

精製ラード、ショートニング及び食用精製加工油脂の水分 (常圧乾燥減量法) 手順書

1. 適用範囲

この手順書は、日本農林規格に定める食用精製加工油脂、精製ラード及びショートニングに適用する。

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) 恒温乾燥器内で操作する際は、金属部分への接触による火傷に注意する。
- (b) アルミニウム製ひょう量皿を取り扱う際は、清潔な手袋等を着用し、直接手で触れないように操作する。
- (c) 試験を通して同一の電子天びん及び恒温乾燥器を用いることとする。付属の取扱説明書の周囲環境条件を守って使用すること。また、常に清潔を保つこと。
- (d) 電子天びんは空調の風が直接当たらず振動のない場所に設置すること。また、測定時の室温が一定であること。
- (e) 静電気除去装置がある場合には、付属の取扱説明書に従って使用すること。
- (f) 「5.2 試料の乾燥」の作業は、「5.1 乾燥容器の恒量」の作業を終了した日以降に実施し、両作業は異なる日に実施することができる。

4. 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。「5.1 乾燥容器の恒量」と「5.2 試料の乾燥」の作業は、同一の電子天びんを用いること。天びんが設置してある部屋の室温変化に応じて、使用前に点検を実施すること⁽¹⁾。
- (b) アルミニウム製ひょう量皿：①もしくは②を用いる。
 - ① ふたあり：下径直径 48 mm 以上、高さ 20 mm 以上のものでふた（はめ込み式のもの）を持つもの。
 - ② ふたなし：下径直径 48 mm 以上、高さ 20 mm 以上のものでふたを持たないもの
- (c) 恒温乾燥器：常圧のもので、105 °C に設定した場合の庫内温度が 105 ± 2 °C であるもの。庫内が清浄であること。「5.1 乾燥容器の恒量」と「5.2 試料の乾燥」

の作業は、同一の乾燥機を用いること。

- (d) **デシケーター**：ガラス製で、乾燥剤としてシリカゲルを入れたもの（JIS K 8001に規定）。呼び寸法が120、150、180、210、240、又は300 mmのもの（JIS R 3503に規定）⁽²⁾。シリカゲルは塩化コバルト(II)等で着色したもの⁽³⁾。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。シリカゲルの色が変わり始めたとき⁽⁴⁾、もしくは湿度インジケーターで湿度が10%を超えたときには、シリカゲルを交換すること。
- (e) **葉さじ**：長さ200 mm程度であり、ステンレス製のもの。

(1) 内蔵分銅による自動調整機能を有する天びんにあっては、調整実行条件として周囲温度の変化を最小値に設定する。自動調整機能がない天びんにあっては、各試験日で、最初に使用する際に点検・調整を行い、以降の使用時に室温の変化が3℃より大きい場合は、再度天びんの調整を行う。

(2) 事務局では呼び寸法300 mmのデシケーターを用いた。

(3) 事務局では塩化コバルト(II)で着色したものを用了。このシリカゲルは変色した場合には130℃で約3時間加熱すれば再利用が可能である。

(4) 湿度10%を超える付近でシリカゲルの色が変わり始めるので、これを目安とする。

5. 測定手順

5.1 乾燥容器の恒量

- (a) 必要数以上のアルミニウム製ひょう量皿を用意する。
- (b) 恒温乾燥器の庫内温度が105℃になったことを表示温度にて確認した後、恒温乾燥器の温度センサー付近に、他のひょう量皿と間隔を空けて置く⁽¹⁾⁽²⁾。このとき、ひょう量皿を恒温乾燥器内の壁面に接触させないこと⁽³⁾。ひょう量皿の配置後は、直ちに恒温乾燥器の扉を閉じる。
- (c) 恒温乾燥器に乾燥容器を入れると庫内温度が若干下がるため、恒温乾燥器の扉を閉めた後、再び温度が上がるのを待ち、恒温乾燥器の表示温度が105℃になった時点からひょう量皿を1時間乾燥する。
- (d) あらかじめデシケーターを恒温乾燥器の付近に運搬する。運搬の際は必要に応じて台車等を用いる。
- (e) ひょう量皿を1時間乾燥した後、乾燥操作後のひょう量皿⁽⁴⁾をデシケーター中にひょう量皿同士が接触しないように速やかに入れる。デシケーターをひょう量場所に移動する。
- (f) 1時間放冷が完了する前に、天びんが設置してある部屋の室温を確認し⁽⁵⁾、天びんの校正を行う。⁽⁶⁾
- (g) ひょう量皿を1時間放冷した後、直ちにデシケーターからひょう量皿を1個取

