

# はちみつの検査実施要領

はちみつ類の表示に関する公正競争規約の別表  
「はちみつの組成基準」の試験法の実施要領

平成4年4月1日 改訂  
平成15年5月13日 改訂

社団法人 全国はちみつ公正取引協議会

## ま え が き

本検査実施要領（以下「実施要領」という。）は、はちみつ類の表示に関する公正競争規約（以下「規約」という。）および同施行規則（以下「規則」という。）に規定する組成基準および試験法に基づき、検査を行うに当たって、社団法人全国はちみつ公正取引協議会（以下「協議会」という。）において、実施しているものです。

実施要領は、昭和45年5月13日（1970）規約および規則の施行に伴って、組成基準の検査を開始するに当たり、農林省食糧研究所（現独立行政法人食品総合研究所）、社団法人甘味食料品研究所（現社団法人菓子総合技術センター）および全国はちみつ公正取引協議会（現社団法人全国はちみつ公正取引協議会）により作成されたものです。その後昭和47年7月26日（1972）に若干追加・改正され、昭和62年7月1日（1987）の当協議会の社団法人化に伴い、同年9月12日に規約および規則が一部改正されたのをうけ、平成4年4月1日に、参考資料として他の測定方法も追加し、改訂され現在にいたっております。

今回、食品表示の一層の充実が求められている状況を踏まえ、表示の適正化の観点及びJAS法の品質表示基準の改正また、平成13年7月（2001）に食品の国際規格（CODEX）が改正されたことに伴いこれらの諸規定も考慮して当協議会に設置されました規約改正委員会において検討してまいりました規約及び規則も平成14年10月8日（2002）に公正取引委員会から認定されました。そこでこの機会にできる限りはちみつの国際規格に準じて「はちみつの組成基準値と検査方法」を変更いたしました。

主な改正点は、1）水分が21%以下から20%以下になりました。2）直接還元糖の項目が、果糖及びぶどう糖含有量（両者の合計）となり、試験法は、高速液体クロマトグラフ法（以下HPLC法という。）に変更しました。基準値は60g/100g以上になりました。3）みかけのショ糖はしよ糖となり、試験法は、同じくHPLC法です。基準値に変更はありませんが、表示単位が%からg/100gに変更されています。4）灰分ではなく、電気伝導度になりました。導電率の測定になります。基準値も0.8mS/cm以下となります。5）H.M.F.は、O.Winkler法の試薬の製造中止により、紫外部吸光度法による国際規格であるAOAC法に変更されました。これにともないO.Winkler法の整合性を検討した結果、今までの5mg/100g以下から5.9mg/100g以下に変更されました。この基準は、日本が輸入国であることを考慮しています。6）酸度は名称が遊離酸度となり、100gにつき1Nアルカリ4mlから5ml以下に変更され、測定方法も変更されました。

今回の検査方法は主引用文献を翻訳した文献をもとに作成し、種々の文献からの引用であるため加筆、削除、修正をし文章表現及び構成を統一しました。又、試験方法に直接影響しない事項については一部削除しました。関連文献とは主文献に引用されている文献を指します。

本実施要領が実施されることによりまして、我が国のはちみつの定義もグローバルなものとなり、一層消費者に信頼されると確信しているところであります。

会員各位におかれましては本実施要領を熟知されまして遺漏のなきようお願いしたいと存じます。

## I はちみつの組成基準

水分	(於温度20℃) 20%以下
	ただし公正競争規約第4条第1項第2号に規定する国産はちみつにあっては23%以下
果糖及びぶどう糖含有量 (両者の合計)	60 g / 100 g 以上
しよ糖	5 g / 100 g 以下
電気伝導度	0.8mS / cm以下
H.M.F.	5.9mg / 100 g 以下
遊離酸度	100 g につき 1 Nアルカリ 5 ml以下
でん粉・デキストリン	陰性反応

## II はちみつの組成基準の試験法

- (1) 水分 屈折率法によるものとする。  
(AOAC969.38B)
- (2) 果糖及びぶどう糖含有量 (両者の合計)  
HPLC (高速液体クロマトグラフ法) による。  
Harmonised methods of the European Honey Commission  
(Apidologie-Extra Issue28, 1997, Chapter 1.7.2)
- (3) しよ糖 HPLC (高速液体クロマトグラフ法) による。  
Harmonised methods of the European Honey Commission  
(Apidologie-Extra Issue28, 1997, Chapter 1.7.2)
- (4) 電気伝導度 導電率による。  
Harmonised methods of the European Honey Commission  
(Apidologie-Extra Issue28, 1997, Chapter 1.2)
- (5) H.M.F. 紫外外部吸光度法による。  
(AOAC980.23)  
(H.M.F.はヒドロキシメチルフルフラールの略語である。)
- (6) 遊離酸度 酸度の測定による。  
(J.Assoc. Public Analysts (1992) 28 (4) 171-175)  
MAFF VALIDATED METHODS FOR THE ANALYSIS OF FOODSTUFFS  
NoV19 ACIDITY IN HONEY
- (7) でん粉・デキストリン  
日本薬局方の試験法によることとし必要に応じ、ヨード反応を併用する。

