

5 愛玩動物用飼料のウェット製品の水分測定に使用可能なフィルムの規格の検討

佐藤 憲大*, 佐藤 梢*, 相原 久美子*, 池澤 昭人*

Study of Plastic Film Bags for Moisture Content Determination in Wet Pet Food

SATO Norihiro*, SATO Kozue*, AIHARA Kumiko* and IKEZAWA Akito*

(* Sendai Regional Center, Food and Agricultural Materials Inspection Center)

We have studied properties of plastic film bags to be used for moisture content determination of wet pet food. We used four types of plastic film bags: normal type (currently listed in the Feed Analysis Standard of Japan), high density polyethylene (HDPE) type, low density polyethylene (LDPE) type, and nylon film type.

After weighing out diatomite to the plastic film bags, they were dried at 105 °C for 2 hours. Ground pet food was then added, and mixed with dried diatomaceous earth in the bags. The mixtures were thinly spread in the bags and dried at 105 °C for 3 hours. The moisture content was calculated from the weight differences of the pet food before and after drying.

LDPE film bags and nylon film bags were found unsuitable for the method because of the lack of heat resistance function in the former and the susceptibility to static electricity in the latter.

Based on the moisture content measured with normal film bags and HDPE film bags, the result was statistically evaluated. HDPE film bags were found suitable for the method, because no significant differences were identified between HDPE film bags and normal film bags when using metal shelves to prevent bags from twisting or closing during drying for the former.

Key words: moisture content; diatomite; plastic film bag; high density polyethylene (HDPE); pet food; wet type pet food

キーワード：水分；ケイソウ土；プラスチックフィルム袋；高密度ポリエチレン；愛玩動物用飼料；ウェット製品

1 緒 言

愛玩動物用飼料の成分規格等に関する省令¹⁾別表の1の(4)において、「規定する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ものとする。」とあるように、愛玩動物用飼料の成分規格を判断するに当たっては、水分量の補正が重要となっている。

愛玩動物用飼料の水分の測定方法は、愛玩動物用飼料等の検査法²⁾で定められている。愛玩動物用飼料のうち、水分量が70~90%程度のウェット製品の水分は、平成22年度に石橋ら³⁾が開発したケイソウ土添加フィルム法が適用される。ケイソウ土添加フィルム法ではポリエチレンフィルム製袋を使用することとされているが、分析法の開発に用いられた袋（以下「既存袋」とい

* 独立行政法人農林水産消費安全技術センター仙台センター

う.) は現在市販されておらず、容易に入手できない問題点がある。このため、本検討では食品表示基準⁴⁾も参考に、市販されているプラスチックフィルム製袋のうち、適切な大きさの高密度ポリエチレン製袋(以下「HDPE 袋」という。)、低密度ポリエチレン製袋(以下「LDPE 袋」という。)及びナイロンを含有する袋(以下「ナイロン袋」という。)を用いて、既存袋との同等性を評価したので、その概要を報告する。

2 実験方法

2.1 試料

既報³⁾と同様に、市販されている犬用又は猫用のウェット製品を主体となる動物質性原料別に区分し、各区分から製品を選定して分析に供した。製品毎に総量が 300 g 以上となるよう開封・混合し、フードプロセッサーで試料がペースト状になるまで均質化して分析用試料とした。なお、調製後の分析用試料は、チャック付きアルミ袋に入れて冷蔵保管した。

なお、検討に用いたウェット製品を Table 1 に示した。

Table 1 Ingredients list of wet pet foods

Sample No.	Main ingredient	Sample type	Ingredients
1	Beef	Wet food for dogs	Meats (chicken, beef, chicken extract, etc.), starch (corn starch, etc.), animal fat, grains (wheat flour, etc.), thickener (carrageenan), minerals (Cl, Cu, Fe, K, Mn, Na, Zn), food colors (titanium dioxide), vitamins (A, B ₁ , B ₂ , B ₆ , B ₁₂ , D, E, choline, niacin, pantothenic acid), color former (sodium nitrite)
2	Beef and vegetables	Wet food for dogs	Meats (chicken, chicken liver, beef, chicken extract), wheat flour, vegetables (carrot, green pea, potato), animal fat, soy protein, xylose, minerals (Ca, Cl, Cu, Fe, I, K, Mn, Na, Zn), glycerin, thickener, food colors (caramel, iron oxide), vitamins (A, B ₁ , B ₂ , B ₆ , B ₁₂ , D, E, choline, niacin, pantothenic acid), color former (sodium nitrite)
3	Chicken	Wet food for dogs	Meats (chicken breast, chicken tender, chicken extract, etc.), grains (rice, foxtail millet, wheat berry, japanese millet, amaranthus), fish cartilage extract containing chondroitin, thickener, mineral (K), vitamins (A, B ₁ , B ₂ , B ₆ , B ₁₂ , C, D, E, niacin, pantothenic acid, folic acid), glucosamine
4	Chicken (high-fat)	Wet food for dogs	Chicken, chicken by-product meal, soybean oil, whey protein concentrate, medium chain triglyceride, sodium chloride, thickener
5	Fish	Wet food for cats	Bonito, tuna extract, oligosaccharide, thickener, vitamin E, green tea extract

