し、蒸発表面積を大きくするなどして乾燥する方法が行われる⁽²⁾。

試料採取方法については、乳等省令法は試料 20g を 100ml メスフラスコで希釈し希釈試料 10ml を容量採取する、ISO 法は試料 2g を直接重量採取する、という違いがある。

乾燥条件については、乳等省令法が 98 ~ 100 で恒量になるまでであるのに対し、ISO 法は 102 ± 2 で 2 時間乾燥後 2 回連続して測定した質量の差が 1mg 以下になるまで 1 時間乾燥を繰り返す、という違いがある。

測定値の比較において、乳等省令法の総平均は 74.11% であり、ISO 法の 73.20% より固形分値として約 0.9% 高値であった。ISO 法の反復精度は 0.6% である。この数値を試験法間の指標としてあてはめれば、ISO 法と乳等省令法は許容範囲外である。乾燥助剤は、水分含量が高いことに加えて、糖質などの含量も比較的高い試料を効率的に乾燥させるために加える⁽³⁾とされており、約 44%⁽⁴⁾ とシヨ糖を多く含む加糖練乳は、直接法である乳等省令法では乾燥が不完全な状態となっていることが考えられた。ばらつきについては、室間再現相対標準偏差の総平均は、乳等省令法は 0.5%、ISO 法は 0.3% であった。

X-Y プロットは $R^2=0.9351$ であり、非常に高い相関性が確認された。

3.2 加糖練乳の乳脂肪分

比較試験を行った乳等省令法、ISO 法、OMA 法はいずれも同じ重量法であるが、脂肪抽出を行う器具に違いがある。乳等省令法には「リヨールツヒ管」が、OMA 法には「マジョニア管」が規定されており、このことはアイスクリーム類及び濃縮乳・無糖練乳と同じである。

測定値の比較において、ISO 法と OMA 法の総平均値は 8.33% と 8.34%、乳等省令法は 7.78% であり、ISO 法及び OMA 法より脂肪分値として約 0.5% 低値であった。ISO 法の反復精度は 0.06% であり、OMA 法の反復精度は 0.056% である。これらの数値を指標としてあてはめれば、ISO 法と OMA 法はいずれの指標でも許容範囲内にあり、乳等省令法は許容範囲

外である。また、ばらつきについては室間再現相対標準偏差の総平均は、ISO 法が 0.4%、OMA 法が 1.0%、乳等省令法は 2.7%であり、併行相対標準偏差は、ISO 法が 0.2%、OMA 法が 0.3%、乳等省令法は 0.3%であった。加糖練乳においても乳等省令法は測定値は低く、試験所間で差が出やすいというアイスクリーム類と同じ傾向であった。

X-Y プロットは、乳等省令法と ISO 法は $R^2=0.7947$ 、乳等省令法と OMA 法は $R^2=0.9159$ 、ISO 法と OMA 法は $R^2=0.8832$ であり、他の比較試験と比べて低値となった。このことは 6 試料の濃度差が広くとれなかったことによるものと考えられるが、それでも 3 法いずれの組み合わせも十分高い相関性はあると考える。

E. 結論

本研究により、初年度に実施したアンケート結果を参考に選定した代表的な品目の試験法について、海外の試験法との比較により、乳等省令法の精度や測定原理の違い等による測定結果の違いが確認され、改正について検討が必要な器具や操作法が明らかになった。

本研究では、乳等省令の成分規格に対応する海外の成分規格の試験法を整理し、該当する試験法を対象として比較試験を実施したが、対応する成分規格がない品目も多く存在したことから、これらの品目の試験法の国際整合をどのように進めるか、また、乳等省令においては「乳脂肪分」、「乳固形分」であるのに対して、国際的には「fat content」や「total solids

content」とされている成分規格をどう整合させていくのかなど、今後、成分規格と規格試験法を考えていく上での課題も明らかとなった。

(参考文献)

- (1) 日本薬学会(編)(1984). 乳製品試験法・注解 金原出版株式会社, pp87-88
- (2) 財団法人日本食品分析センター(編)(2001). 分析実務者が書いた五訂日本食品標準成分表分析マニュアルの解説 中央法規出版株式会社, p13
- (3) 安井明美・渡邊智子・中里孝史・淵上賢一(編)(2016). 日本食品標準成分表 2015 年版(七訂)分析マニュアル・解説 建帛社, p14
- (4) 文部科学省科学技術・学術審議会資源調査分科会(編)(2015). 日本食品標準成分表 2015 年版(七訂) 全国官報販売協同組合, pp174-175

F. 健康危険情報

なし

G. 研究発表

1. 論文発表

なし

2. 学会発表

国際酪農連盟日本国内委員会 理化学分析専門部会 / 添加物・汚染物質専門部会合同会議, 平成 29 年 7 月 18 日, 東京

都

一般社団法人日本乳業協会 生産技術
委員会，平成 29 年 8 月 30 日，東京都

H 知的財産権の出願・登録状況

1. 特許取得

なし

2. 実用新案登録

なし

3. その他

なし