り出し、電子天びん⁽⁷⁾の計量皿の中央に静かに置く。指示値が安定したことを確認後、0.1 mg の桁まで記録する。ひょう量皿を電子天びんから取り出した後、表示値が 0.0 mg であることを確認する⁽⁸⁾。同様にして全てのひょう量皿の質量を測定し、記録する。測定が終わったひょう量皿は速やかにデシケーター中に戻す。

(h) (b)～(g)を繰り返し、連続する 2 回の測定値の差が± 1.0 mg 以下になったとき、直近の測定値をひょう量皿の恒量とし、この質量を W_0 とする。恒量が得られたひょう量皿は、試料採取までデシケーター中で保管する。

- (1) 乾燥器の温度の指示値は乾燥器内の温度センサーにより測定された値である。指示値が示す温度の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アルミニウム製ひょう量皿を置く。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アルミニウム製ひょう量皿を置く。いくつかのアルミニウム製ひょう量皿を同時に乾燥する場合は、ひょう量皿同士が接触しないように、センサー近辺にすべてのひょう量皿を配置する。
- (2) ふたのあるひょう量皿の場合は、ふたと共に加熱する。加熱中はひょう量皿にふたを被せず、容器のそばに置いておくこと。
- (3) 壁面にひょう量皿等が接触するとその部分の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。
- (4) ふたのあるひょう量皿の場合は、乾燥器の中でひょう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。
- (5) 空調を予め稼働するなどし、電子天びんを設置してある実験室の室温が安定している状態となっていることを測定前に確認しておく。また、内蔵分銅による自動調整機能を有する天びんにあっては、調整実行条件として周囲温度の変化を最小値に設定する。
- (6) 内蔵分銅による自動調整機能がない天びんにあっては、各試験日で、最初に使用する際に点検・調整を行う。また、連続する2回の測定時の室温の差が±3℃より大きい場合、再度天びんの調整を行う。
- (7) 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ものとする。
- (8) 指示値が0.0 mgにならない場合は、そのひょう量皿の質量を再測定する。

5.2 試料の乾燥

- (a) 天びんが設置してある部屋の室温を確認し⁽¹⁾、天びんの点検を行う⁽²⁾。
- (b) 5.1において恒量となったひょう量皿をデシケーターから取り出し、電子天びん⁽³⁾の計量皿の中央に静かに置く。
- (c) 薬さじを使用し、保存容器中で試料をよくかき混ぜ、ひょう量皿に試料約 5 g (4.5 g 以上 5.4 g 以下の範囲) を取り出し、試料塊がひょう量皿側面に付着しないように量り取る⁽⁴⁾。
- (d) 指示値が安定したことを確認後、0.1 mg の桁まで記録する。この試料質量を W_1

とする。なお、ひょう量皿を電子天びんに置いてからひょう量までの操作は、蒸発による水分の損失を考慮し、概ね 3 分以内で行う。同様にして全ての試料の質量を測定し、記録する。