### Ⅲ 試験法の実施要領

#### 1. 試料の調製（液状蜜、濾蜜、または巣はちみつ）

1) 液状蜜または濾蜜——試料が結晶などを含まない場合は、試料をかく拌または振とうにより十分に混合させてから、各測定用試料を量り取る。試料が結晶などを含んでいる場合は、密閉容器を、約60℃の湯浴中に置き（水が容器に入ってはならない）、30分間加温する。もし必要ならば、液状化するまで65℃で加熱する。必ず、時々かく拌することが必要である。加熱した試料は、十分混合し、液化したら直ちに冷却し、各測定用試料を量り取る。ただし、H.M.F.（ヒドロキシメチルフルフラール）の測定用試料は、加熱してはいけない。試料に、ワックス、木片、蜜蜂、巣の一部分などの異物が存在している場合、試料を湯浴中で40℃まで加熱し、加温漏斗を用いてろ布でろ過し、分析用試料を量り取る。

2) 巣はちみつ——巣が密封されている場合は、巣の上部を切り取る。内容物は、標準ふるい425  $\mu\text{m}$ 〔参考資料要参照〕でろ過し、巣から完全に分離する。巣またはワックスの一部がふるいを通り抜けてしまう場合は、試料を上記1)と同様に加熱し、ろ布でろ過する。はちみつが巣内で結晶化をしている場合は、ワックスが液状になるまで加熱してかく拌し、冷却して、ワックスを取り除く。

#### 1. 2 参考文献

##### 1) 主引用文献

AOAC OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS (1995)

SUGARS AND SUGAR PRODUCTS : Chapter 44. p20

44.4.01 AOAC Official Method 920.180 Honey (Preparation of Samples)

#### 2. 水 分

##### 2. 1 原 理

屈折率法による。

##### 2. 2 装 置

屈折計

##### 2. 3 試料の調製

「1. 試料の調製」に従って行うが、試料は完全に液化させる。

## 2. 4 操 作

20℃におけるはちみつの屈折率を測定し、対応する水分 (%) を表-1 の換算表から求める。  
測定温度が20℃でない場合は、次項により20℃の標準温度に補正する。

表-1 水分換算表<sup>a</sup>

水分 (%)	屈折率 (20℃)	水分 (%)	屈折率 (20℃)	水分 (%)	屈折率 (20℃)
13.0	1.5044	17.0	1.4940	21.0	1.4840
13.2	1.5038	17.2	1.4935	21.2	1.4835
13.4	1.5033	17.4	1.4930	21.4	1.4830
13.6	1.5028	17.6	1.4925	21.6	1.4825
13.8	1.5023	17.8	1.4920	21.8	1.4820
14.0	1.5018	18.0	1.4915	22.0	1.4815
14.2	1.5012	18.2	1.4910	22.2	1.4810
14.4	1.5007	18.4	1.4905	22.4	1.4805
14.6	1.5002	18.6	1.4900	22.6	1.4800
14.8	1.4997	18.8	1.4895	22.8	1.4795
15.0	1.4992	19.0	1.4890	23.0	1.4790
15.2	1.4987	19.2	1.4885	23.2	1.4785
15.4	1.4982	19.4	1.4880	23.4	1.4780
15.6	1.4976	19.6	1.4875	23.6	1.4775
15.8	1.4971	19.8	1.4870	23.8	1.4770
16.0	1.4966	20.0	1.4865	24.0	1.4765
16.2	1.4961	20.2	1.4860	24.2	1.4760
16.4	1.4956	20.4	1.4855	24.4	1.4755
16.6	1.4951	20.6	1.4850	24.6	1.4750
16.8	1.4946	20.8	1.4845	24.8	1.4745
				25.0	1.4740

<sup>a</sup> 20℃における値は、ウェドモア (Wedmore) の計算値 (Bee World 36, 197(1955)参照) ; 22.0 %より大きい値は、“FAO/WHO コーデックス分析・サンプリング法部会 (1968)”により、追加されたもの。

