



水分（固形分）分析に用いる常圧乾燥法における蓋使用の影響

岩 崎 司*

(公益財団法人日本乳業技術協会 〒102-0073 東京都千代田区九段北 1-14-19)

1 目 的

当協会では、長年にわたり乳・乳製品の試験検査とともに検査技術に関する研修を実施しており、その精度の向上、内容の充実等のために、試験法の詳細や生じた疑問等について実際に検証してみることに努めている。

常圧乾燥法は、乳製品の水分の定量法として、乳及び乳製品の成分規格等に関する省令（昭和26年厚生省令第52号、以下「乳等省令という」）等に定められている乳、乳製品の水分（固形分）分析に用いられる方法である。定められた乾燥温度における乾燥減量（乾燥物重量）から水分（固形分）を求める分析法であり、乾燥後の放冷中における吸湿を防ぐために、乳等省令には記載されていないが、一般に蓋付きの秤量皿が用いられ、放冷は乾燥剤入りのデシケーター内で行われる。常圧乾燥法の放冷中における秤量皿の蓋の必要性について、検査技術研修会等で質問を受けることが多いことから、放冷中の蓋の有無が実際にどの程度影響を及ぼすかデータを示し検証することを目的とした。

2 実 施 方 法

2-1 試験法の概要

乳、乳製品を対象とする常圧乾燥法には直接法と乾燥助剤法（混砂法）がある。

直接法は、秤量皿に試料を採取し、規定温度に設定した乾燥器で乾燥させ、デシケーター内で室温まで放冷後、天秤で精秤する方法である。乳、乳製品においては牛乳や粉乳等に適用される。試料が液状乳の場合は、乾燥器で乾燥させる前に沸騰水浴上で蒸気により秤量皿底面を温めることによって予備乾燥を行い、粉状乳の場合は、試料採取後そのまま乾燥器で乾燥させる。

乾燥助剤法は、乾燥助剤（けいそう土、けい砂等）とガラス棒を入れた秤量皿に試料を採取し、沸騰水浴上で蒸気により秤量皿底面を温め、かき混ぜながら予備乾燥を行った後、規定温度に設定した乾燥器で乾燥させ、デシケーター内で室温まで放冷後、天秤で精秤する方法である。乳、乳製品においては加糖された乳飲料やアイスクリーム等に適用される。乾燥助剤法は、直接法では水分の蒸発が不完全になりやすい粘質状、液状、ペースト状などの試料に適用する方法であり、乾燥助剤を用いることで、蒸発面積を増大させ、蒸発表面への被膜形成を防ぐ。

2-2 機器・器具・試薬

秤量皿（直接法）：底径 5 cm、高さ 2.5 cm のアルミニウム製共蓋平底秤量皿（図 1A）

秤量皿（乾燥助剤法）：底径 5 cm、高さ 5 cm のアルミニウム製共蓋平底秤量皿（図 1B）

デシケーター：ガラス製、乾燥剤として着色シリカゲルを使用。（図 2）

* Tel : 03-3264-1921, Fax : 03-3264-1569

水浴：アルミ秤量皿用湯煎器（長嶋製作所）（図3）

恒温乾燥器：DRM420DA（ADVANTEC）（図4）

乾燥助剤（けいそう土）：セライト545（関東化学）（図1B）

ガラス棒：約6 cm（図1B）



(A)



(B)

