

ドレッシングの水分測定手順書

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、ドレッシングの日本農林規格に規定するドレッシングに適用する。

2. 測定方法の概要

試料を、恒温乾燥器を用いて 105 °C で 3 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、常温で日が当たらないように保存する。

5. 器具、装置及び試薬

試験に用いる器具、装置及び試薬は、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) 測定容器：呼び容量 100 mL のガラスビーカー、もしくは筒型はかり瓶（60 mm × 70 mm）等それに準ずる大きさのガラス製容器で、JIS R 3503 に規定するもの。
- (c) 乾燥助剤：セライト 535 もしくはセライト 545 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⁽¹⁾。シリカゲルは塩化コバルト(II)等で着色したもの⁽²⁾。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⁽³⁾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。セライト、高粘度の試料を採取する際及び試料の混和に用いる。
- (g) 駒込ピペット又はマイクロピペット：容量 5 mL 程度のもの。低粘度の試料を採取する際に用いる。
- (h) ガラス棒：ふたのないガラス製容器（以下 ビーカー等という。）を測定容器とする

場合は、ガラス棒をビーカー等に立てた時、ビーカー等の高さより上に出る長さを有するもの。筒型はかり瓶を測定容器とする場合は、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。

- (i) **ブレンダー**：混合することでドレッシングの均質化が可能なもの。固形物を含むドレッシング類にあっては、固形物の粉碎が可能なもの。
- (j) **乳化剤**：ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノオレエート（以下「ポリソルベート80」という。）を用いる。
- (h) **試料容器**：固形物を含まない半固体状ドレッシングにおいて、試料を混和するために、移し替える容器。薬さじで混和可能な口径を有するもの。

- (1) 事務局では呼び寸法300 mmのデシケーターを用いた。
- (2) 事務局では塩化コバルト（Ⅱ）で着色したものを用いた。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。
- (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. 試料の調製

試料の調製は、次のとおり行う。

6.1 固形物を含まないドレッシング

- (a) **半固体状ドレッシング**：試料容器にできるだけ全量に移し、薬さじでよく混ぜたものを調製試料とする。（ブレンダー処理不要）
- (b) **乳化液状ドレッシング**：製品容器内でよく振り混ぜた後、ブレンダーの容器にできるだけ全量に移し、ブレンダーにかけたものを調製試料とする。
- (c) **分離液状ドレッシング**：試料の全量に対して約0.2%（質量分率）～約0.3%（質量分率）となるようにポリソルベート80を正確に加え、製品容器内でよく振り混ぜて乳化させた試料をブレンダーの容器にできるだけ全量に移し、ブレンダーにかけたものを調製試料とする⁽⁴⁾。

- (4) 試料を調製したことによる水分値の変化を補正するためには、調製に用いた試料の重量(g)及び添加したポリソルベート80の重量(g)が必要である。そのため、未開封時の製品重量、開封した製品にポリソルベート80を添加した時の製品重量及び試料の入っていた容器を洗浄し、乾燥した後の容器重量を正確に測定する。なお、ポリソルベート80を添加する際は、他の容器に移しかえると元の容器の壁に試料が残留することにより、上層と下層の比率が変化するおそれがあるので、移しかえずに開封した製品に直接添加する。

6.2 固形物を含むドレッシング

- (a) **半固体状ドレッシング**：ブレンダーの容器にできるだけ全量に移し、ブレンダーにかけ、固形物を可能な限り破碎したものを調製試料とする⁽⁵⁾。
- (b) **乳化液状ドレッシング**：製品容器内でよく混ぜた後、ブレンダーの容器にできるだ

