

# マーガリン類の水分測定手順書

独立行政法人農林水産消費安全技術センター

## 1. 適用範囲

この手順書は、マーガリン類の日本農林規格に規定するマーガリン類に適用する。

## 2. 測定方法の概要

試料を、恒温乾燥器を用いて 105 °C で 1 時間乾燥させ、乾燥前後の試料重量から蒸発減量を求め、試料重量に対する百分比を算出する。

## 3. 注意事項

- (a) 乾燥容器を取り扱う際は、手袋等を着用し、直接手で触れないように操作する。
- (b) 恒温乾燥器の出し入れを行う際は、金属部分への接触による火傷に注意する。

## 4. 試料の取扱方法

試料は、試験を実施する日まで冷蔵（10 °C 以下）等表示されている保存温度で保存し、試験を実施する際には室温に戻した後使用する。

## 5. 器具及び装置

試験に用いる器具及び装置は、次のとおりとする。

- (a) 電子天びん：0.1 mg の桁まで量ることができるもの。
- (b) 乾燥容器：①もしくは②を用いる。
  - ① ガラスビーカー：呼び容量 100 mL のビーカー。JIS R 3503 に規定するもの。
  - ② アルミニウム製秤量皿：下径直径 50 mm 以上、高さ 40 mm 以上のものでふた（はめ込み式のもの）を持つもの。
- (c) 乾燥助剤：粒度が 300 μm ~ 850 μm の海砂を用いる。
- (d) 乾燥器：105 °C に設定した場合の温度調節精度が ± 2 °C であるもの。庫内が清浄なもの。
- (e) デシケーター：JIS R 3503 に規定するもので、乾燥剤としてシリカゲルを入れたもの<sup>(1)</sup>。シリカゲルは塩化コバルト(II)等で着色したもの<sup>(2)</sup>。デシケーター本体とふたのすり合わせ部分にはグリース等を塗り、密着させる。デシケーターの中に湿度計や湿度インジケーター等を入れ、デシケーター内部の湿度を管理する。湿度が 10 % を超えたとき、もしくはシリカゲルの色が変わり始めたとき<sup>(3)</sup>には、シリカゲルを交換する。
- (f) 葉さじ：長さ 15 cm ~ 20 cm 程度のステンレス製のもの。試料を採取する際に用いる。
- (g) ガラス棒：ガラスビーカーを容器とする場合は、ガラス棒をビーカーに立てた時、

ビーカーの高さより上に出る長さを有するもの。アルミニウム製秤量皿を容器とする場合は、容器の側壁に斜めに横たわる長さのもので、ふたがきちんと閉まる長さのもの。

- (1) 事務局では呼び寸法300 mmのデシケーターを用いた。
- (2) 塩化コバルト（Ⅱ）で着色したシリカゲルでは、変色した場合には130 °Cで約3時間加熱すれば再利用が可能である。
- (3) 湿度10 %を超える付近でシリカゲルや湿度インジケーターの色が変わり始めるので、これを目安とする。

## 6. 測定手順

### 6.1 ガラスビーカーを用いた場合

- (a) あらかじめ105 °Cに設定した乾燥器<sup>(4)</sup>に、海砂約20 g及びガラス棒を入れたビーカーを入れる。乾燥器の表示温度で庫内温度が再び105 °Cに達したのを確認してから、1時間加熱する<sup>(5)</sup>。
- (b) 加熱が終了したビーカーをデシケーターに移し替える<sup>(6)</sup>。デシケーター中で室温に戻るまで冷却した後<sup>(7)</sup>、直ちに電子天びんを用いて、その重量を0.1 mgの桁まで正確に測定する。
- (c) (a)、(b)の操作を繰り返し行い、前回との重量の差が±1.0 mg以下となった時、直近の測定値を恒量とする。恒量となったビーカーの重量を $W_0$ とする。
- (d) (c)のビーカーに試料2 g～3 gを量りとり<sup>(8)</sup>、0.1 mgの桁まで正確に記録し、ガラス棒で海砂と混和する<sup>(9)</sup>。この重量を $W_1$ とする。
- (e) あらかじめ105 °Cに設定した乾燥器に、(d)のビーカーを入れる<sup>(5)</sup>。乾燥器の表示温度で庫内温度が105 °Cに達したのを確認してから、1時間加熱する。
- (f) 加熱が終了したビーカーをデシケーターに移し替える<sup>(6)</sup>。デシケーター中で室温に戻るまで冷却した後<sup>(10)</sup>、直ちに、これを0.1 mgの桁まで正確に測定し、この重量を $W_2$ とする。

(4) 試験を通して同一の電子天びんと同一の乾燥器を用いる。

(5) 乾燥器が105 °Cに温度を制御している場所で乾燥を行うために、乾燥器内の温度センサー付近にガラスビーカーを置く。例えば、センサーが上部に付いている乾燥器で上段と下段に間仕切りされている場合は、上段のセンサーに近い位置にビーカーを置く。また、乾燥器の壁面にビーカーが接触すると温度が変動する可能性があるため、壁面には接触させない。いくつかのビーカーを同時に乾燥する場合は、対流による温度調節の妨げにならないように少しの間隔を空けつつも、まとめてセンサー近辺に配置する。