図1 秤量皿 A：直接法用，B：乾燥助剤法用



図2 デシケーター



図3 水浴



図4 恒温乾燥器

2-3 試料

牛乳，脱脂粉乳，乳飲料（加糖，コーヒー風味），アイスクリームを試料とした。

2-4 適用試験法

牛乳および脱脂粉乳には直接法，乳飲料およびアイスクリームには乾燥助剤法を適用した。

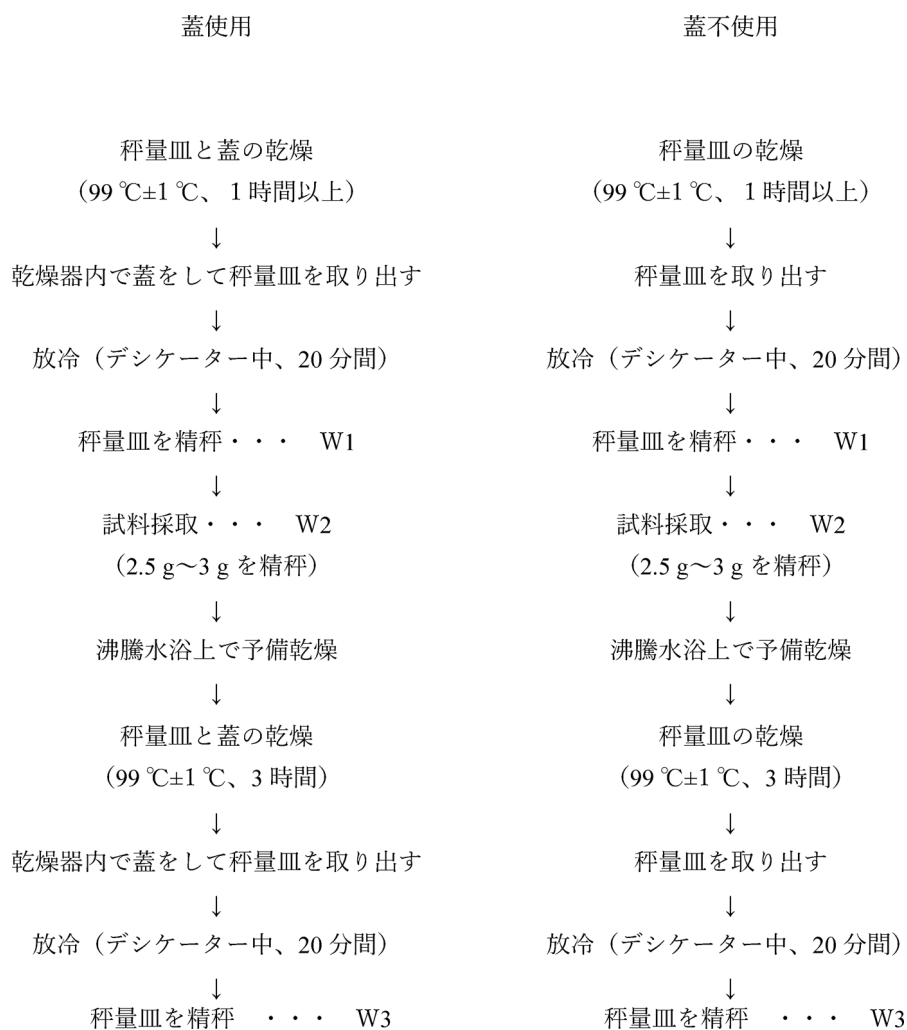


図5 直接法 (牛乳) 実施フローチャート

2-5 実施方法

常圧乾燥法における放冷中の秤量皿の蓋使用の影響を検討した。同一試料について、放冷中の蓋の有無のみを変更し併行分析 (n=6) した。実施フローチャートを図5～7に示し、水分値は次式により求めた。

$$\text{水分 (\%)} = (W2 - W3) / (W2 - W1) \times 100$$

なお、W1は秤量皿の質量 (g)、W2は試料を含む秤量皿の質量 (g)、W3は乾燥物を含む秤量皿の質量 (g) である。

本検証において乾燥条件は99℃±1℃で3時間、放冷時間は20分間とした。また、脱脂粉乳の直接法において、乾燥物を含む秤量皿の質量 (W3) 測定時のデシケーター内部と外部 (試験室内) の湿度を簡易的に測定した。

3 結果・考察

同一試料について、放冷中の秤量皿の蓋の有無のみを変更し併行分析して得られた分析結果を表1及び図8～11に示す。蓋を使用した場合と比べ、蓋を使用しないことにより、水分値として、脱脂粉乳では0.26%、牛乳では0.02%、乳飲料では0.08%、アイスクリームでは0.11%減少した。また、それぞれについてt検定を行った結果、脱脂粉乳、乳飲料、アイスクリームでは有意差が認められ、牛乳では有意差が認められなかった。なお、脱

