

煮干魚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、煮干魚類の日本農林規格に規定する煮干魚類に適用する。

2. 測定方法の概要

試料を、恒温乾燥器を用いて 105 °C で 5 時間乾燥させ、乾燥前後の重量測定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) アルミニウム製秤量皿、アルミニウム箔カップを取り扱う際は、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。

4. 器具及び装置

4.1 試験試料の調製に用いる器具は、次のとおりとする。

- (a) 粉砕器：ミキサー等。
- (b) 試験用ふるい：JIS Z 8801-1(2006)に規定する目開き 850 μ m のもの。

4.2 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を使用する。
 - ① アルミニウム製秤量皿：下径直径 50 mm 以上、高さ 25 mm 以上のものでふた（はめ込み式のもの）を持つもの。
 - ② 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 JIS R 3503 に規定する呼び容量 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 ± 2 °C であるもの。庫内が清浄であること。
- (d) 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。
- (e) 葉さじ：全長 150 mm ~ 180 mm 程度のもの。煮干魚類を採取する際に用いる。

5. 試験用試料の調製

熱による水分変化が起こらないように気をつけて粉砕器で 10 秒程度で試料を粉砕し、試験用ふるいを用いてふるい分けする。ふるい網上に残った試料は再び粉砕器で粉砕し、同様にふるい分けする。ふるい目を通過した試料を合わせ、十分に均質化して試験用試料とする。

6. 測定

6.1 アルミニウム製秤量皿を用いた場合⁽¹⁾

- (a) あらかじめ 105 °C に設定した乾燥器⁽²⁾に、ふたを外した状態のアルミニウム製秤量皿及びそのふたを入れ⁽³⁾、一度下がった庫内温度が乾燥器の表示温度で再び 105 °C に達した時点から 1 時間加熱する。
- (b) 乾燥器内でアルミニウム製秤量皿にふたをし、その後デシケーターにふたをしたアルミニウム製秤量皿を移し替える⁽⁴⁾。デシケーター中で室温に戻るまで冷却した後⁽⁵⁾直ちに、電子天びん⁽²⁾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 以下となったとき、アルミニウム製秤量皿の恒量とする。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 を量りとり⁽⁶⁾、0.1 mg の桁まで正確に記録し、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、ふたを外した状態の(d)のアルミニウム製秤量皿及びそのふたを入れ⁽³⁾、一度下がった庫内温度が乾燥器の表示温度で再び 105 °C に達した時点から 5 時間加熱する。
- (f) 乾燥器内でアルミニウム製秤量皿にふたをし、その後デシケーターにふたをしたアルミニウム製秤量皿を移し替える⁽⁴⁾。デシケーター中で室温に戻るまで冷却した後⁽⁷⁾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。

(1) 試験を通してアルミニウム製秤量皿と内ふたは同じ組み合わせで使用する。

(2) 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。

(3) 乾燥器が 105 °C に温度制御を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アルミニウム製秤量皿を置く。例えば、センサーが上部に付いている場合で、乾燥器が棚で区切られている場合は、上段でセンサーに近い位置にアルミニウム製秤量皿に置く。また、乾燥器の壁面にアルミニウム製秤量皿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。幾つかのアルミニウム製秤量皿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。

(4) 各アルミニウム製秤量皿が重ならないようにデシケーターの中に置く。デシケーターにアルミニウム製秤量皿を入れた後、直ちにデシケーターを秤量場所に移動する。

(5) 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 300mm のデシケーター中にアルミニウム製秤皿を最大 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こと。

(6) 試料は 0.1 g の位で四捨五入して 2 g となるように採取する。

(7) (b) の放冷時間と同じ時間、冷却する。

6.2 アルミニウム箔カップを用いた場合

- (a) 電子天びん⁽⁸⁾を用いて、アルミニウム箔カップの重量を 0.1 mg の桁まで正確に測定し、この重量を W_0 とする。

- (b) (a)のアルミニウム箔カップに試料 2 g を量りとり⁽⁹⁾、0.1 mg の桁まで正確に記録し、この重量を W_1 とする。
- (c) あらかじめ 105 °C に設定した乾燥器⁽⁸⁾に (b) のアルミニウム箔カップを入れ⁽¹⁰⁾、一度下がった庫内温度が乾燥器の表示温度で再び 105 °C に達した時点から 5 時間加熱する。
- (d) 乾燥器内で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⁽¹¹⁾。デシケーター中で室温に戻るまで冷却した後⁽¹²⁾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。

(8) 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。

(9) 試料は 0.1 g の位で四捨五入して 2 g となるように採取する。

(10) 乾燥器が 105 °C に温度制御を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アルミニウム箔カップを置く。例えば、センサーが上部に付いている場合で、乾燥器が棚で区切られている場合は、上段でセンサーに近い位置にアルミニウム箔カップに置く。また、乾燥器の壁面にアルミニウム箔カップ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。幾つかのアルミニウム箔カップ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。

(11) 各アルミニウム箔カップが重ならないようにデシケーターの中に置く。デシケーターに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移動する。

(12) 事務局の実施例では、呼び寸法 300mm のデシケーター中にアルミニウム箔カップを最大 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こと。

7. 計算

以下のとおり計算し、小数第 4 位を四捨五入し、小数第 3 位まで記録する。

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

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)

煮干魚類の水分測定共同試験結果

- (1) 参加試験室数 : 9
- (2) マテリアル数 : 5
- (3) 濃度 : 7.17 % ~ 25.27 %
- (4) 併行標準偏差 (S_p) : 0.036 % ~ 0.15 %
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.11 % ~ 0.36 %
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_p) : 0.21 % ~ 2.2 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 0.63 % ~ 3.0 %

履歴

年月日	改訂内容等
2010/11/12	規格の記載に比べて詳細な手順書を用いた共同試験(2010/8-9)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。
2012/07/17	煮干魚類の日本農林規格の粗脂肪分測定方法改正。 (乾燥容器の種類を追加。手順を詳細に記載。)
2013/09/10	手順書 2013 新規作成 (手順書(2010年版)の体裁変更)。