

# ぶどう糖の水分測定手順書

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、日本農林規格に規定するぶどう糖に適用する。

## 2. 測定方法の概要

試料を、減圧乾燥器を用いて 6.7 kPa 以下、60 °C で 5 時間乾燥させ、乾燥前後の測定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) 恒温乾燥器及び減圧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を用いることとする。
- (d) 測定方法で規定する圧力 6.7 kPa とは、標準大気圧を 101.3 kPa、絶対真空を 0 kPa とした絶対圧での表記である。ゲージ圧表記への換算は、絶対圧で示された値から試験室の大気圧を減じて算出する。
- (e) 恒温乾燥器及び減圧乾燥器の壁面に乾燥容器が接触すると、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こと。
- (f) 減圧ポンプを止める際にはポンプ吸引口側を大気圧に戻してから停止すること。この操作を行わないでポンプの運転を停止すると、オイルが吸引口からホースの方へ逆流し、乾燥器等がポンプオイルで汚染されるおそれがある。

## 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。試験を通して同一の電子天びんを用いること。
- (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) 減圧乾燥器：減圧ポンプとの組み合わせにより 6.7 kPa 以下の圧力に保持できるもの。60 °C ~ 105 °C に設定した場合の温度調節精度が ± 2 °C 以下であるもの。庫内が清浄であること。パージバルブには乾燥剤<sup>(1)</sup>等を通した空気を供給すること。

- (d) 減圧ポンプ：減圧乾燥器に接続して、6.7 kPa 以下に減圧して、5 時間連続運転が可能なもの。減圧乾燥器と減圧ポンプの間に乾燥剤<sup>(1)</sup>等を入れた除湿装置をつけてもよい。
- (e) 真空計：本手順書の真空条件下であることが確認できるもの。減圧乾燥器に圧力計測器が内蔵されている場合は、それを使用してよい。
- (f) 恒温乾燥器：常圧のもので、105 °C に設定した場合の温度調節精度が ± 2 °C 以下であるもの。庫内が清浄であること。容器の恒量を得るために使用してもよい。
- (g) 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。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。
- (h) 薬さじ：ぶどう糖を採取する際に用いる。

(1) シリカゲル、硫酸、又は無水硫酸カルシウムを主成分とする乾燥剤や低温にすることで水分を除く方法のもの、フィルターによる除去方法でもよい。

## 5. 試験用試料の調製

製品をそのまま若しくは粉砕器で粉砕・均質化し、試料とする。

## 6. 測定手順

### 6.1 アルミニウム製秤量皿を用いた場合<sup>(2)</sup>

- (a) あらかじめ 105 °C に設定した恒温乾燥器又は 60 °C に設定した減圧乾燥器<sup>(3)</sup>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る。恒温乾燥器の場合は表示温度で庫内温度が 105 °C であることを確認後、1 時間加熱する。減圧乾燥器の場合はドアを閉め、減圧ポンプを作動させて庫内の圧力を徐々に減圧し、圧力が 6.7 kPa 以下、表示温度で庫内温度が 60 °C であることを確認後、1 時間加熱する。
- (b) 減圧乾燥器の場合はポンプ側のバルブを閉じて、減圧乾燥器のパージバルブから徐々に庫内に空気を流入させて庫内を大気圧に戻す。恒温乾燥器又は減圧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重ねないように移し替え、デシケーターを秤量場所付近に移動する。デシケーター中で室温に戻るまで放冷した後<sup>(4)</sup>直ちに、電子天びんを用いて、その重量を 0.1 mg の桁まで測定する<sup>(5)</sup>。
- (c) (a)、(b)の操作を繰り返し行い、乾燥前後の重量の差が 1.0 mg 以下となった時点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) (a)のアルミニウム製秤量皿に試料 5 g<sup>(6)</sup>を量りとり、試料の表面を平らにしてから 0.1 mg の桁まで記録し、この重量を  $W_1$  とする。
- (e) あらかじめ 60 °C に設定した減圧乾燥器に、ふたを外した状態の(a)のアルミニウム製秤量皿及びそのふたを入れ、減圧乾燥器のドアを閉める。減圧ポンプを作動させて庫内の圧力を徐々に減圧し、圧力が 6.7 kPa 以下、減圧乾燥器の表示温度で庫内温度が 60 °C であることを確認後、5 時間乾燥する。減圧乾燥器のポンプ側のバルブは開