2.2 試薬

ケイソウ土は、ハイフロスーパースセル(富士フィルム和光純薬製)を用いた。

2.3 装置及び器具

- 1) 袋: Table 2 のとおり。
- 2) フードプロセッサー: 松下電器産業製 MK-K80
- 3) 除電器: 島津製作所製 イオナイザ STABLO-AP

Table 2 Compositions and specifications of plastic film bags

Classification of features	Bag types	Manufacturer or wholesaler	Material	Size ^{a)} (mm)	Thickness (mm)
High density polyethylene (HDPE)	Current film bag	Custom order	HDPE (Hi-Zex)	80 × 130	0.05
	Hi-Zex film bag	ASANUMA	HDPE (Hi-Zex)	100 × 150	0.03
	Shoulex film bag	HAKUBA PHOTO INDUSTRY	HDPE (Shoulex)	110 × 150	0.028
Low density polyethylene (LDPE)	LDPE film bag-1	Sansyo	LDPE	80 × 150	0.03
	LDPE film bag-2	SEISANNIPPONSHA	LDPE	85 × 120	0.04
	LDPE film bag-3	ORDIY	Linear LDPE (L-LDPE)	80 × 150	0.08
Biaxially oriented nylon (Nylon)	Nylon film bag (type R)	Fukusuke Kogyo	Nylon for retort and L-LDPE	130 × 180	0.075
	Nylon film bag (type S)	Fukusuke Kogyo	Barrier nylon and L-LDPE with heat resistant	120 × 170	0.075

a) Width × length

2.4 定量方法

愛玩動物用飼料等の検査法第3章の1の1.2に従った。

1) 前処理

ケイソウ土約3gを秤量して袋に入れ、電気定温乾燥機（以下「乾燥機」という。）内で立てかけ、105℃で2時間乾燥させた。なお、以降の乾燥機での乾燥においては、袋を試験管立てに斜めに置いた試験管の合間に立てかけた状態で乾燥した。ただし、乾燥が不十分と認められた際の再分析及びナイロン袋との比較検討を行った際の全ての分析では、袋を市販のスタンドに立てかけた状態で乾燥を行った。乾燥後、袋の口を5mm程度ずつ3回折りたたみ、ゼムクリップで袋の口を止めて、デシケーター内で15分間放冷した。放冷後に、ゼムクリップを外して、ケイソウ土と袋の重量を正確に測定した。なお、重量を正確に測定する際は、除電器を用いて静電気を除去して測定した。

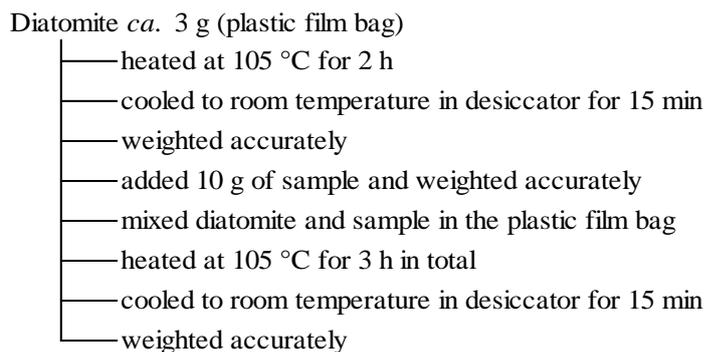
2) 水分測定

分析試料10g前後を1)で用意した袋内に直接秤量し、重量を正確に測定した。袋の口を閉じ、袋の外側から揉んで試料とケイソウ土が均一になるまで混和させた後、袋の外側からガラス棒を押し当て、袋内部の混和物を均一に薄く広げた。袋の口を開いて乾燥機に入れ、105℃で合計3時間乾燥した。なお、乾燥中は1時間毎に袋を取り出して乾燥状態を確認し、乾燥が進んで塊状になった混和物を袋の外から押しつぶして粉末状にし、乾燥を続けた。乾燥終了後は、袋の口を5mm程度ずつ3回折りたたみ、ゼムクリップで袋の口を止めて、デシケーター内で15分間放冷した。放冷後にゼムクリップを外して、混和物と袋の重量を正確に測定した。