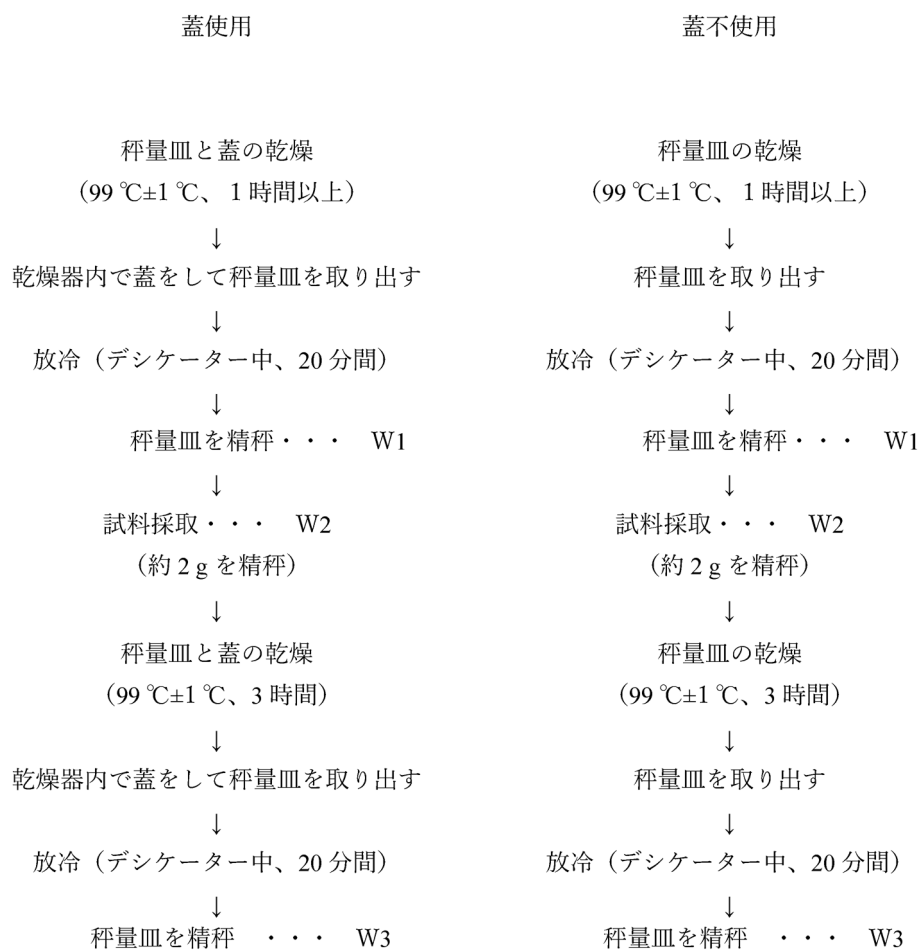


図6 直接法(脱脂粉乳)実施フローチャート

脂粉乳の直接法において測定したデシケーター内外の湿度を表2に示す。試験室の条件に関わらずデシケーター内の湿度は一定に保たれていることを確認した。

脱脂粉乳において、蓋使用時の水分値が4.22%であったのに対して蓋不使用時は3.96%となり、放冷中に蓋を使用しないことで水分値として0.26%の低下が認められた。これは相対値として約6%の低下となる(表3)。蓋不使用時の水分値の低下は、乾燥物を含む秤量皿の質量(W3)の増加に伴って、乾燥減量(W2-W3)が減少することで引き起こされ、その原因は放冷時の吸湿であると考えられる。乳飲料及びアイスクリームにおいても、脱脂粉乳同様水分値低下の傾向が認められた。一方、牛乳においては蓋不使用時においても明らかな水分値の低下は認められなかった。牛乳に比べて、脱脂粉乳は固形分値が高く、乾燥した残留固形分量が吸湿のしやすさに影響を及ぼしていることが考えられる。また、乳飲料及びアイスクリームは乾燥助剤法であり、乾燥助剤によって表面積が増大されているため吸湿しやすくなっていることも考えられる。

