

ノート

大豆中の水分測定条件についての考察

水 城 勝 美

1 諸 言

大豆中の水分を定量する場合、測定条件により結果が大きく影響されることは、これまで報告されているが、著者も若干の実験を試みたので報告する。

まず最初に水分測定の際の最適粒度を求めるため、当閑で使用している池本理化学工業の粉碎器を用い、メッシュ別に粉碎し、加熱法に従って一時間間隔の減少状態を比較しながら粉碎中における水分の損失状況と、最適メッシュを検討した。

次に、最適メッシュが得られると、ハカリビンの大きさ、乾燥器内温度分布等、器具についての誤差が測定値に影響するため、ハカリビンの適量、乾燥器内の適所を求める実験を行った。

また同一試料で大きな誤差が生じてきた場合、もとの粉碎試料を用いるか、新しく調製するか問題があり、実験を試みた。

これらの測定条件を適用した加熱乾燥法の結果と、蒸留法による水分測定結果を比較すると、あまり誤差が生じないことが判明した。

2 器具および試薬

粉碎器：池本理化学工業 K.K. ウイレイ式

天秤乾燥器：アクメ電気定温乾燥器

ハカリビン：5×5cm 4×4cm

水分蒸留装置：検水管を補正したもの

キシレン：一級か空試験を行ったもの

3 方 法

3・1 加熱法

調製試料約 5g を、清浄な重量既知のハカリビンに入れ正確に計りとる。

次に、これを 105±1 の定温乾燥器の温度計近くに置き、ハカリビンのブタをずらして入れ、一時間間隔に定温乾燥器内でブタをし、直ちに取り出してデシケ

タに入れ 30 分放冷したのち、重量を計る。この操作を 5 時間までくり返す。

$$\text{水分} (\%) = \frac{A - A'}{B} \times 100$$

- A. 乾燥前の重量，A' 乾燥後の重量
B. 試料の重量

3・2 蒸留法

試料を丸粒のまま約 10g 採取し、キシレン 100ml と共に蒸留フラスコに加え混合した後、沸とう石を加えて装置を組む。次に、冷却器の上部より検水管に蒸留フラスコのほうへ、あふれるまでキシレンを流し込む。冷却器の上端には軽く綿で栓をし、1 分間約 100 滴の速さで蒸留し大部分が留出した後、1 分間 200 滴とする。検水管に留出した水分が 30 分間一定となったとき、加熱を止め、冷却器及び検水管の内側に付着している水滴を冷却管の上部から差し込んだラセン状針金で落し、約 5ml のキシレンで洗い落す。15 分間以上放置してキシレン層が透明になったのち室温にて水分を読む。

$$\text{水分} (\%) = \frac{A}{B} \times 99.8$$

- A. 留出した水量，B. 試料採取量

4 実験結果および考察

4・1 粉碎中のメッシュ別による水分損失

粉碎器で粉碎を行う時、水分の損失がないように手早く行い、ハカリビンに入れ直ちに秤量を行った。

試料には U.S.A. 産を使用し、A. 丸粒のまま、B. ハツ割程度に鉄鉢で粉碎、C. 粉碎器で内径 2000 ミクロンの節を通過するまで粉碎、D. 1000 ミクロンの簾を通過するまで粉碎、E. 500 ミクロンの箭を通過するまで粉碎（粉碎困難）したものについて、それぞれ測定結果を Fig. 1 に示した。

各試料を 5g 採取後、同一条件で 5 ~ 6 回測定して求められた値を平均し、水分の算出したが粉碎中の批次が大きく認められる。これらの結果から、2000 ミクロン粉碎試料水分が最も安定しているので、以下の実験は 2000 ミクロンで測定する。

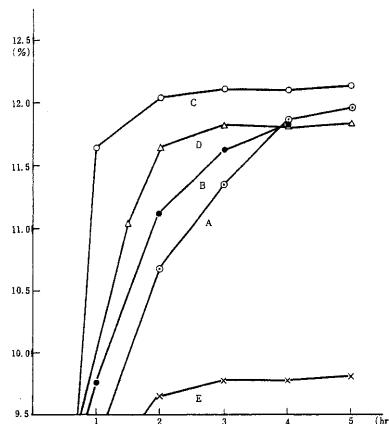


Fig. 1 Determination of moisture in soybean by pulverization.

- A. non-pulverise D. pass by 1000 micron sieve
- B. coarse pulverise E. pass by 500 micron sieve
- C. pass by 2000 micron sieve

4・2 ハカリビンの容量による水分測定

上記の条件でハカリビンの外径が異った二つについて、水分値がどのように変化するか測定した。小さなハカリビンにおいては水分が完全に揮発されず、容量の大きいハカリビンに比較するとかなり誤差が生じてくる。

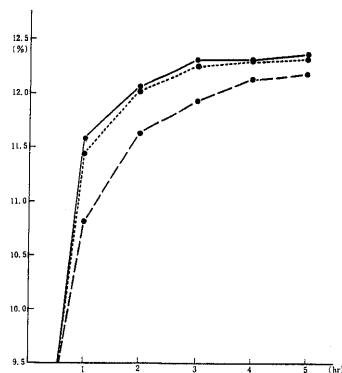


Fig. 2 Influences of weighing bottle for determination of moisture.