## 2. 5 屈折率の温度補正

20℃以上の温度～1℃につき0.00023を加える。

20℃以下の温度～1℃につき0.00023を差し引く。

## 2. 6 参考文献

### 1) 主引用文献

44.4.04 AOAC Official Method 969.38B Moisture in Honey

### 2) 関連文献

① JAOAC 52,729 (1969)

## 3. 果糖、ぶどう糖およびしょ糖の測定（高速液体クロマトグラフ法：HPLC法）

### 3. 1 適用範囲

本法は、はちみつ中に存在する果糖、ぶどう糖、しょ糖を定量するためのものである。これらの糖類は、精密なデータが必要とされるものである（参考：ツラノース、麦芽糖、他の糖類、例えば、メレチトース、エルロース、イソマルトース、ラフィノースなど他の糖類の定量に適用することもできる。）

### 3. 2 定 義

各糖の割合は、本法に示された式から計算された割合とする。

### 3. 3 原 理

本法は、ボグダノフ（Bogdanov）とバウマン（Baumann）関連文献①が最初に発表した方法に基づいている。試料溶液をろ過した溶液の糖分を示差屈折計（RI）検出器付の高速液体クロマトグラフ（以下、「HPLC」という。）により測定する。ピークの同定は相対保持時間の比較により行う。定量はピーク面積またはピーク高さから、外部標準法1点による絶対検量線法で行う。

### 3. 4 試 薬

特に指示がない限り、分析用試薬を用いる。

1) 水：蒸留水またはそれ以上の純度の水を用いる。

2) メタノール：HPLC用

3) アセトニトリル：HPLC用

注意：アセトニトリル、メタノールは、医薬用外劇物であるので、「危険物の取扱い実験室安全基準」を参考にして取り扱う。

4) HPLC 移動相：アセトニトリルと水を80：20（v/v）の割合で混合したもの。使用前には脱気

処理を行う。

- 5) 標準物質：果糖、ぶどう糖、しょ糖は高純度の純度が明らかな市販品を用いる。
- 6) 標準液：100mLのメスフラスコにメタノール25mLをホールピペットでとる。別に、100mL容ビーカーに果糖、ぶどう糖およびしょ糖を下記に示した量を精秤し、約40mLの水に溶解する。この溶液を先のメタノールを入れた、メスフラスコに水を用いて全量を移し、100mL定容とする。

果糖 : 2.000 g

ぶどう糖 : 1.500 g

しょ糖 : 0.250 g

100mLに定容した溶液をシリンジメンブランフィルターでろ過して、サンプル管に移す。標準液は、4℃の冷蔵庫内で4週間、-18℃で6ヵ月間安定である。

### 3. 5 装置および器具

- 1) バイアルビン
- 2) 超音波浴槽
- 3) メスフラスコ：100mL容
- 4) ホールピペット：25mL容
- 5) ビーカー：100mL容
- 6) メンブランフィルター：親水性、孔径0.45μm
- 7) メンブランフィルター用シリンジ
- 8) HPLC装置：RI検出器付一式（カラム温度は室温で実施しても、糖類の結果に影響を与えず、本方法でできる。）  
カラム：内径4.6mm、長さ250mm  
充てん剤：シリカゲルNH<sub>2</sub>カラム（粒子径5～7μm）  
試験を実施する前には、糖類成分が分離できることを確認する。

### 3. 6 手順

#### 3. 6. 1 試料の調製

「1. 試料の調製」に従って行う。

#### 3. 6. 2 試料溶液の調製

はちみつ5gをビーカーに精秤し、40mLの水で溶解する。100mLのメスフラスコにメタノール25mLをホールピペットで分注し、これに溶解したはちみつ溶液全量を水を用いて100mLメスフラスコに移す。水で定容とし、十分混和した後メンブランフィルターを通してサンプル管にとる。標準液と同様に保存する。

### 3. 6. 3 HPLC の操作条件

3. 5 の項で示したカラムを使う場合は、以下の条件で行う。

流 速 : 1.3mL/min

移 動 相 : アセトニトリル/水 (80:20, v/v)