影響の大きかった脱脂粉乳について、放冷時間を延ばすことによる影響を調べるために、別試料を用いてn=2 併行分析を行った(表4、図12)。図6で示した蓋使用のフローチャートに従って分析した後、30分間の再乾燥を行い、放冷中に蓋を使用せずに20分間放冷をしたところ、表1と同程度の水分値の低下が認められた。その後更に30分間の再乾燥を行い、蓋を使用せずに放冷時間を倍の40分間に延ばしたところ、水分値の更なる低下が認められた。また、更に30分間の再乾燥を行った後、放冷時に蓋を使用したところ、水分値は元の水準に戻る事が確認された。データは省略するが、放冷中に蓋を使用して、再乾燥の繰り返しおよび放冷時間の延長を行っても水分値に変化は認められなかった。この結果より、デシケーター内であっても放冷中に蓋を使用せず

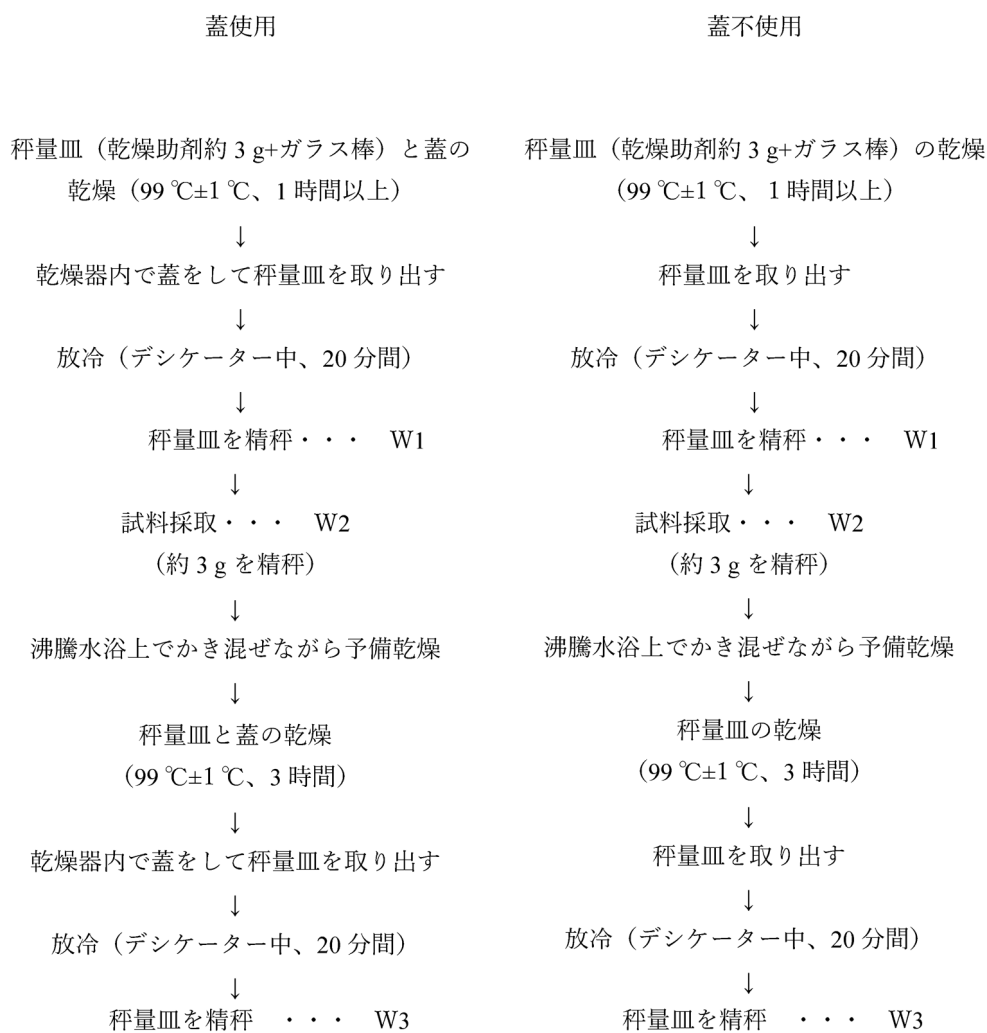


図 7 乾燥助剤法（乳飲料，アイスクリーム）実施フローチャート

表 1 放冷時の秤量皿の蓋の有無のみを変更し併行分析して得られた分析結果

試験法	直接法				乾燥助剤法			
	脱脂粉乳		牛乳		乳飲料		アイスクリーム	
試料	有	無	有	無	有	無	有	無
蓋の使用	4.22	3.97	87.10	87.12	89.11	89.03	67.90	67.77
	4.23	3.95	87.13	87.11	89.13	89.06	67.88	67.77
水分値 (%)	4.20	3.91	87.15	87.11	89.15	89.03	67.89	67.75
	4.23	3.92	87.16	87.13	89.13	89.05	67.90	67.80
	4.23	4.00	87.14	87.14	89.13	89.05	67.89	67.81
	4.20	3.99	87.14	87.13	89.14	89.07	67.90	67.80
平均値 (%)	4.22	3.96	87.14	87.12	89.13	89.05	67.89	67.78
変化量 (%)		-0.26		-0.02		-0.08		-0.11