Sample weight

- the inside diameter 5cm × 5cm 5g
- - - the inside diameter 4cm × 4cm 5g
- the inside diameter 4cm × 4cm 4g

4・3 乾燥器内における水分誤差

強制循環装置なしの乾燥器内を五つに分け、そのうち1個は温度計の近くに置き、他は定められた場所に基づいて配置する。上述の条件で測定すると非常に誤差の大きいことが認められる (Fig. 3)。

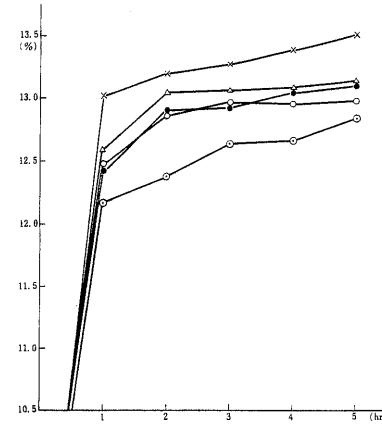


Fig. 3 Fixed point in constant temperature oven.

4・4 粉碎後の保存期間と水分損失

水分測定結果が0.3%以上異った時、同一粉碎試料を用いて測定をやり直すか、新しく調製して再測定するか、という点について検討するため実験を行った結果をFig. 4に示す。

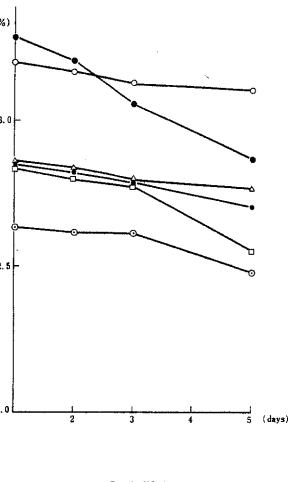


Fig. 4 Loss in weight of moisture by preservative pulverization.

この場合、日数がたつにつれて水分の損失があるが、短期間にであれば、同一粉碎試料を用いても良好な結果が得られた。

4・5 加熱乾燥法と蒸留法の比較

加熱乾燥法においては天候条件、粉碎条件、器具等による誤差を完全に防いで測定することは不可能であるため、九粒のまま蒸留法に従い約4時間蒸留した結果と比較した。

Table. 1 Determination of compare Distillaton method with Constant temprature oven metbod

Sample No	Constant temprature Open method		Distillation
	3 hr	5 hr	
1	12.84	12.91	13.23
2	12.83	12.95	13.05
3	12.88	12.96	13.08
4	12.47	12.66	12.97
5	12.90	13.20	13.40
6	12.80	13.17	13.40
7	12.03	12.22	12.91
8	12.10	12.20	12.38
9	12.78	12.90	12.20
10	12.39	12.56	12.91
11	12.51	12.59	12.71
12	12.09	12.17	12.64
13	12.21	12.25	12.53
14	12.05	12.19	12.49
15	12.13	12.13	12.51

蒸留法による測定では、一度に数個の水分測定ができる欠点はあるが、実在値が求められるので比較分析としては有効である。

5 総 括

Fig. 1 の実験結果から水分測定を行なう場合、粉碎度が 2000 ミクロンの節を通過する程度が最も水分の損失が少ない。Fig. 2, 3, 4 より、ハカリビンの大きさ、乾燥器内の適所、保存期間においても細心の注意を払えば、大きい誤差はまぬがれる。

Fig. 5 では加熱乾燥法により3時間と5時間加熱にわけ、蒸留法との差がどの程度異なるか検討したが、5時間加熱のほうがバラツキが少なく、実在値に近い値が得られた。

文 献

1. 増田：分析月報，No.27. P15 (1966)
2. 中分：分析月報，No.29. P71 (1966)
3. 増田：分析月報，No.30. P39 (1966)
4. 井上：分析月報，No.31. P39 (1966)

5. 井上ほか：分析月報，No.32. P12 (1966)

6. 日本油化学協会編，“基準油脂分析試験法”

朝倉 (1966)

7. 日本油化学協会編，“油脂化学便覧”丸善，(1958)

Observation for determinate condition of moisture in Soybeans.

KATSUMI MIZUKI

Nagasaki Customs Laboratory

1-36, Dezima-cho, Nagasaki city

Nagasaki Pref.

- Received July 31, 1968 -