カラムおよび検出器温度 : 30℃

注 入 量 : 10 $\mu$ L

注記: 試料と標準液は、同量注入する。

### 3. 6. 4 計 算

はちみつ中の糖類の同定および定量は、はちみつの糖類の保持時間とピーク面積またはピーク高さを標準物質と比較することにより行う。

果糖、ぶどう糖、しょ糖など各糖類の質量百分率W (単位: g/100g) は、次式から計算する (絶対検量線法)。

$$W = A_1 \times V_1 \times m_1 \times 100 / (A_2 \times V_2 \times m_0)$$

ただし、

A<sub>1</sub>: 試料溶液中の各糖のピーク面積またはピーク高さ

A<sub>2</sub>: 標準液中の各糖のピーク面積またはピーク高さ

V<sub>1</sub>: 試料溶液の定容量 (mL)

V<sub>2</sub>: 標準溶液の定容量 (mL)

m<sub>1</sub>: 標準液の定容量 (V<sub>2</sub>) 中の糖の質量 (g)

m<sub>0</sub>: 試料の質量 (g)

得られた値は、小数点以下第2位を四捨五入する。

### 3. 6. 5 結果の表記

- 1) 果糖およびぶどう糖含有量 (両者の合計) g/100g
- 2) しょ糖 g/100g

### 3. 7 参考文献

#### 1) 主引用文献

Harmonised methods of the European Honey Commission,  
Apidologie-Extra Issue 28, 1997, Chapter 1.7.2

#### 2) 関連文献

- ① Bogdanov S, Baumann SE (1988) Bestimmung von Honigzucker mit HPLC. Mitt Geb Lebensmittelunters Hyg 79, 198-206
- ② DIN (1992) Norm 10758 Bestimmung des Gehaltes an Sacchariden. HPLC Verfahren

## 4. 導電率（電気伝導度）の測定

### 4. 1 適用範囲

本法は、0.1～3 mS/cmの範囲にある導電率の測定に適用する。

### 4. 2 定義

はちみつの導電率は、20℃において、体積百分率20% (w/v)（乾物換算）の水溶液のものとする。得られた結果は、mS/cm（ミリジーメンズ/センチメートル）で表す。

### 4. 3 原理

はちみつ20 g〔乾物換算〕を蒸留水に溶解させて、100mLに定容した溶液の導電率を、導電率用セルを用いて測定する。導電率の測定は、逆数である電気抵抗の測定に基づく。本法は、Vorwohlの原法関連文献①～⑤に基づいている。

### 4. 4 試薬

特に指示がない限り、分析用試薬を用いる。

- 1) 水：蒸留直後のもの、または同等の純度のものを用いる。
- 2) 0.1mol/L塩化カリウム溶液：130℃、2時間で乾燥された塩化カリウム（KCl）7.4557 gを1000mLメスフラスコ中で前記1)の水に溶解させ、定容とする。これは用時に調製する。

### 4. 5 装置および器具

- 1) 導電率計（低領域 $10^{-7}$ S）一式：本体、導電率測定セル、白金二重電極（浸液電極）
- 2) 温度計：0.1℃の目盛りのもの
- 3) 恒温水浴槽：20±0.5℃に温度自動制御できるもの
- 4) メスフラスコ：100mLおよび1000mL容
- 5) ビーカー：100mL容

### 4. 6 手順

#### 4. 6. 1 セル定数の測定

導電率測定セルのセル定数が未知の場合、次の手順でセル定数を求める。

0.1mol/L塩化カリウム溶液40mLをビーカーにとり、導電率測定セルを導電率計に接続し、導電率測定セルを0.1mol/L塩化カリウム溶液で十分に洗浄する。次いで、セルを温度計とともに溶液中に浸す。溶液温度が20℃の平衡に達したら、この溶液の導電率をmS（ミリジーメンズ）単位で読みとる。

この時ポーラリゼーション効果による誤った結果を避けるために、計測時間をできるだけ短

くする。

次式を用いて、セル定数Kを計算する。

$$K = 11.691 \times l / G$$

ただし、

K：セル定数で、単位は $\text{cm}^{-1}$

G：導電率測定セルで計測した導電率で、単位は mS

11.691：20℃における蒸留直後の水の導電率（mS/cm）の平均値と、20℃における0.1 mol/L塩化カリウム溶液の導電率の平均値との和

なお、セル定数測定後、白金電極は水で十分に洗浄し、電極の劣化を防ぐため蒸留水中に保存する。

#### 4. 6. 2 試料の調製

「1. 試料の調製」に従って行う。

#### 4. 6. 3 試料溶液の調製

試料20.0 g（乾物換算）に相当する量を正確に量りとり、水に溶解させる。溶液全量を100 mL容メスフラスコに水を用いて移し、水で100mL定容とした試料溶液を作製する。