(6) デシケーターにビーカーを移した後、直ちにデシケーターを秤量場所に移動する。

(7) この時、冷却に要した時間をその後の測定における放冷時間とする。事務局の実施例では、呼び寸法300 mmのデシケーター中にビーカーを最大12個入れた時、1時間の放冷で室温となった。なお、一晩などの長時間を放冷時間とはしない。

(8) 試料はあらかじめ室温に戻しておく。試料はできるだけビーカーの底面におとすように採取する。

試料を多く量りってしまった場合、試料に海砂が付着するので試料を減量せずにそのまま測定する。

(9) 加温等の操作をせず、常温で試料と海砂とを混和する。

(10) (b)の放冷時間と同じ時間、冷却する。

## 6.2 アルミニウム製秤量皿を用いた場合

(a) あらかじめ 105 °C に設定した乾燥器<sup>(4)</sup>に、海砂約 20 g 及びガラス棒を入れたアルミニウム製秤量皿を入れ、乾燥器の表示温度で庫内温度が再び 105 °C に達したのを確認してから、ふたと共に 1 時間加熱する<sup>(5) (11)</sup>。

(b) 加熱が終了したアルミニウム製秤量皿をデシケーターに移し替える<sup>(12)</sup>。デシケーター中で室温に戻るまで冷却した後<sup>(13)</sup>、直ちに電子天びんを用いて、その重量を 0.1 mg の桁まで正確に測定する。

(c) (a)、(b)の操作を繰り返し行い、前回との重量の差が ±1.0 mg 以下となった時、直近の測定値を恒量とする。恒量となったアルミニウム製秤量皿の重量を  $W_0$  とする。

(d) (c)のアルミニウム製秤量皿に試料 2 g ~ 3 g を量りとり<sup>(8)</sup>、0.1 mg の桁まで正確に記録し、ガラス棒で海砂と混和する<sup>(9)</sup>。この重量を  $W_1$  とする。

(e) あらかじめ 105 °C に設定した乾燥器に、(d)のアルミニウム製秤量皿を入れる<sup>(5) (11)</sup>。乾燥器の表示温度で庫内温度が再び 105 °C に達したのを確認してから、1 時間加熱する。

(f) 加熱が終了したアルミニウム製秤量皿をデシケーターに移し替える<sup>(12)</sup>。デシケーター中で室温に戻るまで冷却した後<sup>(10)</sup>、直ちに、これを 0.1 mg の桁まで正確に測定し、この重量を  $W_2$  とする。

(11) 加熱中はアルミニウム製秤量皿にふたを被せず、容器のそばに置いておく。

(12) 乾燥器の中でアルミニウム製秤量皿にふたをした後、速やかにデシケーターに移し替える。デシケーターにアルミニウム製秤量皿を移した後、直ちに秤量場所に移動する。

(13) この時、冷却に要した時間をその後の測定における放冷時間とする。事務局の実施例では、呼び寸法 300 mm のデシケーター中にアルミニウム製秤量皿を最大 6 個入れた時、30 分の放冷で室温となった。なお、一晩などの長時間を放冷時間とはしない。

## 7. 計算

以下のとおり計算し、小数第 2 位を四捨五入し、小数第 1 位まで記録する。

$$\text{水分}[\%(\text{質量分率})] = \frac{\{W_1 - (W_2 - W_0)\}}{W_1} \times 100$$

$W_0$  : 乾燥容器の重量 (g)

$W_1$  : 乾燥前の試料の重量 (g)

$W_2$  : 乾燥後の試料と乾燥容器の重量 (g)

## **8. JIS引用規格**

JIS R 3503 : 1994 化学分析用ガラス器具

### **マーガリン類の水分共同試験結果**

- (1) 参加試験室数 : 12
- (2) マテリアル数 : 6
- (3) 濃度 : 11.14 % (質量分率) ~ 55.30 % (質量分率)
- (4) 併行標準偏差 ( $S_F$ ) : 0.11 % (質量分率) ~ 0.31 % (質量分率)
- (5) 空間再現標準偏差 ( $S_R$ ) : 0.15 % (質量分率) ~ 0.31 % (質量分率)
- (6) 併行相対標準偏差 ( $RSD_F$ ) : 0.34 % ~ 1.28 %
- (7) 空間再現相対標準偏差 ( $RSD_R$ ) : 0.40 % ~ 2.08 %

## 履歴

年月日	改訂内容等
2012/10/11	規格の記載に比べて詳細な手順書を用いた共同試験(2012/03)の結果を妥当性確認調査検討・評価委員会で評価し、測定方法の妥当性が確認された。
2013/12/24	マーガリン類の日本農林規格の水分測定方法改正。 (従前は、砂糖類又は風味原料を含まないマーガリン類にあつては、1.33kPa 以下の減圧下に 90℃で 5 時間乾燥することになっていたが、砂糖類又は風味原料の含有の有無にかかわらず、常圧下 105℃、1 時間乾燥に変更。乾燥容器の種類を変更。)
2014/01/24	手順書 2013 新規作成。