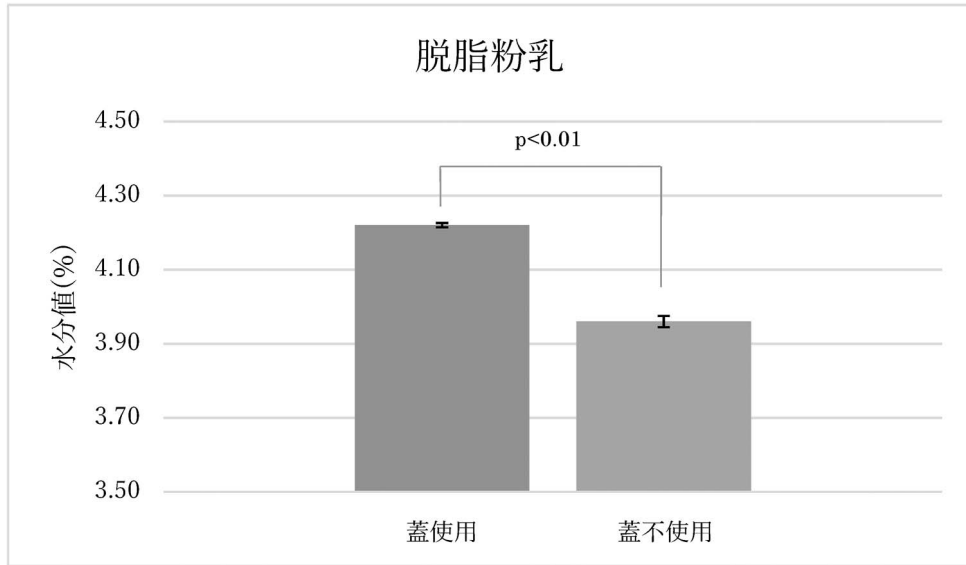


図 8 脱脂粉乳における放冷中の蓋の有無による影響
エラーバーは標準誤差を示す。

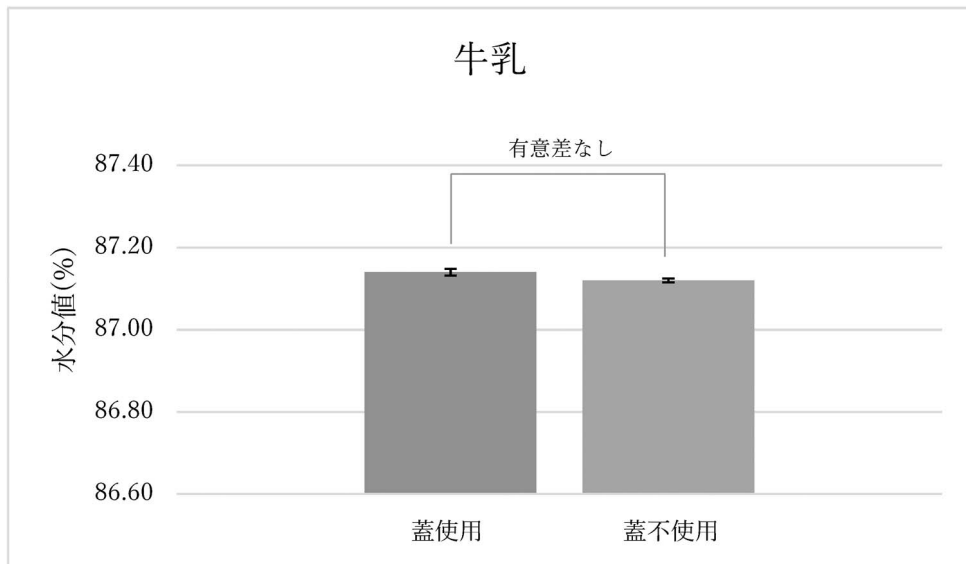


図 9 牛乳における放冷中の秤量皿の蓋の有無による影響
エラーバーは標準誤差を示す。

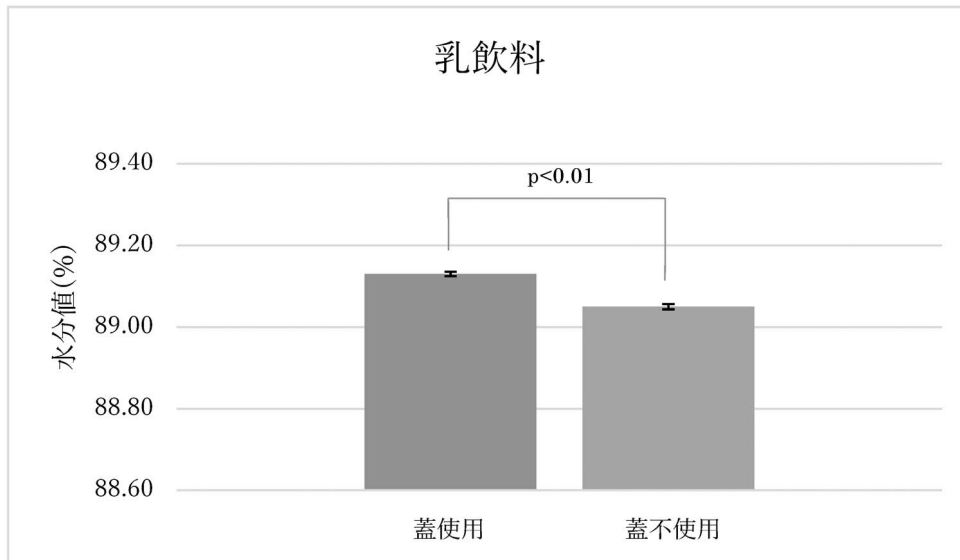


図10 乳飲料における放冷中の秤量皿の蓋の有無による影響
エラーバーは標準誤差を示す。

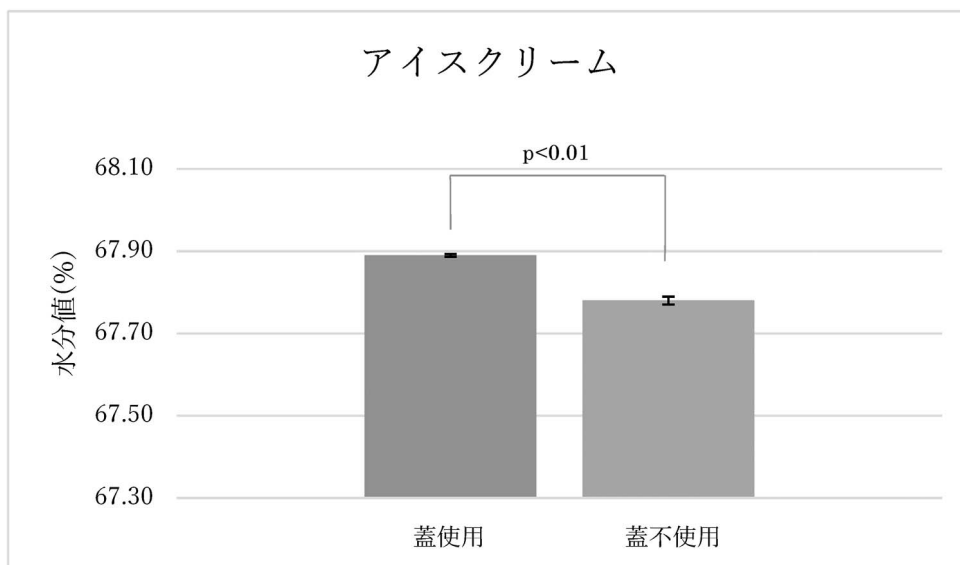


図11 アイスクリームにおける放冷中の秤量皿の蓋の有無による影響
エラーバーは標準誤差を示す。

表2 デシケーター内部と外部の湿度

	デシケーター内湿度 (%)	デシケーター外湿度 (%)
2月分析時	5	7
5月分析時	5	31

表3 放冷中に蓋を使用しないことによる水分値の
相対変化量

試料	脱脂粉乳	牛乳	乳飲料	アイスクリーム
相対変化量 (%)	-6.2	0.0	-0.1	-0.2

表 4 脱脂粉乳における放冷時間延長の影響
直接法（蓋使用）のフローチャートに従って分析した後、30分の再乾燥を繰り返してデータを得た。

試験法	直接法			
試料	脱脂粉乳			
蓋の使用	有	無	無	有
放冷時間	20分間	20分間	40分間	20分間
水分値 (%)	4.44	4.17	4.04	4.43
	4.45	4.18	4.05	4.42
平均値 (%)	4.45	4.18	4.05	4.43
変化量 (%)		-0.27	-0.40	-0.02