注記：必要に応じ、はちみつの採取量を少なくし、上記の5分の1の濃度（w/v%）で調製したものを用いてもよい。

試料溶液約40mLをビーカーに移し、ビーカーを20℃±0.5℃に自動制御された水浴中に浸す。導電率測定セルを残りの試料液で十分に洗浄してから、試料溶液中に浸す。平衡温度に達したら、mS単位で導電率を読み取る。

測定に当たっては次の点に注意する。

1) ポーラリゼーション効果による誤った結果を避けるために、計測時間をできるだけ短くする。

2) 測定時の温度が20℃でない場合は、下記の方法で補正できる。

20℃以上の場合：1℃ごとに得られた値の3.2%分を引く。

20℃以下の場合：1℃ごとに得られた値の3.2%分を加える。

（補正因子で補正されたデータは規定の精度管理方法で精度が確保されているわけではないが、測定した値は、20℃の測定値と20～26℃の温度での測定値を上記の補正因子で補正した値との間には、有意な差は認められなかった。）

#### 4. 6. 4 計算および結果の表記

次式から導電率を計算する。

$$S_H = K \cdot G$$

ただし、

$S_H$ ：はちみつ溶液の導電率で、単位は mS/cm

K：セル設定で単位は $\text{cm}^{-1}$

G : 導電率測定値で単位は mS

得られた値は、小数点以下第3位を四捨五入する。

#### 4. 7 参考文献

##### 1) 主引用文献

Harmonised methods of the European Honey Commission,  
(Apidologie-Extra Issue 28, 1997, Chapter 1.2)

##### 2) 関連文献

- ① Vorwohl G (1964) Messung der elektrischen Leitfähigkeit des Honigs und der Verwendung der Messwerte zur Sortendiagnose und zum Nachweis von Verfälschungen mit Zuckerfütterungshonig. Z Bienenforsch7, 37-47
- ② Vorwohl G (1964) Die Beziehung zwischen der elektrischen Leitfähigkeit der Honige und ihrer trachmässiger Herkunft. Ann Abeille, 7, 301-309
- ③ Arrêté du 15 février 1977 relatif aux méthodes officielles d'analyses du miel. J Off Rep Fr (1977-04-22)
- ④ DIN (1991) Norm 10753 Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit von Honig
- ⑤ Bogdanov S, Forschungsanstalt für Milchwirtschaft Bee Department, 3003 Bern, Liebefeld, Switzerland, personal communication

#### 5. ヒドロキシメチルフルフラール (H.M.F.) の測定

(紫外部吸光度法)

##### 5. 1 試料の調製

「1. 試料の調製」に従って行う。ただし、加熱を行わない。

##### 5. 2 試薬

特に指示がない限り、分析用試薬を用いる。

- 1) Carrez 溶液 I : フェロシアン化カリウム ( $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ ) 15g を水で溶解し、水で100mL 定容としたもの。
- 2) Carrez 溶液 II : 酢酸亜鉛 ( $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ) 30g を水で溶解し、水で100mL 定容としたもの。
- 3) 0.20% 亜硫酸水素ナトリウム溶液 :  $NaHSO_3$  0.20g を水で溶解し、水で100mL 定容としたもの。
- 4) 0.10% 亜硫酸水素ナトリウム溶液 : 必要に応じて、前記3) の溶液を1 : 1で薄め0.10%  $NaHSO_3$  溶液とする。いずれも用時調製する。

### 5. 3 装置および器具

- 1) 分光光度計：284nm および336nm の吸光度を測定できるもの。
- 2) セル：1 cm、石英製
- 3) ビーカー：50～100mL
- 4) メスフラスコ：50mL
- 5) ホールピペット：5 mL
- 6) 試験管：共栓付き、18×150mm

### 5. 4 手 順

- 1) ビーカーに、はちみつ約5 gを正確に量りとり、約25mLの水で溶解して、50mL容のメスフラスコに移す。Carrez 溶液Ⅰを0.50mL加えて混合し、次に、Carrez 溶液Ⅱを0.50mL加えて混合する。水を加えて定容とする。泡の形成を抑えるために、エタノールを1滴加えてもよい。溶液をろ紙でろ過する。この時最初の10mLのろ液は捨てる。
- 2) ろ液を5 mL容ホールピペットで18×150mm試験管2本にそれぞれ分注する。一方の試験管には、水5.0mLを加え（試料用）、他方の試験管には、0.20% NaHSO<sub>3</sub>溶液5.0mLを加える（対照用）。十分にかく拌し（試験管用ミキサーが便利である）、1 cmセルで、対照溶液を対照に波長284nm および336nm における試料溶液の吸光度を測定する。吸光度が0.6より大きい場合は、試料溶液を水で希釈し、対照溶液は0.10% NaHSO<sub>3</sub>溶液で同一の希釈率で希釈して、吸光度を測定し、希釈率を補正する。

