



| | |
|------------------|---|
| Title | 魚粕検査における簡易粗脂肪定量法(1) : アセトン・塩化カリ法について |
| Author(s) | 元広, 輝重; Motohiro, Terushige; 秋場, 稔 他 |
| Citation | 北海道大學水産學部研究彙報, 18(4), 392-396 |
| Issue Date | 1968-02 |
| Doc URL | https://hdl.handle.net/2115/23338 |
| Type | departmental bulletin paper |
| File Information | 18(4)_P392-396.pdf |



魚粕検査における簡易粗脂肪定量法 (1)

アセトン・塩化カリ法について

元広輝重*・秋場 稔*・吉本貞男**・谷川英一*

Rapid and Simple Quantitative Determination of Crude Oil in Fish Scrap for Fertilizer

I. On an extraction method by acetone and potassium chloride

Terushige MOTOHIRO, Minoru AKIBA, Sadao YOSHIMOTO
and Eiichi TANIKAWA

Abstract

A simple and rapid method of estimating the amount of oil in fish scrap for fertilizer was studied for the use of official inspection. The oil is extracted with acetone and is separated from acetone with saturated potassium chloride solution.

In comparing Soxhlet with this method, the advantages of the later are a simplified procedure and shortened time for estimation, so that it is possible to test many different samples. This method is able to determine a relatively wide range of oil contents (6~26%) in different samples.

魚粕は規格検査上、1号魚粕(クッカー・プレスを使用して製造されたもの)、2号魚粕(締胴圧搾機を使用して製造されたもの)および魚荒粕(魚骨、頭などを原料としたもの)の三種に区分され、そのうち1号魚粕はさらに特等、1等および2等品に、また2号魚粕は1~3等品に分けられ、たとえば1号さんま魚粕については粗脂肪12%以下のものは特等、12~16%のものは1等、16~21%のものは2等品に格付され、2号さんま魚粕では粗脂肪11%以下のものは特等、11~17%は1等、17~25%は2等および25%以上のものは3等品と格付される。(なお同時に水分、粗蛋白質および夾雑物量についても規格が設けられている)。

この場合、粗脂肪の定量は Soxhlet 法により行なうことになっているが、化学天秤および抽出装置を要し、しかも抽出に比較的長時間(24~48時間)を要すること、さらにその間、引火性の溶媒(エーテル他)を用い加熱処理することなどの理由により、実際に大量の検査試料を扱う場合には不便とされている。それで器具・設備が簡便で測定時間も短時間ですみ、かつ室温抽出の可能な定量的方法として、魚粕試料のアセトン抽出液に飽和 KCl 溶液を添加し抽出油を分離浮上せしめ、その容量の測定により定量する方法について吟味し、規格検査上適用し得ることを認めたので以下に報告する。

実 験 の 部

1. 含油アセトンに対する KCl 溶液の油分離能

アセトン-油脂系の溶液に KCl 溶液を添加する場合の KCl の濃度、添加量およびアセトン中の含油量と油の分離状況との関係を検討した。

* 北海道大学水産学部水産食品製造学教室

** K. K. 崎陽軒研究室

試料油としてイカ肝油を用いアセトン中の含油量が 10% (v/v) になるように溶解し、この含油アセトン 5ml に対し 10ml の 5%~飽和濃度 (16°C, 33%) の KCl 水溶液を添加し混合攪拌して静置後、イカ油の浮上分離する状況を観察し Table 1 に示す結果を得た。上記の実験条件では KCl が 25% 以上の濃度では KCl が析出沈澱し、同時に油の浮上分離が比較的容易にかつ速に行なわれるが、KCl の析出沈澱が行なわれない 25% 以下の濃度のものでは全体の溶液が油脂による呈色を示し、イカ油の浮上分離が不完全であった。よって、KCl は飽和濃度で使用するのが適当と考えられる。

次にアセトン含油量を 18% とし、含油アセトンに対する飽和 KCl 水溶液の添加量を 0.5~3 倍の範囲として分離状況を検討したところ Table 2 に示すように KCl 液の添加量が含油アセトンに対し 2 倍以上では油脂の浮上分離が適確で定量的に行なわれるのに対し、2 倍以下では分離が不十分であった。またアセトン中の含油濃度を 1~20% の範囲で変化せしめ、飽和 KCl 溶液の添加量を検討した結果においても前同様に、アセトン油に対し 2 倍量以上の KCl 溶液の添加が定量条件として必要とされた。

Table 1 Effect of the concentration of KCl soln. on the separation of oil in acetone extractives

| Conc. of KCl (%) | Separation of oil | Ppt. of KCl |
|------------------|-------------------|-------------|
| 5% | Insufficient | None |
| 10 | " | " |
| 15 | " | " |
| 20 | " | " |
| 25 | Sufficient | Ppt. |
| Saturated soln. | " | " |

Note : (1) Acetone 5ml+KCl soln. 10ml.
(2) Oil content in acetone, 10%.
(3) Temperature, 16°C.

