

乾燥スープの水分測定方法手順書

1. 適用範囲

この測定方法は、日本農林規格における乾燥スープに適用する。

2. 測定方法の概要

試料を減圧乾燥器を用いて 4.0 kPa (30 mmHg) 以下、かつ 70 °C ± 2 °C で 5 時間乾燥した後の、蒸発減量を測定する。

3. 注意事項

- (a) アルミニウム製秤量皿及びアルミニウム箔カップを取り扱う際は、手袋等を装着し、直接手で触れないように操作する。
- (b) 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。
- (c) 器具は清浄であり、十分に乾燥したものをを用いる。
- (d) 試料を保管する場合は、常温で保管する。

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) アルミニウム製秤量皿：下径直径 50 mm 以上、高さ 25 mm 以上のもので内ふたを持つもの。
- (b) アルミニウム箔カップ：直径約 15 cm の円形に切り取ったアルミニウム箔を容量 100 mL のビーカーでカップ型に成形したもの又は下径直径 50 mm 以上のもので、上部を折り曲げて密閉が可能な大きさのもの。
- (c) 恒温乾燥器：105 °C に設定した場合の温度調節精度が ±3 °C であるもの。庫内が清浄であること。
- (d) 減圧乾燥器：4.0 kPa (30 mmHg) 以下に減圧でき、かつ 70 °C に設定した場合の温度調節精度が ±2 °C であるもの。庫内が清浄であること。
- (e) 電子天びん：0.1 mg まで量ることができるもの。
- (f) デシケーター：JIS K 8001 に規定するもの。すなわち、乾燥剤として JIS Z 0701 に規定するシリカゲル(A 形 1 種) を入れたデシケーターを用いる。シリカゲルは塩化コバルト(II)で着色したものとし、その色に変色した時には約 130 °C で加熱して再生する。
- (g) ビーカー：JIS R 3503 に規定するもので、呼び容量 100 ml のもの。

5. 測定手順

5.1 アルミニウム製秤量皿を用いる場合

- (a) あらかじめ 105 °C に設定した恒温乾燥器にアルミニウム製秤量皿及び内ふたを入れ⁽¹⁾、恒温乾燥器の表示温度で庫内温度が 105 °C であることを確認後、1～2 時間

加熱する。

- (b) 恒温乾燥器内でアルミニウム製秤量皿に内ふたをし、その後デシケーターに内ふたをしたアルミニウム製秤量皿を移し替える⁽²⁾。デシケーター中で室温に戻るまで放冷した後 0.1 mg まで正確に測定⁽³⁾する。
- (c) 試料⁽⁴⁾ 約 3 g をアルミニウム製秤量皿に入れ 0.1 mg まで正確に測定⁽⁵⁾する。
- (d) あらかじめ 70 °C に設定した減圧乾燥器に(c)のアルミニウム製秤量皿及び内ふたを入れ⁽¹⁾、4.0 kPa(30 mmHg)以下の圧力にして、減圧乾燥器の表示温度で庫内温度が 70 °C であることを確認後、5 時間加熱する。
- (e) 真空ポンプ側のバルブを閉じた後、空気を少しずつ入れて減圧乾燥器の庫内を常圧に戻し、減圧乾燥器の扉を開け、減圧乾燥器中で直ちにアルミニウム製秤量皿に内ふたをし、その後デシケーターに内ふたをしたアルミニウム製秤量皿を移し替える⁽²⁾。デシケーター中で室温に戻るまで放冷した後直ちに、0.1 mg まで正確に測定⁽⁶⁾する。

5.2 アルミニウム箔カップを用いる場合

- (a) アルミニウム箔カップの重量を 0.1 mg まで正確に測定⁽⁷⁾する。
- (b) 試料⁽⁴⁾ 約 3 g をアルミニウム箔カップに入れ 0.1 mg まで正確に測定⁽⁵⁾する。
- (c) あらかじめ 70 °C に設定した減圧乾燥器に(b)のアルミニウム箔カップを入れ、4.0 kPa(30 mmHg)以下の圧力にして、減圧乾燥器の表示温度で庫内温度が 70 °C であることを確認後、5 時間加熱する。
- (d) 真空ポンプ側のバルブを閉じた後、空気を少しずつ入れて減圧乾燥器の庫内を常圧に戻し、減圧乾燥器の扉を開け、減圧乾燥器中で直ちにアルミニウム箔カップの上部を折り曲げて密封し、その後デシケーターにアルミニウム箔カップを移し替える⁽²⁾。デシケーター中で室温に戻るまで放冷した後直ちに、0.1 mg まで正確に測定⁽⁸⁾する。

(1) 恒温乾燥器内では上段の中央部分に置く。恒温乾燥器内での汚染を防ぐためと表示温度(105 °C)付近の場所にアルミニウム製秤量皿及び内ふたを入れるためである。乾燥器の庫内温度の測定センサー等が乾燥器の上部中央にある場合を想定している。なお、乾燥器により測定センサー等が中央以外にある場合は、その近辺に入れる。内ふたを外した状態で内ふたと共に乾燥器に入れる。

(2) デシケーター中の各アルミニウム製秤量皿又はアルミニウム箔カップは重ならないように置く。デシケーターにアルミニウム製秤量皿又はアルミニウム箔カップを入れた後、直ちにデシケーターを秤量場所で放冷する。

(3) 室温になった後すぐに測定する。この時の放冷時間を今後の測定の放冷時間とする。電子天びんの誤差を考慮し、試験を通して一つの電子天びんのみを用いるものとする。

また、恒量を求める必要がある場合があるので、事前に確認することが必要である。

(4) 試料は葉さじ等でよくかき混ぜて、速やかに採取する。また、塊等がある場合は葉さじでかき混ぜる等してなるべく塊を小さくして、採取する。

(5) 試料は 0.1 g の位で四捨五入して 3 g となるように採取する。

(6) 室温になった後すぐに測定する。5.1(b)の放冷時間で放冷する。

(7) 乾燥して恒量を求める必要がある場合があるので、事前に確認することが必要である。

(8) 室温になった後すぐに測定する。

なお、アルミニウム箔カップの恒量を求める必要がある場合は、恒量を求めた時の放冷時間で放冷する。

6. 計算⁽⁹⁾

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

W_0 : 恒温乾燥後のアルミニウム製秤量皿の重量(g)、又はアルミニウム箔カップの重量(g)

W_1 : 減圧乾燥前の試料とアルミニウム製秤量皿の重量(g)、又は減圧乾燥前の試料とアルミニウム箔カップの重量(g)

W_2 : 減圧乾燥後の試料とアルミニウム製秤量皿の重量(g)、又は減圧乾燥後の試料とアルミニウム箔カップの重量(g)

(9) 計算はパソコンや電卓を用いて行う。計算途中では数値を丸めないこと。

試験用試料の調製

市販の製品をブレンダーで5秒粉碎する。次に粉碎されたものを目の開きが1mmのふるい(JIS Z 8801-1)を通過させる。ふるい上に残ったものは再度、同様に粉碎しふるいを通過させ、ふるいをとったものをあわせて試料とする。

共同試験結果

乾燥スープの水分

- (1) 参加試験室数 : 11
- (2) マテリアル数 : 6
- (3) 濃度 : 0.6 ~ 6.3 %
- (4) 併行標準偏差 (S_p) : 0.028 ~ 0.15
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.073 ~ 0.43
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_p) : 1.1 ~ 8.0 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 5.7 ~ 23 %