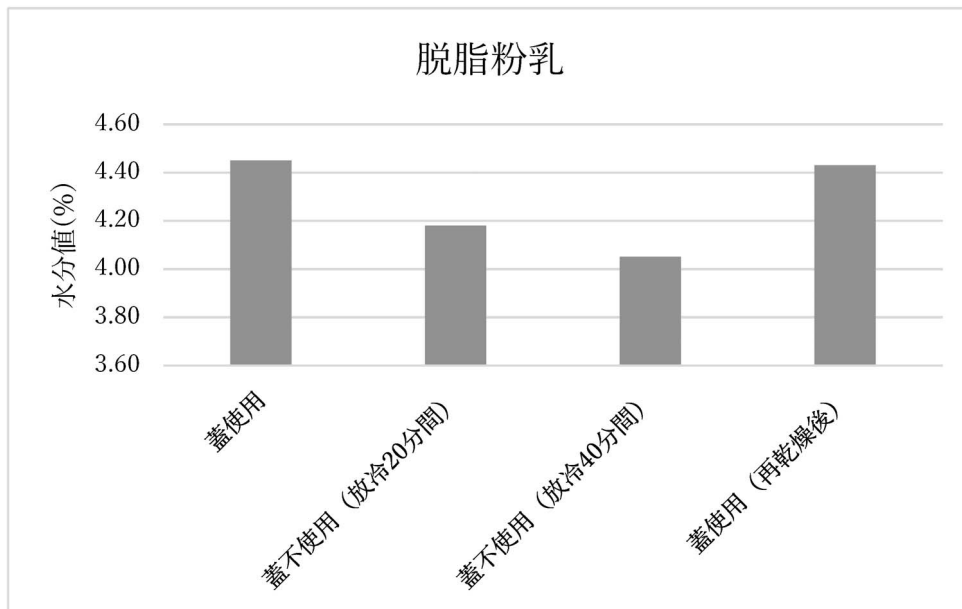


図12 脱脂粉乳における放冷時間延長の影響

表 5 牛乳を試料とした乾燥助剤法の検証

試験法	乾燥助剤法	
試料	牛乳	
蓋の使用	有	無
水分値 (%)	87.36	87.30
	87.38	87.31
	87.37	87.30
	87.39	87.31
	87.39	87.26
	87.36	87.27
平均値 (%)	87.38	87.29
変化量 (%)		-0.09

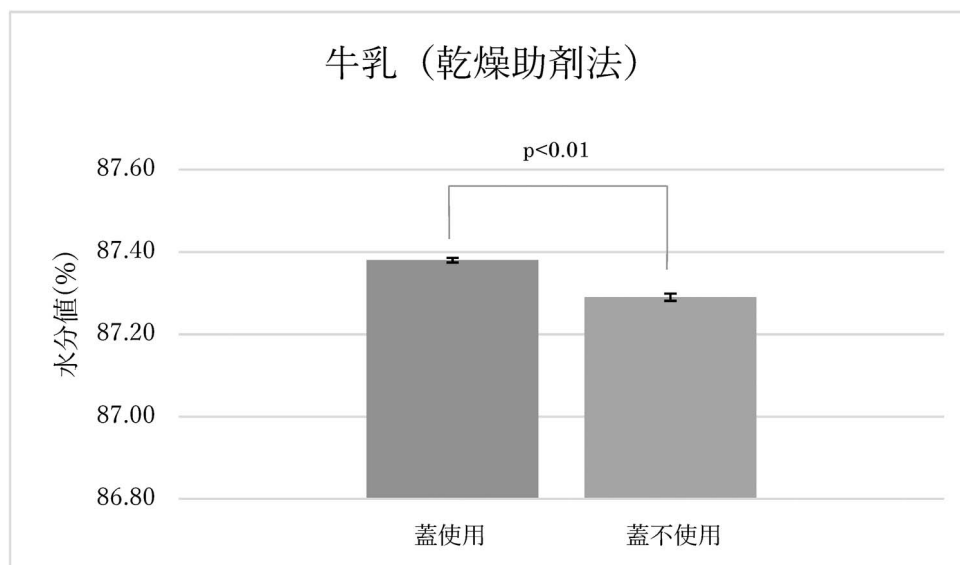


図13 牛乳を試料とした乾燥助剤法の検証
エラーバーは標準誤差を示す。

に放冷時間を延ばすとより吸湿が進むことが示された。

また、乾燥助剤法における吸湿のしやすさを検証するため、牛乳を試料として乾燥助剤法を実施した（表5、図13）。別試料を用いてn=6 併行分析を行ったところ、蓋を使用した場合と比べ、蓋を使用しないことにより、水分値として0.09%減少した。また、t検定を行った結果、有意差が認められた。直接法においては差が認められなかった牛乳においても有意差が認められたことから、乾燥助剤法は吸湿しやすく、より注意が必要であると考えられた。

4 ま と め

乳製品の種類によって程度の差はあるが、デシケーター内で放冷を行ったとしても、放冷中に蓋を使用しなければ水分値は低くなる傾向があり、吸湿のリスクがあることが示された。今回用いた試料は限られた乳製品ではあるが、吸湿しやすいことが示された乳製品は特に注意が必要である。

吸湿によって乾燥物重量が増加するという事は、乾燥によって水分が飛びきった恒量状態を維持できていないということであり、常圧乾燥法の前提条件である恒量を測定するという原則から外れることになる。デシケーターの使用と併せて秤量皿の蓋を使用して吸湿を防ぐことの重要性を認識しながら試験を実施することが大切である。

参 考 文 献

全国飲用牛乳公正取引協議会編，飲用乳の検査法，平成28年5月改訂（第2版）
乳及び乳製品の成分規格に関する省令（昭和26年厚生省令第52号）