3) 計算

試料の秤量値と乾燥減量の値から、試料中の水分量を算出した。

なお、定量法の概要をScheme 1に示した。



Scheme 1 Analytical procedure for moisture content in wet pet foods

3 結果及び考察

3.1 袋の耐熱性の確認

本法では 105 °C での加熱乾燥を伴うため、使用する袋には耐熱性が求められる。このため、Table 1 の試料番号 1 を用いて 2.4 の操作を行い、Table 2 に示した市販の袋の耐熱性を確認した。

その結果、LDPE 袋は加熱処理中に袋の変形や癒着が認められた。HDPE 袋及びナイロン袋では、袋の変形等は認められなかったため、この後の検討では HDPE 袋及びナイロン袋を用いることとした。

3.2 HDPE 袋の検討

既存袋及び市販の HDPE 袋を用いて、分析用試料の水分を 2.4 に従って測定し、試料毎に既存袋と HDPE 袋間で得られた水分の測定値を用いて Welch の *t*-検定を行った。既存袋とハイゼックス袋の結果は Table 3、既存袋とショーレックス袋の結果は Table 4 のとおりであり、一部の試料において有意差が認められた。既存袋及び各 HDPE 袋間の測定値に大きな差は見られず、相対標準偏差 (RSD_r) が小さいために、有意差が出たと考えられた。また、有意差が認められた HDPE 袋の水分の測定値は、既存袋よりも低くなる傾向があった。乾燥途中で HDPE 袋の状態を確認すると、袋の口が自然に狭まっていた例や、袋の内部でごくわずかに水滴の凝集が見られた例があったことから、混和物中の水分が十分に蒸発しなかった可能性が考えられた。この要因として、用いた HDPE 袋は既存袋よりもサイズが一回り大きく素材も薄いことから、捻れを生じやすいためと考えた。このため、有意差が認められた試料について、袋の口を外側に折り返して、市販のバッグスタンドに立てかけた状態で再分析を行い、改めて Welch の *t*-検定を行った結果、有意差は認められなかった。

これらの結果から、HDPE 袋はウェット製品の水分測定に使用可能であると考えられた。

Table 3 Comparison of moisture content (current film bags and Hi-Zex film bags) and the results of Welch's *t*-test

Sample No.	Current film bag			Hi-Zex film bag			<i>p</i> value ^{c)}	Significant difference
	Experiment No.	Measured value ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)	Experiment No.	Measured value ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)		
1	1	78.30	0.02	1	78.28	0.05	0.292	No
2	1	82.21	0.07	1	82.16	0.2	0.577	No
3	1	86.22	0.05	1	86.14	0.06	<u>0.040</u>	Yes
				2	86.23	0.2	0.894	No
4	1	76.36	0.07	1	76.29	0.04	<u>0.047</u>	Yes
				2	76.41	0.1	0.381	No
5	1	84.34	0.1	1	84.18	0.3	0.197	No

a) Mean ($n = 5$)

b) Relative standard deviation of repeatability

c) Calculated by Welch's *t*-test (The underlined value is less than 0.05.)Table 4 Comparison of moisture content (current film bags and Shoulex film bags) and the results of Welch's *t*-test

Sample No.	Current film bag			Shoulex film bag			<i>p</i> value ^{c)}	Significant difference
	Experiment No.	Measured value ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)	Experiment No.	Measured value ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)		
1	1	78.30	0.02	1	78.39	0.07	<u>0.022</u>	Yes
				2	78.37	0.1	0.269	No
2	1	82.21	0.07	1	82.14	0.07	0.099	No
3	1	86.22	0.05	1	86.21	0.06	0.872	No
4	1	76.36	0.07	1	76.46	0.1	0.112	No
5	1	84.34	0.1	1	83.86	0.2	<u>0.002</u>	Yes
				2	84.31	0.1	0.523	No

a) Mean ($n = 5$)

b) Relative standard deviation of repeatability

c) Calculated by Welch's *t*-test (The underlined value is less than 0.05.)