### 5. 5 計算と結果の表記

$$\text{HMFmg/はちみつ100 g} = (A_{284} - A_{336}) \times 14.97 \times 5 / W$$

ただし、

$$14.97 : \text{係数} = (126 / 16,830) \times (1000 / 10) \times (100 / 5)$$

126 : H.M.F.の分子量

16,830 : 284nm における H.M.F.の分子吸光係数

1000 : mg / g

10 : 1000mL / 100mL の意味

100 : 百分率換算係数

5 : 本係数を用いる場合の試料量 (g)

W : 試料採取量 (g)

得られた値は小数点以下第2位を四捨五入する。

## 5. 6 参考文献

### 1) 主引用文献

AOAC OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS (1995)  
SUGARS AND SUGAR PRODUCTS Chapter 44, p.26

44.4.15 AOAC Official Method 980.23 Hydroxymethylfurfural in Honey

### 2) 関連文献

① JAOAC **62**, 509, 515, 921 (1979) : CAS-67-47-0 (hydroxymethylfurfural)

## 6. 遊離酸度の測定

本法は、コーデックス国際食品規格委員会 (CAC) のはちみつ欧州地域勧告規格の CAC/12-1969 に記述されている方法と同じものである。

### 6. 1 定 義

規定の方法により測定した酸の含有量を 100 g 当たりの酸のミリ当量で表したものである。

### 6. 2 原 理

試料を水酸化ナトリウム溶液で滴定して中和曲線のグラフを作成し、そのグラフから中和点を求め、それまでに要した滴定液の量から算出する。

### 6. 3 試料の調製

「1. 試料の調製」に従って行う。

### 6. 4 試 薬

特に指示のない限り、分析用試薬を用いる。

1) 水酸化ナトリウム標準溶液：0.05mol/L (炭酸塩を含まないもの)

2) 脱 CO<sub>2</sub>水：蒸留水を使用直前に沸騰させて二酸化炭素 (CO<sub>2</sub>) を除去し、冷却したもの

### 6. 5 装置および器具

1) pH メーター：一式

2) かく拌装置：マグネチックスターラー 一式

3) 電子天秤

4) メスフラスコ：50mL 容

5) ビーカー：50mL 容

6) ホールピペット：25mL 容

7) ビュレット：0.05mLまで読み取り可能なもの

## 6. 6 手 順

### 6. 6. 1 試料の調製

「1. 試料の調製」に従って行う。

### 6. 6. 2 測 定

1) 試料約2.5gを正確に量りとり、脱CO<sub>2</sub>水25mLをホールピペットで加える。

2) マグネチックスターラーを用いて、スターラーを穏やかに回転させて試料を溶解する。次いで水酸化ナトリウム標準溶液で電位差滴定により滴定する。水酸化ナトリウム標準溶液を0.05mL加えるごとに、直ちにpHを測定する。

注：滴定曲線が出力できるプリンター付きの機種が便利である。

3) 中和滴定曲線をpHの変化を縦軸に、水酸化ナトリウム標準溶液の滴定値を横軸にして作成する。グラフから、中和点、つまり変曲点のpHを求める。あるpHの変化点に対応する横軸上のアルカリ溶液の滴定値は、pH変化が生じた2つの滴定値の平均値であることに注意する。

## 6. 7 計 算

酸度は、試料100gのpHを中和点に上げるために必要な水酸化ナトリウムのミリ当量で表し、次式により算出する。

$$\text{酸度 (meq/100g)} = 100 \times V \times M / W$$

ただし、

W：試料採取量 (g)

M：標準水酸化ナトリウム溶液のモル濃度 (mol/L)：0.05×ファクター

V：当量点のpHになるまで加えられた水酸化ナトリウム標準溶液の滴定量 (mL)

## 6. 8 参考文献

### 1) 主引用文献

J. Assoc. Public Analysts (1992) 28 (4) 171-175/MAFF VALIDATED METHODS FOR THE ANALYSIS OF FOODSTUFFS NoV19 ACIDITY IN HONEY

### 2) 関連文献

① DWLord, MJ Scotter, AD Whittaker and R Wood, J. Assoc. Publ. Analysts, 1989, 26, 51-76.

