

技術レポート

2 愛玩動物用飼料（ウェット製品）中の水分の測定法の間接精度評価のための枝分かれ実験

石橋 隆幸^{*}，田端 麻里^{*}

Nested experiment for Intermediate precision assessment of Determination of Moisture Content in Wet Pet Foods

Takayuki ISHIBASHI^{*} and Mari TABATA^{*}

(* Food and Agricultural Materials Inspection Center, Fertilizer and Feed Inspection Department)

1 緒 言

愛玩動物用飼料の成分規格等に関する省令¹⁾が平成21年6月1日に施行され、同省令別表の1の(4)に「成分規格が規定された物質の販売用愛玩動物用飼料中の含有量を算出するに当たっては、当該販売用愛玩動物用飼料中の水分の含有量が10%を超えるときは、その超える量を当該販売用愛玩動物用飼料の量から除外するものとし、当該販売用愛玩動物用飼料中の水分の含有量が10%に満たないときは、その不足する量を当該販売用愛玩動物用飼料の量に加算する」と規定された。

愛玩動物用飼料は、概ね①水分が10%程度のドライ製品、②水分が25~35%程度のセミドライ製品、③水分が70%以上のウェット製品に分類されるが、これまでに愛玩動物用飼料等の検査法²⁾（以下「検査法」という。）に記載されている水分の測定法は、ドライ及びセミドライ製品に相当する試料を適用範囲とする常圧加熱乾燥法のみであり、ウェット製品に相当する試料に適用できる方法は記載されていなかった。

そこで、筆者らは、粘質状、液状及びペースト状などの食品中の水分測定法を参考にしてウェット製品中の水分の測定法の検討を行い、その方法が検査法に記載されたが、開発した測定法の精度を調査するため、検査法第9章3の(3)のiiの規定にしたがって単一試験室内での中間精度評価のための枝分かれ実験を以下のとおり実施したので、その概要を報告する。

2 実験方法

2.1 試料

2種類の愛玩動物用飼料（犬用一般食（水分表示量89.5%以下、粗脂肪表示量0.5%以上）及び猫用一般食（水分表示量84.0%、粗脂肪表示量0.5%以上））を、それぞれ総量が200g以上となる個数の包装容器を開封・混合し、フードプロセッサーで試料が液状又はペースト状になるまで均質化して用いた。なお、調製後の試料は、チャック付きアルミ袋に入れて冷蔵保管した。

* 独立行政法人農林水産消費安全技術センター肥飼料安全検査部

2.2 試薬等

1) ケイソウ土

ハイフラスーパーセル (Celite 製) を使用した。

2) シリカゲル

シリカゲル, 中粒状 (青色) (和光純薬工業製) 適量を 135 °C で 2 時間加熱乾燥し, 放冷した後, デシケーター中に入れ使用した。

2.3 装置及び器具等

1) 電気定温乾燥機: いすゞ製作所製 SS-K-300 (自然対流型)

東洋製作所製 DRM420DB (送風型)

2) フードプロセッサー: 松下電器産業製 MK-K80

3) 精密天びん: 島津製作所製 AW320

4) デシケーター: 上口コック付きで中板の直径が 18 cm のもの

5) ポリエチレンフィルム製袋: 高密度ポリエチレン (幅 80 mm, 長さ 130 mm, 厚さ 0.05 mm)

6) 携帯型除電器: マスコット除電器 (理研精工製, アズワン販売 1-8912-01)

