

## プルーンの水分の定量分析法

この分析法は、乾燥させたのちに水分を一部再添加したプルーンについて、関税定率法別表 第 08. 13 項に分類されるものかを確認する必要があるものについて適用する。

**1. 試験方法の概略** この試験方法は、プルーンを乾燥させたのちに水分を一部再添加したものの水分を定量するもので、次の手順により行う。

- ① 分析用試料の調製
- ② 減圧加熱乾燥法による水分の測定

**2. 分析用試料の調製** 以下の操作を、水分の減少を避けるためなるべく手早く行う。

- (i) 1 パッケージの内容量が 100 g<sup>(1)</sup> 以下のものについては全量を、100 g を超えるものについては無作為に 100 g の試料を採取し、フードプロセッサー、チョッパー等の機器により細断する。
- (ii) 細断後の試料を、全体が均質となるよう注意しながらよく混合<sup>(2)</sup> する。
- (iii) 混合した試料を再度細断し、(ii) と同様に混合する<sup>(3)</sup>。
- (iv) 全体が均質となるよう注意しながら混合したものを、分析用試料とする。

注 1) 種を除く重量とする。種を含む場合、あらかじめ種を除去してから試料を採取すること。

注 2) チャック付きビニール袋を使用する等して、操作中に水分が揮発しないよう注意する。

注 3) 粒状物が残留している場合は、(ii) の操作をもう一度繰り返す。

## 3. 水分の定量

### 3.1 機器、器具及び試薬

- (1) 真空定温乾燥機

温度を気温 60～110 °C の範囲内において ±1 °C に調節することが可能で、圧力を 100 mmHg (13.3 kPa) 以下に保つことができるよう、真空ポンプを接続したもの。