Table 2 Effect of addition of various amounts of satd. KCl soln. to acetone extractives on the separation of oil

| Acetone (ml) | Satd. KCl soln. (ml) | Separation of oil |
|--------------|----------------------|-------------------|
| 1 | 0.5 | Insufficient |
| 1 | 1.0 | " |
| 1 | 2.0 | Sufficient |
| 1 | 3.0 | " |

Note : Oil content in acetone, 18%.

2. 魚粕中の粗脂肪定量への適用性

上記 1 の実験結果より、含油アセトンに対し、2 倍量以上の飽和 KCl 水溶液を添加することにより、油脂の浮上分離が定量的に行われることをみとめた。

それで、この方法を魚粕中の粗脂肪定量に応用するに当たり、魚粕試料のアセトンによる抽出条件および抽出油の分離条件などにつき種々検討し、次のような方法によるのが適当とみとめた。この場合、現場的に行なうとき、出来るだけ簡単な器具によることも必要とされ、このような条件も加味して検討した。

(1) 器具・薬品

- (i) 上皿粗天秤 (100g 用)

- (ii) メートルグラス (20ml 容)
- (iii) 三角フラスコ (50ml 容) および同
ゴム栓 (または 50ml 容共栓三角
フラスコ)
- (iv) 粗脂肪分離計量管 (Fig. 1) ……全
容約 33ml の硬質ガラス製で底部
の刻線までは 10ml, 上部細口の個
所の刻線は 0.1ml 目盛で 3ml まで
計量出来るように作製してある。
- (v) アセトンおよび飽和 KCl 水溶液

(2) 試料の採取および調製

対象とする荷口の単位ごとに均等になるように数個以上の個所から同量ずつ試料を採取し、これをよく混合して四分法により分割し、約 200g 程度とする。これを鉄乳鉢で粉碎し、直径 1mm の網目篩を完全通過させ、さらにこれをよく混合し供試料とする。

(3) 定量操作

供試料 10g を粗天秤で秤量し、50ml 容三角フラスコ (または共栓フラスコ) に入れ、これにアセトン 20ml をメートルグラスで測り、注入してゴム栓で密栓し、水平に円をえがくように振とうしながら 20 分間油脂を抽出する。その後 2~3 分程度静置して抽出液が清澄になるのをまち、この上澄液 10ml を粗脂肪分離計量管に採り (三角フラスコから直接計量管に注入し底部 10ml の容量刻線まで満たすか、または前記メートルグラスで 10ml 測りとして計量管に注入する)、別に用意した飽和 KCl 水溶液約 21~23ml を計量管の底部を静かに振とうしながら計量管の上部の目盛部分約 0.5~1.0ml 程度をあました部分まで注入し、そのまま計量管の底部をよく振とうしつづけると、しばらくして、上層は茶褐色を帯びた油脂層、中層は透明な含水アセトン-KCl 液混合層、下層には KCl の析出層が形成される。この場合、試料によっては油脂分離の速度が緩慢で中層液がいつまでも茶褐色を呈しているようであれば 50°C 程度の温水中に計量管の底部を浸して回転するように振とうすると油の分離が促進される。なお油脂の分離は振とう後、下層の析出 KCl 層からも行なわれるので、最後に計量管の底部を振とうして、もはや油脂の浮上分離するのがみられなくなったところで上層の分離した油脂量を目盛りでよみとる。

(4) 結果

予めソックスレー抽出法により脂肪定量を行ない 6~26% 範囲の含油量と決定された各含量既知のさんま魚粕試料について、前記の簡易定量法により分離油量を測定したところ Fig. 2 に示す結果を得た。この結果よりも明らかかなように分離油量と試料中の含油量との関係は指数曲線で表わされ、半対数方眼紙上では直線の関係となり、定量的関係にあることが判った。なおこのような関係は、魚粕試料が変わっても試料調製を同一条件とする限り変化はみられず、普遍的に適用し得ることを認めた。

