

マカロニ類の灰分共同試験 測定手順書

1. 適用範囲

この測定方法は日本農林規格におけるマカロニ類に適用する。

2. 測定方法の概要

試料中の有機物を高温で燃焼して除去し、残留物の重量を灰分とする。

3. 注意事項

- (a) 電気マuffle炉を用いる際は高温のため火傷をしないよう取り扱いに充分注意すること。
- (b) 電熱器での予備灰化の際は火傷をしないよう取り扱いに充分注意すること。

4. 器具及び装置

- (a) 電熱器：予備灰化に使用する。ケルダール法用の出力可変式分解台を用いてもよい。
- (b) 電気マuffle炉：熱電対温度計付きのもので 550 ± 10 °C に設定できるもの
- (c) 磁器るつぼ：JIS R1301 に規定される B 形予備容量 50 mL ($\phi 53 \times 43$)、容量 30 mL ($\phi 45 \times 36$) もしくは容量 15 mL ($\phi 36 \times 27$) 程度のもの
- (d) 電子天びん⁽¹⁾：小数第4位 (0.0001 g) まで量りとることができるもの。
- (e) デシケーター⁽²⁾：コック付きの、上口もしくは横口を用いる。中板が磁製板のもの。乾燥剤として JIS Z0701 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、その色が変色したときには約 130 °C で加熱して再生する。
- (f) 水：蒸留法もしくはイオン交換法によって精製した水又は逆浸透法、蒸留法、イオン交換法などを組み合わせた方法によって精製したもので、JIS K8008 に規定する A2 以上の品質を有するもの。

5. 測定手順

5.1 試料の取り扱い

送付された試料を試験開始まで室温で保存する。

5.2 るつぼの恒量

- (a) あらかじめ磁器るつぼを必要個数電気マuffle炉に入れ、550 °C に昇温し、550 °C になったのち、550 °C で 1 時間加熱する。
- (b) 電気マuffle炉内の温度が約 200 °C に下がったら⁽³⁾、るつぼをデシケーターに移しかえ⁽⁴⁾、1 時間放冷し、重量を小数第 4 位まで秤量する⁽⁵⁾。
- (c) (a)、(b) の操作を、前後の秤量値の差が 0.0005 g 以下となるまで繰り返し、るつぼの恒量をとる。

5.3 試料の灰化

- (a) 5.2 で恒量となったるつぼにマカロニ試料 5 g を量りとり⁽⁶⁾、その重量を小数第 4 位まで測定する。
- (b) 電熱器上で徐々に温度を上げながら⁽⁷⁾、炭化し煙が出なくなるまで予備灰化する⁽⁸⁾。
- (c) るつぼを電気マッフル炉内に入れ、550 °C に昇温し、550 °C になったのち、550 °C で 6 時間灰化する。
- (d) 電気マッフル炉内の温度が約 200 °C に下がったら⁽³⁾、るつぼをデシケーターに移しかえ⁽⁴⁾、1 時間放冷し、重量を小数第 4 位まで測定する⁽⁵⁾。
- (e) るつぼに水を数滴穏やかに加え⁽⁹⁾、電熱器で水分を蒸発させ、るつぼと試料を乾燥させる。
- (f) 再び、るつぼを電気マッフル炉に入れ、550 °C に昇温し、550 °C になったのち、550 °C で 1 時間灰化する。
- (g) 電気マッフル炉内の温度が約 200 °C に下がったら⁽³⁾、るつぼをデシケーターに移しかえ⁽⁴⁾、1 時間放冷し、重量を小数第 4 位まで測定する⁽⁵⁾。
- (h) (f)、(g) の操作を恒量（前後の測定値の差が 0.0005 g 以下）になるまで繰り返す⁽¹⁰⁾。

6. 計算

$$\text{灰分 (\%)} = 100 \times (W_2 - W_0) / W_1$$

W_0 : 恒量となったるつぼの重量 (g)