け全量を移し、ブレンダーにかけ、固形物を可能な限り破碎したものを調製試料とする⁽⁵⁾。

(c) 分離液状ドレッシング：6.1(c)の調製を行い、固形物を可能な限り破碎したものを調製試料とする⁽⁵⁾。

(5) 固形物が沈殿をしているドレッシングについては、ブレンダー容器をよく振り混ぜてからブレンダーにかける操作を、固形物が粉碎されるまで繰り返す。

7. 測定手順

- (a) あらかじめ 105 °C に設定した乾燥器⁽⁶⁾に、セライト約 5 g 及びガラス棒を入れたビーカー等を入れ、乾燥器の表示温度で庫内温度が 105 °C であることを確認してから、1 時間加熱する⁽⁷⁾ (12)。
- (b) 加熱が終了したビーカー等をデシケーターに移し替える⁽⁸⁾。デシケーター中で室温に戻るまで冷却した後⁽⁹⁾、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等の重量を W_0 とする。
- (d) (c)のビーカー等に駒込ピペット等を用いて調製試料約 3 g を量りとり⁽¹⁰⁾、0.1 mg の桁まで正確に記録し、ガラス棒でセライトと混和する。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)のビーカー等を入れる⁽⁷⁾ (12)。乾燥器の表示温度で庫内温度が 105 °C であることを確認してから、3 時間加熱する。
- (f) 加熱が終了したビーカー等をデシケーターに移し替える⁽⁸⁾ (13)。デシケーター中で室温に戻るまで冷却した後⁽¹¹⁾、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。

(6) 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。

(7) 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測定容器を置く。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測定容器を置く。また、乾燥器の壁面に測定容器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。いくつかの測定容器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。

(8) デシケーターに測定容器を移した後、デシケーターを秤量場所に移動する。

(9) 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 100 mL ガラスビーカーを最大 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。

(10) 試料はよく混ぜてから採取する。試料を多く量りってしまった場合、試料にセライトが付着するので試料を減量せずにそのまま測定する。

(11) (b)の放冷時間と同じ時間、冷却する。

(12) 筒型はかり瓶の場合は、加熱中はふたを被せず、容器のそばに置いておく。

(13) 筒型はかり瓶の場合は、乾燥器の中でふたをした後、速やかにデシケーターに移し替える。

8. 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。

(a) 半固体状ドレッシング及び乳化液状ドレッシング：

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

W_0 ：測定容器の重量 (g)

W_1 ：乾燥前の試料の重量 (g)

W_2 ：乾燥後の試料と測定容器の重量 (g)

(b) 分離液状ドレッシングの場合：

$$\text{水分}[\%(\text{質量分率})] = M \times \frac{W_3 + W_4}{W_3}$$

M：(a)で算出された水分 (%)

W_3 ：調製に用いた試料の重量 (g)

W_4 ：調製に用いたポリソルベート80の重量 (g)

ドレッシングの水分確認試験結果（2012年度実施）

- (1) 参加試験室数：1（単一試験室）
- (2) マテリアル数：8
- (3) 濃度：16.57 %（質量分率）～ 89.99 %（質量分率）
- (4) 併行標準偏差（ S_r ）：0.06 %（質量分率）～ 0.25 %（質量分率）
- (5) 併行相対標準偏差（ RSD_r ）：0.07 % ～ 0.78 %

（参考）

ドレッシングの水分共同試験（2006年度実施）

2006年度共同試験手順書利用

- (1) 参加試験室数：10
- (2) マテリアル数：6
- (3) 濃度：19.84 %（質量分率）～ 90.13 %（質量分率）
- (4) 併行標準偏差（ S_r ）：0.07 %（質量分率）～ 0.20 %（質量分率）
- (5) 室間再現標準偏差（ S_R ）：0.05 %（質量分率）～ 0.32 %（質量分率）
- (6) 併行相対標準偏差（ RSD_r ）：0.03 % ～ 0.75 %
- (7) 室間再現相対標準偏差（ RSD_R ）：0.06 % ～ 0.86 %

履歴

年月日	改訂内容等
2007/02/26	規格の記載に比べて詳細な手順書を用いた共同試験(2006/12)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。
2008/10/16	ドレッシングの日本農林規格の水分測定方法改正。 (ガラス秤量管と脱脂綿を用いる方法から、高密度プラスチックフィルム袋とセライトを用いる方法に変更し、手順を詳細に記載。)
2010/08/30	手順書(2010年版)新規作成(2006年共同試験手順書の体裁変更)。
2012/10/11	単一試験室で妥当性確認試験をした結果を、妥当性確認調査検討・評価委員会で評価し、一部変更した測定方法について妥当性が確認された。
2014/02/12	ドレッシングの日本農林規格の水分測定方法一部改正。 (乾燥容器にビーカー等のガラス製容器とセライトを用いる方法に変更)
2014/02/26	手順書(2014年版)作成(手順書(2010年版)の変更)。