3.3 ナイロン袋の検討

既存袋及び市販のナイロン袋を用いて、分析用試料の水分を 2.4 に従って測定し、試料毎に既存袋とナイロン袋間で得られた水分の測定値を用いて Welch の *t*-検定を行った。既存袋とナイロン R 袋の結果は Table 5、既存袋とナイロン S 袋の結果は Table 6 のとおりであり、一部の試料において有意差が認められ、再分析を行っても有意差が認められたものがあった。既存袋及び各ナイロン袋間の測定値に大きな差は見られず、RSD_r が小さいために、有意差が出たと考えられた。

また、ナイロン袋の秤量操作において、除電器を用いた場合でも天秤の表示値が安定しづらい現象が見られたが、その要因の一つとして静電気の影響が疑われた。今回検討に用いたナイロン

袋は、ナイロンとポリエチレンの2素材から構成されるものである。静電気の帯電列⁵⁾によると、ナイロンは正電荷を帯びる性質が強く、一方でポリエチレンは負電荷を帯びる性質が強いとされている。正反対の性質を持つ2素材から構成される点からも、静電気が影響したものと推測された。

静電気の影響を大きく受ける操作性の観点から、今回の検討に用いたナイロン袋は本法において適用することは困難と考えられた。

Table 5 Comparison of moisture content (current film bags and nylon film bags (type R)) and the results of Welch's *t*-test

Sample No.	Current film bag			Nylon film bag (type R)			<i>p</i> value ^{c)}	Significant difference
	Experiment No.	Measured value ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)	Experiment No.	Measured value ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)		
1	1	78.37	0.08	1	78.43	0.1	0.244	No
2	1	82.26	0.02	1	82.30	0.1	0.397	No
3	1 ^{d)}	86.07	0.03	1 ^{d)}	86.11	0.03	<u>0.024</u>	Yes
	2 ^{d)}	84.59	0.02	2 ^{d)}	84.59	0.04	0.653	No
4	1	76.35	0.05	1	76.38	0.1	0.529	No
5	1	84.42	0.04	1	84.54	0.1	0.070	No

a) Mean ($n = 5$)

b) Relative standard deviation of repeatability

c) Calculated by Welch's *t*-test (The underlined value is less than 0.05.)

d) Different lots were analyzed for each experiment number.

Table 6 Comparison of moisture content (current film bags and nylon film bags (type S)) and the results of Welch's *t*-test

Sample No.	Current film bag			Nylon film bag (type S)			<i>p</i> value ^{c)}	Significant difference
	Experiment No.	Measured value ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)	Experiment No.	Measured value ^{a)} (%)	RSD _r ^{b)} (%)		
1	1	78.37	0.08	1	78.54	0.2	0.100	No
2	1	82.26	0.02	1	82.32	0.05	<u>0.033</u>	Yes
	2	82.34	0.05	2	82.25	0.08	<u>0.032</u>	Yes
3	1 ^{d)}	86.07	0.03	1 ^{d)}	86.17	0.05	<u>0.002</u>	Yes
	2 ^{d)}	84.59	0.02	2 ^{d)}	84.60	0.1	0.923	No
4	1	76.35	0.05	1	76.84	0.7	0.097	No
5	1	84.42	0.04	1	84.51	0.1	0.138	No

a) Mean ($n = 5$)

b) Relative standard deviation of repeatability

c) Calculated by Welch's *t*-test (The underlined value is less than 0.05.)

d) Different lots were analyzed for each experiment number.

4 まとめ

愛玩動物用飼料のウェット製品の水分測定法で用いることができるプラスチックフィルム袋の規格を検討したところ、以下の結果が得られ、市販の HDPE 袋は本法で使用可能であると考えられた。

- 1) LDPE 袋は 105 °C での加熱操作により変形や癒着が認められ、耐熱性がなかった。HDPE 袋及びナイロン袋は、加熱操作を経ても変形等が確認されず、耐熱性があった。
- 2) 乾燥中に HDPE 袋の口が狭まらないように留意して分析を行い、既存袋及び HDPE 袋を用いて測定した水分値について Welch の *t*-検定を行った結果、有意差は認められなかった。
- 3) ナイロン袋は静電気の影響を大きく受ける操作性の観点から、本法において適用することは困難と考えられた。

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，省令第 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).
- 3) 石橋 隆幸，石田 亜希子，田端 麻里：愛がん動物用飼料（ウェット製品）中の水分の測定法，飼料研究報告，**36**，41-53 (2011).
- 4) 消費者庁次長通知：「食品表示基準について」の一部改正について，令和 4 年 3 月 30 日，消費表第 128 号 (2022).
- 5) 独立行政法人労働安全衛生総合研究所：静電気安全指針 (2007).