W_1 : 量りとった試料の重量 (g)

W_2 : 灰化後の灰を含めた、恒量となったるつぼ重量 (g)

前後の測定値において、後の測定値を恒量となった重量とする。

灰分は小数第 4 位を四捨五入し、小数第 3 位まで求める。

留意事項

- (1) 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。
- (2) 各るつぼは同じ容積のデシケーターで放冷する。
- (3) 以下のようにして電気マッフル炉内の温度を下げる。
 - ・ 550°C の加熱後に、電源を切り、ゆっくりとごくわずかに扉を開け、炉内温度を下げる。
 - ・ 550°C の加熱後に、電源を切らずに、炉内温度が下がるように電気マッフル炉を調節する。なお、電気マッフル炉は型番等により、扉の開閉可能時の炉内の上限温度が異なるので注意すること。
- (4) デシケーターにるつぼを入れた後、直ちにるつぼを秤量場所で放冷する。
- (5) デシケーターからるつぼを取り出す際は、デシケーター内部が陰圧になっている場合があるので、塵や外気が急激に入らないように、コック先端に濾紙等をあててゆっくりとコックを開け圧力を戻

した後にデシケーターを開ける。

- (6) 試料は0.1 gの位で四捨五入して5 gとなるように採取する。
- (7) 温度を急激に上げると試料に火がつく場合があるので注意する。
- (8) 予備灰化終了後は5.3(c)へは分析を中断（後述）せずに、できる限り早く進む。
- (9) 蒸留水を加えることにより、未灰化炭素を露出させる。このとき灰が飛散しないようパスツールピペット等を用いて数滴ずつを注意して加える。灰の粉碎は必要ない。
- (10) 5.3(d)で550℃で6時間灰化後測定した重量と、5.3(g)で水を加えた後1時間灰化を行って得られた重量の測定値の差が0.0005 g以下であれば恒量となったと考える。

分析の中断について

本測定は複数日にわたる。よって分析を一時中断し翌日以降再開する場合について以下に記す。

- ・電気マッフル炉でるつぼを550℃で加熱後、約200℃まで下げた場合
試料の灰化処理前後に関わらず、約200℃に保った炉内にくるつぼを置き、分析を一時中断して良い。その後デシケーターに入れ1時間放冷し、測定を再開する。
- ・試料の予備灰化開始後の場合
灰の吸湿をできるだけ防ぐため、灰化後の1時間のデシケーターでの放冷以外はるつぼを室温下に置くことは極力避けること。中断する場合は、炉内を約200℃に保った電気マッフル炉内にくるつぼを置く。これが無理な場合はデシケーターでるつぼを保存する。

試験用試料の調製

市販の製品をブレンダー等で粉碎する。次に粉碎されたものを目の開きが850 μmと500 μmのふるいでふるい、850 μmのふるいを通り、500 μmのふるいの目の上に残ったものを試料とする。

共同試験結果

マカロニ類の灰分共同試験結果

	マカロニ類	マカロニ類	マカロニ類	マカロニ類	マカロニ類
参加試験室数	9	9	9	9	9
有効試験室数	9	9	9	8	9
灰分 (%)	0.740	0.780	0.888	0.998	1.770
併行標準偏差 (S_r , %)	0.0046	0.011	0.011	0.010	0.0081
室間再現標準偏差 (S_R , %)	0.015	0.018	0.013	0.011	0.0081
併行相対標準偏差 (RSD_r , %)	0.62	1.4	1.3	1.0	0.46
室間再現相対標準偏差 (RSD_R , %)	2.0	2.3	1.4	1.1	0.46
HorRat value	0.48	0.56	0.35	0.27	0.12

報文：

マカロニ製品の灰分測定法に関する室間共同試験による妥当性確認, 箱田晃子, 井伊悠介, 鈴木忠直, 安井明美, 分析化学, **57** (6), 447-452 (2008)