② Ministry of Agriculture, Fisheries and Food, Food Safety Directorate, MAFF Validated Methods for the Analysis of Food, Introduction, General Considerations and Analytical Quality Control, J. Assoc Publ. Analysts, 1992, 28, 11-16.

## 7. でん粉・デキストリン

### 7. 1 試料の調製

「1. 試料の調製」に従って行う。

### 7. 2 試薬

特に指示のない限り、分析用試薬を用いる。

1) タンニン酸試薬：タンニン酸10gにエタノール(95%)を10mL加えて溶かし、水を加えて100mLとする。用時に調製する。

2) 塩酸

3) エタノール：95%

4) エタノール：99.5%

5) ヨウ素・ヨウ化カリウム溶液

ヨウ化カリウム40gとヨウ素14gを水100mLに溶解し、10%HCl 1mLを加え水で1Lとする。遮光して保存する。

### 7. 3 手順

#### 7. 3. 1 第1法

試料7.5gに水15mLを加えて振り混ぜ、水浴上で加温し、これにタンニン酸試薬0.5mLを加え、冷却後、ろ過した液1.0mLに塩酸2滴を含むエタノール(99.5%) 1.0mLを加え、よく混合して静置する。

液が混濁した場合陽性、混濁しない場合を陰性とする。

さらにエタノール(99.5%) 1.0mLを加えよく混合して静置し、混濁した場合を擬陽性とする。

#### 7. 3. 2 第2法

試料2.0gに水10mLを加え、水浴上で加温して混和し、冷却後、この液1.0mLにヨウ素・ヨウ化カリウム溶液1滴を加えて振り混ぜ液の色調を観察する。

青色、緑色または赤褐色を呈した場合は陽性、呈しない場合を陰性とする。

なお液の色調を観察するには、白い紙を背景にして見るとよい。

### 7. 4 結果の表記

反応の認められない場合は陰性、反応が認められたときは陽性(擬陽性も含む)として表現する。

## 7. 5 参考文献

### 1) 主引用文献

第14改正 日本薬局方

参考資料 1

JIS、ASTM、Tyler のふるいの対照表

単位の辞典より (改訂 4 版 1984年)

JIS		ASTM		Tyler	
呼 び ( $\mu$ )	ふるいの目の開き (mm)	呼び番号	ふるいの目の開き (mm)	呼 び (メッシュ)	ふるいの目の開き (mm)
44	0.44	Na 325	0.044	325	0.043
53	0.053	270	0.053	270	0.053
62	0.062	230	0.062	250	0.061
74	0.074	200	0.074	200	0.074
88	0.088	170	0.088	170	0.088
105	0.105	140	0.105	150	0.104
125	0.125	120	0.125	115	0.124
149	0.149	100	0.149	100	0.147
177	0.177	80	0.177	80	0.175
210	0.21	70	0.21	65	0.208
250	0.25	60	0.250	60	0.246
297	0.297	50	0.297	48	0.295
350	0.35	45	0.35	42	0.351
420	0.42	40	0.42	35	0.417
500	0.50	35	0.50	32	0.495
590	0.59	30	0.590	28	0.589
710	0.71	25	0.71	24	0.701
840	0.84	20	0.84	20	0.833
1000	1.00	18	1.00	16	0.991
1190	1.19	16	1.19	14	1.168
1410	1.41	14	1.41	12	1.397
1680	1.68	12	1.68	10	1.651
2000	2.00	10	2.00	9	1.981
2380	2.38	8	2.38	8	2.362
2830	2.83	7	2.83	7	2.794
3360	3.36	6	3.36	6	3.327
4000	4.00	5	4.00	5	3.962
4760	4.76	4	4.76	4	4.699
5660	5.66	3 1/2	5.66	3 1/2	5.613

参考資料2

試験用ふるい／網ふるい

改訂5版 肥料用語事典より (2001年)