- (2) アルミニウム製ひょう量容器

上部外径が約 60 mm、深さ約 30 mm 又は約 47 mm のアルミニウム製ひょう量容器で、正確に適合するアルミニウム製の蓋が付属しているもの。

- (3) すり合わせガス洗浄瓶

ドレッセル式の容量 250 mL 又は 500 mL のもので、共通すり合わせ又は透明すり合わせにより瓶と中管を接続できるもの。

- (4) ガラス棒

直径 5 mm 程度で、(2) の内部に収納できるよう長さ 60 mm 程度に切断したもの。

- (5) 硫酸

試薬特級のもの。

- (6) けい砂又は海砂

粒径 20～40 メッシュ程度のもの。

**3.2 機器及び器具の構成** ガス洗浄瓶に、その容量の 80 % 程度の硫酸を注入し、図 1 のように真空定温乾燥機と接続する<sup>(4)</sup>。

注 4) 真空定温乾燥機内に硫酸が流入しないよう、接続する方向に注意する。

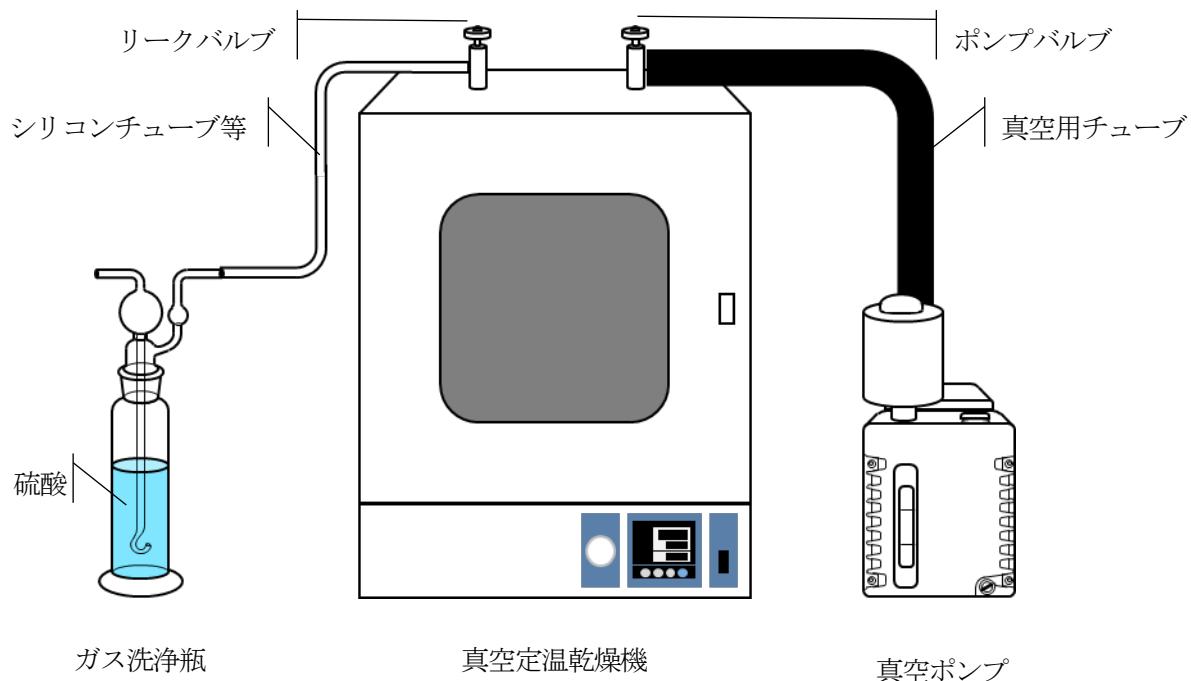


図1 機器及び器具の構成図

**3.3 器具及び試薬の乾燥** アルミニウム製ひょう量容器、ガラス棒及びけい砂又は海砂を、70 °Cに設定した真空定温乾燥機において 100 mmHg (13.3 kPa) 以下で 6 時間乾燥した後、デシケーター内で保管する。

**3.4 水分測定操作** 同一の分析用試料の複数箇所から各 5 g 以上の検体を採取し、採取した各検体に対し下記(i)～(vi)の試験を実施し、1回目の試験とする。1回目の試験に使用した残りの検体に対しても同様に(i)～(vi)の試験を実施し、2回目の試験とする。1回目の試験と2回目の試験は、同一の乾燥機内で、まとめて同時に実施してもよい。

- (i) 3.3 のアルミニウム製ひょう量容器に 3.3 のけい砂又は海砂約 1 g を採取し、3.3 のガラス棒とともに全体の重量を 0.1 mg の単位までひょう量する。
- (ii) (i) のアルミニウム製ひょう量容器に 2. で調製した分析用試料の複数箇所から各 5 g 以上を採取した検体のうち約 2.5 g を採取し、重量を 0.1 mg の単位までひょう量する<sup>(5)</sup>。
- (iii) ガラス棒を使用して検体及びけい砂又は海砂をよく混合した後、ウォーターバス上で蒸気により 30 分加熱し、水分をある程度除去する。
- (iv) 真空定温乾燥機の金属棚上に直接置き、蓋を外すか、ずらして口を開けた状態にした後、乾燥機の扉、ポンプバルブ及びリークバルブを閉じ、真空ポンプを作動させる。
- (v) ポンプバルブを開き、圧力が 100 mmHg (13.3 kPa) 以下となった後、リークバルブをわずかに開き、毎秒 2 泡程度の空気を導入しながら 70 °C で 6 時間乾燥する。
- (vi) 乾燥後、蓋を取り付けてデシケーター中で 1 時間以上放冷した後、ひょう量容器の重量を 0.1 mg の単位までひょう量する。

注5) このときガラス棒は、アルミニウム製ひょう量容器内に入れず蓋の上部に置いた状態でひょう量すること。

**3.5 水分の計算** 複数箇所から採取した各検体の水分は次式による。1回目の試験の平均値と2回目の試験の平均値をそれぞれ算出し、各回の試験結果とする。1回目の試験結果と2回目の試験結果の差が0.2%以内であるとき、試料の水分は2回の試験結果の平均値として算出する。数値は、小数点以下第二位を四捨五入する。

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

ただし、 $M$  : 水分 (%)

$W_0$  : 恒量としたアルミニウム製ひょう量容器の重量 (g)

$W_1$  : 検体を採取したひょう量容器の乾燥前重量 (g)

$W_2$  : 検体を採取したひょう量容器の乾燥後重量 (g)

#### 4. 参考文献

- (1) AOAC Official Method 934.06 : Moisture in Dried Fruits
- (2) 2020 STANDARD LAYOUT FOR UNECE STANDARDS ON DRY AND DRIED PRODUCE
- (3) 財団法人日本食品分析センター編：分析実務者が書いた五訂日本食品標準成分表分析マニュアルの解説 (2001)