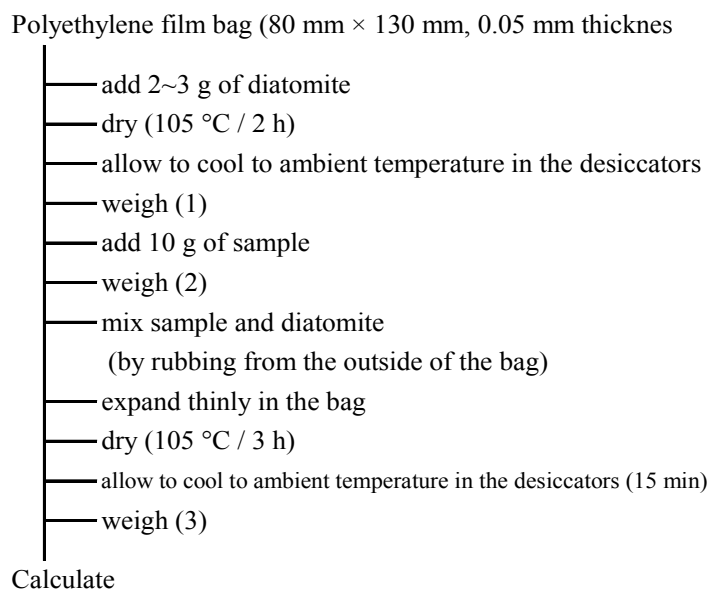
2.4 測定方法

ケイソウ土 2~3 g をポリエチレンフィルム製袋に入れ, 袋の口を開いて袋を膨らませた後, 105±2 °C で 2 時間乾燥した。乾燥後, 袋の口を三つ折りにして閉じ, ゼムクリップで止めてデシケーター中で 15 分間放冷後, ゼムクリップをはずして重さを正確に量った。ひょう量の際には, 精密天びんの風防内を携帯型除電器で天びんのひょう量値が安定するまで除電した後, 数値を読み取った。以後ひょう量の際には, 同様に操作した。

分析試料約 10 g を正確に量って先のポリエチレンフィルム製袋に入れ, 袋の口を三つ折りにした後, 袋の外側から手で揉んで試料とケイソウ土を混和させた。混和物に粘着性がなく水が浮いた状態の場合は, 袋の口を開いて袋を膨らませ, 105±2 °C で加熱しながら, ときどき同様に混和させ, 粘着性が出るまで予備乾燥した。また, 混和物が既に粘着性がある状態の場合は, 予備乾燥は行わなかった。混和物を袋の外側から押し伸ばして袋の中に均一に薄く広げた。

次に, 袋の口を開いて袋を膨らませ, 105±2 °C で 3 時間乾燥した。乾燥途中にときどき袋を取り出し, 袋の口の開きを整えるとともに, 乾燥が進んで固着して塊状になった混和物を袋の外側から押しつぶしてできるだけ粉末状にした。乾燥後, 袋の口を三つ折りにして閉じ, ゼムクリップで止めてデシケーター中で 15 分間放冷後, ゼムクリップをはずして重さを正確に量り, 試料中の水分量を算出した。

なお, 測定法の概要を Scheme 1 に示した。



Scheme 1 Analytical procedure for moisture content in wet type pet foods

3 結果及び考察

当試験室において、分析者 1 名が、2.1 で調製した 2 種類の試料を用い、2.4 の分析方法に従って各試料につき 1 日 3 回、5 日間分析する枝分かれ実験を実施した。

その結果は Table 1 のとおりであり、犬用一般食では平均測定値は 86.14 %，その併行精度及び中間精度はそれぞれ相対標準偏差 (RSD_r 及び RSD_I) として 0.0698 % 及び 0.0700 % であった。これらはいずれも検査法第 9 章 3 の(3)の式 1 に規定された併行精度又は中間精度の目標値 (RSD_r は Horwitz 修正式による予想室間再現精度の相対標準偏差 (PRSD) 以下， RSD_I は PRSD の 5/4 倍以下) を満たしていた。猫用一般食では、平均測定値は 83.39 %，その併行精度及び中間精度はそれぞれ RSD_r 及び RSD_I として 0.0854 % 及び 0.0932 % であり、これらはいずれも同目標値を満たしていた。

Table 1 Results of nested experiment of determination of moisture content in wet type pet foods

Number of trial on a day	Measured value (%)									
	Wet type for dogs					Wet type for cats				
	day1	day2	day3	day4	day5	day1	day2	day3	day4	day5
1	86.18	86.12	86.12	86.16	86.25	83.36	83.25	83.44	83.42	83.37
2	86.13	86.20	86.05	86.16	86.23	83.48	83.35	83.37	83.50	83.47
3	86.04	86.11	86.11	86.12	86.08	83.44	83.31	83.44	83.26	83.43
Mean value ^{a)} (%)	86.14					83.39				
RSDr ^{b)} (%)	0.0698					0.0854				
RSD _i ^{c)} (%)	0.0700					0.0932				
PRSD ^{d)} (%)	1.08					1.10				

a) $n=15$

b) Relative standard deviations of repeatability within a day

c) Relative standard deviations of intermediate precision within a single laboratory

d) Predicted relative standard deviation of reproducibility between laboratories calculated from the modified Horwitz equation

文 献

- 1) 農林水産省令・環境省令：愛玩動物用飼料の成分規格等に関する省令，平成 21 年 4 月 28 日，第 1 号 (2009).
- 2) 独立行政法人農林水産消費安全技術センター理事長通知：「愛玩動物用飼料等の検査法」の制定について，平成 21 年 9 月 1 日，21 消技第 1764 号 (2009).