JIS		ISO			ASTM			左のふるいに相当する Mesh ふるい
呼び寸法	目開き	目開き			目開き	呼び (名称)		
mm、 $\mu$ m	mm、 $\mu$ m	mm、 $\mu$ m			mm、 $\mu$ m	基準	代替	
		基本 R 20/3	補充 R 20	補充 R 40/3		mm、 $\mu$ m	in. No	in. mesh No
mm 11.2	in. 7/16	in. 0.441						
—	—	—	10.0	—	—	—	—	—
9.5	9.50	—	—	9.50	9.50	9.5	318	0.371
—	—	—	9.00	—	—	—	—	—
8	8.00	8.00	8.00	8.00	8.00	8.0	5/16	mesh 2 1/2
—	—	—	7.10	—	—	—	—	—
6.7	6.70	—	—	6.70	6.70	6.7	0.265	3
—	—	—	6.30	—	6.30	6.3	1/4 No	—
5.6	5.60	5.60	5.60	5.60	5.60	5.6	3 1/2	3 1/2
4.75	4.75	—	—	—	4.75	4.75	4.75	4
4	—	—	4.50	—	—	—	—	—
—	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00	4.00	5	5
—	—	—	3.55	—	—	—	—	—
3.35	3.35	—	—	3.35	3.35	3.35	6	6
—	—	—	3.15	—	—	—	—	—
2.8	2.80	2.80	2.80	2.80	2.80	2.80	7	7
—	—	—	2.50	—	—	—	—	—
2.36	2.36	—	—	2.36	2.36	2.36	8	8
—	—	—	2.24	—	—	—	—	—
2	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	2.00	9	9
—	—	—	1.80	—	—	—	—	—
1.7	1.70	—	—	1.70	1.70	1.70	12	10
—	—	—	1.60	—	—	—	—	—
1.4	1.40	1.40	1.40	1.40	1.40	1.40	14	12
—	—	—	1.25	—	—	—	—	—
1.18	1.18	—	—	1.18	1.18	1.18	16	14
—	—	—	1.12	—	—	—	—	—
1	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	18	16
—	—	—	$\mu$ m 900	—	—	—	—	—
$\mu$ m 850	$\mu$ m 850	—	—	$\mu$ m 850	$\mu$ m 850	$\mu$ m 850	—	—
—	—	$\mu$ m 710	800	—	—	—	—	—
710	710	710	710	710	10	710	25	24
—	—	—	630	—	—	—	—	—
600	600	—	—	600	600	600	30	28
—	—	—	560	—	—	—	—	—
500	500	500	500	500	500	500	35	32

JIS		ISO			ASTM			左のふるいに相当する Mesh ふるい
呼び寸法	目開き	目開き			目開き	呼び (名称)		
mm、 $\mu$ m	mm、 $\mu$ m	mm、 $\mu$ m			mm、 $\mu$ m	基準	代替	in. mesh No
		基本 R 20/3	補充 R 20	補充 R 40/3		mm、 $\mu$ m	in. No	
—	—	—	450	—	—	—	—	—
425	425	—	—	425	425	425	40	35
—	—	—	400	—	—	—	—	—
355	355	355	355	355	355	355	45	42
—	—	—	315	—	—	—	—	—
300	300	—	—	300	300	300	50	48
—	—	—	280	—	—	—	—	—
250	250	250	250	250	250	250	60	60
—	—	—	224	—	—	—	—	—
212	212	—	—	212	212	212	70	65
—	—	—	200	—	—	—	—	—
180	180	180	180	180	180	180	80	80
160*	160	—	160	—	—	—	—	—
150	150	—	—	150	150	150	100	100
—	—	—	140	—	—	—	—	—
125	125	125	125	125	125	125	120	115
—	—	—	112	—	—	—	—	—
106	106	—	—	106	106	106	140	150
100*	100	—	100	—	—	—	—	—
90	90	90	90	90	90	90	170	170
—	—	—	80	—	—	—	—	—
75	75	—	—	75	75	75	200	200
—	—	—	71	—	—	—	—	—
63	63	63	63	63	63	63	230	250
—	—	—	56	—	—	—	—	—
53	53	—	—	53	53	53	270	270
—	—	—	50	—	—	—	—	—
45	45	45	45	45	45	45	325	325
38	38	—	40	38	—	—	—	—

注

- 1) JIS Z 8801<sup>-1994</sup>
- 2) 13.2mm以上及び32 $\mu$ m以下のふるいは省略。
- 3) JISの\*印はISO規格に準拠するJISにおいてだけ使用できるが、1999年3月までに廃止することとし、付表4の別表とする。
- 4) 廃止(消去)した標準ふるい(1987、1989) : 76.2mm、50.8mm、5.00mm、200 $\mu$ m、26 $\mu$ m、22 $\mu$ m
- 5) 目開きは基準寸法: in. はインチ
- 6) 目開きの数列別使用主要国:  
R 20 : ドイツ・フランス・カナダ・インド (6.3mm以上)  
R 40/3 : アメリカ・イギリス・オーストラリア・オランダ・インド
- 7) 呼び寸法1mmまでは付表2)、850 $\mu$ m以下は付表3とする。