けたままとし、減圧ポンプは試験中は止めない。

(f) 減圧乾燥器のポンプ側のバルブを閉じて、減圧乾燥器のパージバルブから徐々に庫内に空気を流入させて庫内を大気圧に戻す。減圧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重ねないように移し替え、デシケーターを秤量場所付近に移動する。デシケーター中で室温に戻るまで放冷した後直ちに、これを 0.1 mg の桁まで測定し、この重量を  $W_2$  とする。

(2) 試験を通してアルミニウム製秤量皿とふたは同じ組み合わせで使用する。

(3) 減圧乾燥器を用いて、105 °Cで容器の恒量値を得ても良い。この場合は、庫内は減圧しない。

(4) 60°Cで乾燥した場合は、この時に放冷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アルミニウム製秤皿を最大12個入れた時、室温となる放冷時間は、60 °Cで乾燥した場合は30分、105 °Cで乾燥した場合は1時間であった。なお、一晩などの長時間を放冷時間にしないこと。

(5) 試験を通して同じ電子天びんを使用する。

(6) 試料は四捨五入して5 gとなるように4.5~5.4 gの間で採取する。また、試料は飛散しやすいので注意すること。

## 6.2 アルミニウム箔カップを用いた場合

(a) 電子天びんを用いて、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 5 g<sup>(6)</sup> を量りとり、0.1 mg の桁まで記録し、この重量を  $W_1$  とする。

(c) あらかじめ 60 °Cに設定した減圧乾燥器に(a)のアルミニウム箔カップを入れ、減圧乾燥器のドアを閉める。減圧ポンプを作動させて庫内を減圧し、圧力が 6.7 kPa 以下、減圧乾燥器の表示温度で庫内温度が 60 °Cであることを確認後、5 時間乾燥する。減圧乾燥器のポンプ側のバルブは開けたままとし、減圧ポンプは試験中は止めない。

(d) 減圧乾燥器のポンプ側のバルブを閉じて、減圧乾燥器のパージバルブから徐々に庫内に空気を流入させて庫内を大気圧に戻す。減圧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閉し、その後デシケーターにアルミニウム箔カップを重ねないように移し替え、直ちにデシケーターを秤量場所付近に移動する。デシケーター中で室温に戻るまで放冷した後<sup>(7)</sup>直ちに、これを 0.1 mg の桁まで測定し、この重量を  $W_2$  とする。

(7) 事務局の実施例では、呼び寸法 300 mm 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、30分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)

## 8. JIS引用規格

JIS K 8001 : 2009 試薬試験法通則

JIS R 3503 : 1994 化学分析用ガラス器具

## ぶどう糖の水分共同試験結果

- (1) 参加試験室数 : 12
- (2) マテリアル数 : 6
- (3) 濃度 : 0.311 % ~ 10.853 %
- (4) 併行標準偏差 (Sr) : 0.0082 ~ 0.075
- (5) 室間再現標準偏差 (SR) : 0.0082 ~ 0.075
- (6) 併行相対標準偏差 (RSDr) : 0.091 % ~ 2.6 %
- (7) 室間再現相対偏差 (RSDR) : 0.17 % ~ 2.6 %

## 履歴

年月日	改訂内容等
2012/06/08	規格の記載に比べて詳細な手順書を用いた共同試験(2012/05)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。
2013/11/12	ぶどう糖の日本農林規格の水分測定方法改正。 (乾燥容器の種類を追加。手順を詳細に記載。)
2013/11/14	手順書 2013 新規作成 (手順書(2012年版)の体裁変更)。