- (e) 恒温乾燥器の庫内温度が 105 °C になったことを表示温度にて確認した後、恒温乾燥器の温度センサー付近に、(b)にて試料を採取したひょう量皿を、他のひょう量皿と間隔を空けて置く⁽⁵⁾⁽⁶⁾。このとき、ひょう量皿を恒温乾燥器内の壁面に接触させないこと⁽⁷⁾。ひょう量皿の配置後は、直ちに恒温乾燥器の扉を閉じる。
- (f) 恒温乾燥器に乾燥容器を入れると庫内温度が若干下がるため、恒温乾燥器の扉を閉めた後、再び温度が上がるのを待ち、恒温乾燥器の表示温度が 105 °C になった時点からひょう量皿を 1 時間乾燥する。
- (g) あらかじめデシケーターを恒温乾燥器の付近に運搬する。運搬の際は必要に応じて台車等を用いる。
- (h) ひょう量皿を 1 時間乾燥した後、乾燥操作後のひょう量皿⁽⁸⁾をデシケーター中にひょう量皿同士が接触しないように速やかに入れる。デシケーターをひょう量場所に移動する。
- (i) 1 時間放冷が完了する直前に、天びんが設置してある部屋の室温が試料採取時の室温±3 °Cの範囲内であることを確認する⁽⁹⁾。
- (j) ひょう量皿を 1 時間放冷した後、直ちにひょう量皿を 1 個取り出し、電子天びん⁽³⁾の計量皿の中央に静かに置く。指示値が安定したことを確認後、0.1 mg の桁まで記録する。ひょう量皿を電子天びんから取り出した後、表示値が 0.0 mg であることを確認する⁽¹⁰⁾。試料を含むひょう量皿の質量を W_2 とする。同様にして全てのひょう量皿の質量を測定し、記録する。

(1) 空調を予め稼働するなどし、電子天びんを設置してある実験室の室温が安定している状態となっていることを測定前に確認しておく。また、自動調整機能を有する天びんにあつては、調整実行条件として周囲温度の変化を最小値に設定する。

(2) 内蔵分銅による自動調整機能がない天びんにあつては、各試験日で、最初に使用する際に点検・調整を行う。

(3) 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ものとする。

(4) 試料はひょう量皿の側面に付着しないように塊のまま底面に落とすように採取する。試料が葉さじに付着し、採取が困難な場合は葉さじを2本使用する。

(5) 乾燥器の温度の指示値は乾燥器内の温度センサーにより測定された値である。指示値が示す温度の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アルミニウム製ひょう量皿を置く。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アルミニウム製ひょう量皿を置く。いくつかのアルミニウム製ひょう量皿を同時に乾燥する場合は、ひょう量皿同士が接触しないように、すべてのひょう量皿をセンサー近辺に配置する。

- (6) ふたのあるひょう量皿の場合は、ふたと共に加熱する。加熱中はアルミニウム製ひょう量皿にふたを被せず、容器のそばに置いておくこと。
- (7) 壁面にひょう量皿等が接触するとその部分の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。
- (8) ふたのあるひょう量皿の場合は、乾燥器の中でひょう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。
- (9) 内蔵分銅による自動調整機能がない天びんにあつては、試料採取時の室温±3℃の範囲外の場合、内部分銅等による校正を行う。
- (10) 指示値が0.0 mgにならない場合は、そのひょう量皿の質量を再測定する。

6. 計算

以下のとおり計算する。

$$\text{水分(\%)} = \frac{\{W_1 - (W_2 - W_0)\}}{W_1} \times 100$$

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)

7. 日本工業規格引用

本手順書において引用された規格は、その最新版（追補を含む）を適用する。

JIS K 8001 試薬試験方法通則

JIS R 3503 化学分析用ガラス器具

試験用試料の調製

薬さじ等によりよく混ぜてから、試料を採取する。

共同試験結果

精製ラード、ショートニング及び食用精製加工油脂の水分（常圧乾燥減量法）

- (1) 参加試験室数 : 10
- (2) マテリアル数 : 6

- (3) 濃度 : 0.154 % (質量分率) ~0.813 % (質量分率)
- (4) 併行標準偏差 (S_r) : 0.008 % (質量分率) ~0.022 % (質量分率)
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.014 % (質量分率) ~0.024 % (質量分率)
- (6) 併行相對標準偏差 (RSD_r) : 1.9 % ~9.6 %
- (7) 室間再現相對標準偏差 (RSD_R) : 2.3 % ~12.3 %