(5) 結果の表示

他の魚粕試料について前同様に検討し、結局実際の検査において上記の方法による場合、結果の表示は Table 3 により行なうようにした。この換算表において測定値が正しく換算表 (計量管の読みの欄) の数値と合致しないときは、その端数を切りあげて上位の数値を読み、その数値に合った粗脂肪量とすること、たとえば計量管内の分離油量が 0.60ml と 0.65ml との間にある場合には、これを 0.65ml と読み、これに対する粗脂肪量 14% をもって表わすこととした。

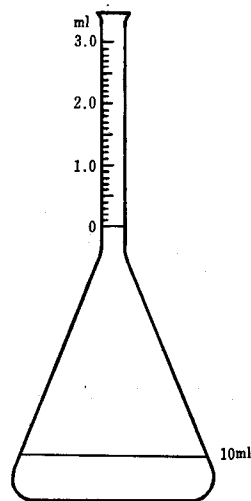


Fig. 1. A flask for measuring oil content in acetone extractives

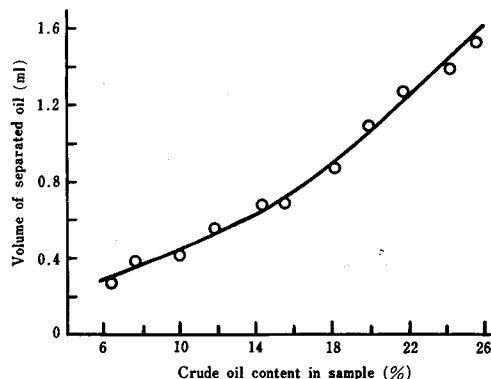


Fig. 2. Volume of separated oil from fish scrap containing different amounts of oil by the Aceton-KCl method

Table 3 Calculating table by the Aceton-KCl method

| | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|---------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| Volume of separated oil (ml) | 0.30 | 0.35 | 0.40 | 0.45 | 0.50 | 0.55 | 0.60 | 0.65 | 0.70 | 0.80 | 0.85 | 0.90 | 1.00 | 1.05 | 1.15 | 1.25 | 1.35 | 1.45 | 1.50 |
| Crude oil content in sample (%) | 6 | 7 | 9 | 10 | 11 | 12 | 13 | 14 | 15 | 16 | 17 | 18 | 19 | 20 | 21 | 22 | 23 | 24 | 25 |

(6) 注意事項

本法によるときは調製試料1検体について、わずか30分内外で定量可能で、かつ多数の試料の取扱いも容易である。しかしアセトン自体引火性のものであるから、取扱いに当っては勿論火気に注意を要し、特に油分離に際して加温の必要あるときは直火式加熱は厳禁で、予め50°Cの温湯を用意しておき、火気を絶ってから処理することが必要である。また結果の精度を維持するためには、試料の調製(1mm篩目通過のもの)、採取量(10g)、アセトン注加量(20ml)、抽出時間(20分)、抽出液の採取量(10ml)などは、簡易器具によるとはいえ、出来るだけ正確に行なうことが肝要である。

(7) 考察

水産物を対象とした粗脂肪定量法にあって、Soxhlet抽出法にかわる便法としてBligh and Dyer¹⁾はクロロホルム・メタノール・水混合系における油脂抽出液より最終的にクロロホルム層を分離し、蒸発乾燥秤量する方法について検討し、生鮮魚類に対する適用性をみとめており、さらにSmith²⁾らはBlighらの方法を改良して魚粉に対する適用性をみとめている。両者の方法はともに精度はよく(±0.25%) Soxhlet法に比し測定時間は短縮されるといわれるが、抽出液の濾過洗滌、クロロホルム層の分離、抽出油の蒸発乾燥(一夜間)、秤量などその操作は比較的繁雑で、少なくとも約16時間は要し、かつ使用器具、薬品類も割合に多く要し試料の大量処理には問題があるようである。筆者らのアセトン-KCl法では精度(±0.5)の点ではやや劣るが、実際の規格検査上ではTable 3の換算表の使用により実用的には問題なく、操作の簡便および測定時間の短縮、大量処理などの点でその目的いかによっては有利と思われる。

要 約

魚粕の規格検査における粗脂肪定量法でSoxhlet法にかわる簡便法として、魚粕試料をアセトン抽出して、含油アセトンに飽和KCl溶液を添加して抽出油を浮上分離せしめ、その容量を測定することにより実際の定量に応用出来ることをみとめた。

文 獻

- 1) Bligh, E.G. and Dyer, W.J. (1959): Canadian Jour. of Biochem. and Physiol., **37**, 911.
- 2) Smith, P., Ambrose, M.E., and Knoble, G.N. (1964): Comm. Fisher. Rev., **26** (7), 1.