

# エマルジョンタイプ確認試験における各種条件の検討について

古賀 哲\*， 笹谷 隆\*

## A Study on Various Conditions in Emulsion Type Confirmation Tests

Satoshi KOGA\*, Takashi SASATANI\*

\*Central Customs Laboratory, Ministry of Finance  
6-3-5, Kashiwanoha, Kashiwa, Chiba 277-0882 Japan

To decide whether a sample corresponds to "dairy spread" stipulated in Tariff Chapter 4 Note 2 (b), the coloring matter solution concentrations in emulsion type confirmation tests and the thawing conditions of samples were examined. A coloring matter solution concentration of 10 mg/ml was found to be suitable since behaviors such as diffusion state immediately after dropwise addition could be clearly judged. For the thawing conditions of samples, all the cargoes to be covered were assumed, and thawing at 20°C for 2 hours (at 20°C for 3 hours in the case of a sample with low spreadability) was found to be sufficient.

## 1. 緒 言

一般に均一には溶解しない 2 つの液体の一方が微粒子（液滴または液晶；分散相）となって、他方の液体（分散媒）中に分散している状態をエマルジョンと呼ぶ。分散相が水相で連続相が油相のエマルジョンタイプを油中水滴型（water in oil, W/O）と呼び、バターやマーガリンがその典型とされる。このエマルジョンタイプの確認試験は、水と親和性のある色素溶液及び油と親和性のある色素溶液を使用して判定することが可能である。今回、関税率表第 4 類注 2 (b) に規定される「デイリースpread」か否かを判定するため、これら色素溶液の濃度調製、対象試料の調製などを検討したので参考試料として提示する。

## 2. 実 験

### 2.1 分析試料

バター（冷蔵；市販品）  
マスカルポーネ（冷蔵；市販品）  
ハイファットクリームチーズ（以下、「HFC」；7種類（試料 A～G）；冷凍：輸入品）  
冷蔵品は約 4°C 保存、冷凍品は -30°C 保存。

### 2.2 試 薬

#### 親水性試薬

蒸留水に New Coccin (CI 16255) を溶解したもの

#### 親油性試薬

大豆油 : n-ヘプタン (1 : 1) に Sudan Blue (CI 61525) を溶解したもの

### 2.3 試験方法

分析試料を展延性のある状態に解凍して、2 種類の試薬を 5 μl 滴下し、直後の分析試料と試薬との親和性を観察する。

## 3. 結 果

### 3.1 分析対象試料の解凍時間の調査

高山らの報告<sup>1)</sup>によると、分析試料の解凍方法は、数種類の条件の検討を行い、「24 時間冷蔵庫内で解凍し、20°C のインキュベータ内で 4 時間放置した後に試験を行う」旨、提案している。

本調査では、実験の迅速性及び冷蔵庫内（温度が約 4°C であると考えられる）における試料中の水分子の体積が最小になることによる相変化を懸念して、解凍時間は 4 時間に保持することなく水浴中で 20°C に戻すか、室温とほぼ同温度である 25°C に戻すかの検討を実施した。

なお、マスカルポーネは冷蔵保存状態でも充分な展延性を有

しているため、本調査の対象から除いた。

冷凍食品の分析試料について解凍条件を検討した結果は以下のとおりである。

分析試験採取片は、3センチ以内の厚みになるようにし、粉状になったものも含む。

	20°C 1時間	20°C 2時間	20°C 3時間	20°C 4時間
HFC (A, B, C, F)	展延性がない (○；判定は可能)	一部展延性に乏しい (○；判定は可能)	○	展延性過剰 一部水分がしみ出す
HFC (D, E, G)	展延性に乏しい	○	○ (若干展延性過剰)	展延性過剰

	25°C 2時間	25°C 3時間	25°C 4時間
HFC (A, B, C)	一部展延性に乏しい (○；判定は可能)	○	展延性過剰 水分がしみ出す
HFC (D)	○	展延性過剰	展延性過剰

※ 温度はデシケーター中でほぼ室温 (24~25°C) 管理。

上記結果では、分析試料の大きさにあまり左右されることなく、上記厚み以内であればエマルジョンタイプ判定試験を行うことが可能である。

試料 A~G に適した解凍方法は、「20 で 2~3 時間解凍」であるが、迅速性の点から 2 時間解凍を推奨し、展延性に乏しいときは 3 時間解凍することが適当と考える。解凍条件が 1 時間の場合、展延性がなく判定に要する表面を調製することが困難である試料がほとんどであった。また、3 時間以上の解凍条件であると、試料 A~C 及び F は水分がしみ出し、試料 D, E 及び G は液体状になって平面状態を保てなくなることが判明した。

試料の展延性を調査する方法としては、カップ法(リング法)、ガーゼ法のいずれを用いても、解凍時間を設定することで再現性があり、有意義な差は認められず明瞭な判定方法と考える。

### 3.2 色素試薬濃度の調査

判定に要する色素溶液の濃度については、高山らは、「色素飽和溶液に調製して試験を行う」旨、報告<sup>1)</sup>している。本調査においては、両試薬調製時の飽和点が明瞭でなかったことから、濃度を設定し、以下のポイントを踏まえて色素濃度の検討を行った。

試料表面と溶液の接触した直後の状態を容易に判定できるか滴下する溶液の乾燥を気にすることなく容易に判定できるかこの結果、色素濃度は 10mg/ml 濃度で明瞭な判定ができた。100mg/ml 濃度のものも比較として同様に滴下した(Photo 4~11)。バターの試薬滴下後の写真を Photo 1~3 に、マスカルポーネのものを Photo 4~6 に、試料 A のものを Photo 7~9 に、試料 D のものを Photo 10 及び 11 に示す。なお、試料 E, F 及び G は試料 A, B 及び C と同様の挙動を示すものと、異なるものとが存在した(写真は省略)。

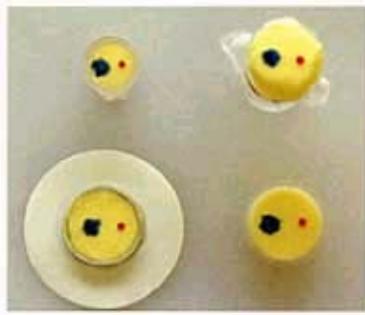


Photo 1



Photo 2

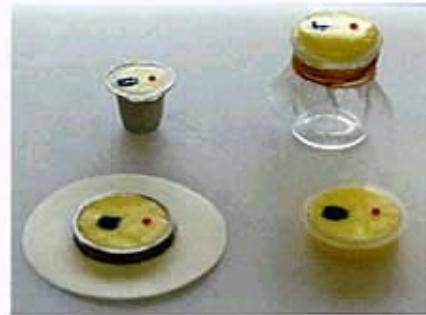


Photo 3

Photo 1 to 3 Photographs showing the surfaces of butter having dropwise added reagents (blue spots indicate a lipophilic reagent, and red spots, a hydrophilic reagent) (upper right, Carbasus Absorbens (Type I) method; upper left, small cup method; lower right, cup method; lower left, ring method)



Photo 4



Photo 5



Photo 6

**Photos 4 to 6** Photographs showing the surfaces of mascarpone cheese having dropwise added reagents  
 (blue spots indicate a lipophilic reagent, and red spots, a hydrophilic reagent)  
 (right spots indicate 100mg/ml solutions, and left spots, 10mg/ml solutions)  
 (extreme right, small cup method; center right, Carbasus Absorbens (Type I) method; center left, cup method;  
 extreme left, ring method)



Photo 7



Photo 8



Photo 9

**Photos 7 to 9** Photographs showing the surfaces of HFC(B) having dropwise added reagents  
 (blue spots indicate a lipophilic reagent, and red spots, a hydrophilic reagent)  
 (right spots indicate 100mg/ml solutions, and left spots, 10mg/ml solutions)  
 (extreme right, small cut method; center right, Carbasus Absorbens (Type I) method; center left, cup method;  
 extreme left, ring method)



Photo 10



Photo 11

**Photos 10 and 11** Photographs showing the surfaces of HFC(D) having dropwise added reagents  
 (blue spots indicate a lipophilic reagent, and red spots, a hydrophilic reagent)  
 (upper spots indicate 100mg/ml solutions, and lower spots, 10mg/ml solutions)  
 (extreme right, small cup method; center right, Carbasus Absorbens (Type I) method; center left, cup method;  
 extreme left, ring method)

#### 4. 要 約

「デイリースプレッド」に該当するか否かを判定するエマルジョンタイプの確認試験を、輸入冷凍貨物の解凍条件及び試験試薬の濃度を中心に検討した。

上記物品に該当するか否かを問わず、類似するさまざまな物

品について、冷凍貨物をエマルジョンタイプ確認試験用試料とするための解凍時間を調査し、展延性を示すようになる条件である 20 で 2 時間解凍する方法（展延性に乏しい場合は、さらに 20 で 1 時間解凍）を示した。

また、試験試薬の色素濃度では、滴下直後の試薬溶液の挙動が明瞭に判断できる 10mg/ml 濃度が適していることを示した。

#### 文 献

- 1) 高山義紀、江端和清、池田英貴、節田功、大木照夫：関税中央分析所報、41、(2001)