

加熱乾燥式水分計と それを用いた水分率測定について

金山 勝喜*
西塚 昌弘**

水分(水分率)は、一般的に固体(粉体)や液体の物質が持つ含水質量の百分率で表され、気体に含まれる水分は湿度とか湿分と呼ばれることがある。物質や材料に含まれる水を定量的に測定することは、その物性を評価するうえで大切であり、またそれを使って合成または加工した物質や、製品の物性にも大きく影響を与えることから重要な意義を持つ。

水を定量的に含み、理論的に水分率を計算することができる物質があるが、その一つに酒石酸ナトリウム二水和物がある。

これは分子式 $\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、分子量は 230.082 で表され、これに熱的エネルギーが加わることにより、分子内に持つ2個の水分子を切り離して酒石酸ナトリウム $\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ に変化する。水の分子量は 36.0306 なので、酒石酸ナトリウム二水和物に含まれる水分率は 15.6599% と理論的に計算される。

酒石酸ナトリウム二水和物は、常温では分子内の結晶水を分離することなく安定した水和物として存在するが、150℃以上で水分子を切り離し無水塩となり、さらに200℃以上になると結晶水以外の結合を切り離し始める。加熱乾燥式水分計を使って酒石酸ナトリウム二水和物の水分率を測定する場合、結晶水を選択的に蒸発させるための加熱温度として、理論的に150℃



第1図 加熱乾燥式水分計 MS-70

以上200℃未満が適していると考えられる。

1. 加熱乾燥式水分計について

加熱乾燥式水分計には赤外線ランプやシーズヒーター、マイクロ波を熱源に使ったものがあるが、本稿では、熱源に赤外線の波長領域を持つハロゲンランプを用いた「加熱乾燥式水分計 MS-70」について説明する。

第1図に、加熱乾燥式水分計 MS-70 を示す。これは分析天秤(てんびん)と加熱部により構成される。試料皿に試料を入れ、上部のヒーターカバーを閉じて試料を加熱し、試料の質量変化から蒸発・揮発成分の質量を求めて、加熱

* かなやま かつよし (株)エー・アンド・デイ販売促進部
課長

** にしづか まさひろ 同 上 計量器コンサルタント

前後の質量差から含まれていた水分率を計算する。また、測定中において単位時間当たりの水分率の変化を計算して、水分率の変化がほぼなくなった時点で、水分率測定を自動終了することもできる。

水分率の最小表示は0.001%で、カールフィッシャー法に迫る分解能を有している。

この加熱乾燥式水分計 MS-70 の特徴は、試薬などの特別な薬品を使用せず、操作も簡便で熟練者でなくても、再現性良く水分率の測定結果を得ることができる。また、他の水分計に比べて装置の管理やランニングコスト、機器が安価であり、さらに短時間に精度良く、水分率を測定することができることから、多くのユーザーに使用されている。

2. 加熱乾燥式水分計を用いた水分率測定

加熱乾燥式水分計は、固体(粉体)や液体の試料において水分率を測定することができる。粉体塗料や水性塗料をはじめ、樹脂ペレットや

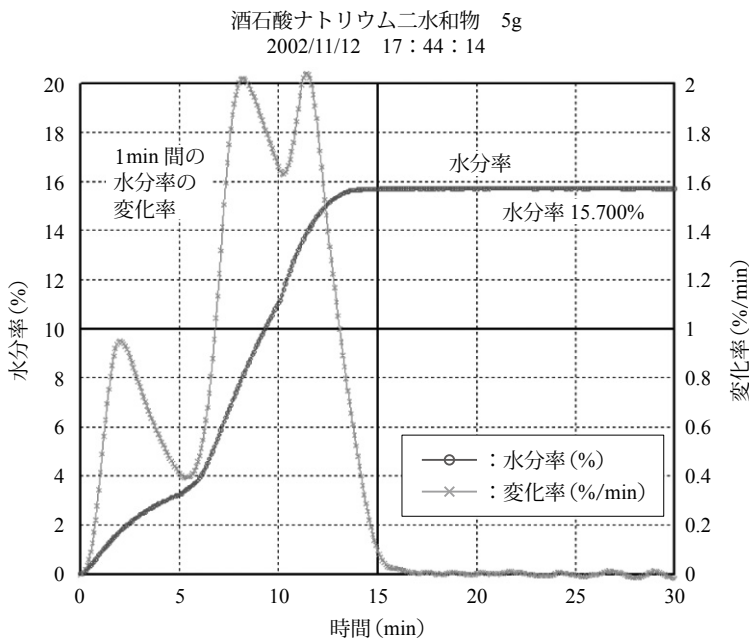
化成品材料、食品、医薬品、化粧品など、広い産業分野において、製品の研究開発や製造・品質管理に使われる。

水分率を測定するうえで、既知または未知の試料に関(か)かわらず、最適な加熱温度は何℃であるかが大きな課題となる。なぜなら、加熱温度が低いと完全に水を蒸発できないまま残留してしまい、逆に加熱温度が高い場合は脂質の蒸発やたんぱく質、炭水化物の分解など、水以外の物質が蒸散するからである。つまり、水を選択的に蒸発させるための最適な加熱温度の決定が、水分率測定では重要な測定条件となってくる。

水分計 MS-70 には、試料の最適な加熱温度を推定するソフトウェア RsTemp が付属され、これを使うことで試料の加熱温度の目安を知ることができる。

(1) 固体(粉体)試料の水分率測定

第2図は、水分計 MS-70 をパソコンに接続し、ソフトウェア RsTemp を用いて水分率測定中のデータを、リアルタイムに取り込みグラフにし



加熱温度(℃)	100	120	140	160	180	200
水分率(%)	3.26	11.05	15.68	15.72	15.72	15.70
変化率(%/min)	0.41	1.66	0.10	0.00	0.00	0.00
判定	E	F	D	A	A	A

第2図
酒石酸ナトリウム二水和物の水分率の変化過程と水分率の単位時間当たりの変化率

たものである。試料は前述の酒石酸ナトリウム二水和物で、最適な加熱温度を推定するために100℃から200℃まで20℃刻みに、それぞれの温度で5分間の加熱を行うように設定して測定した。時間経過と共に水が蒸発して水分率が一方的に上昇し、その後、試料中の水がなくなると水分率の上昇は止まり、図のように平坦(へいたん)になる。

さらに、この水分率の上昇過程において、単位時間(1分)当たりの水分率の変化率、つまり水分率曲線の傾きを同時にプロットした。この水分率の変化率は、それぞれの加熱温度帯において凹凸が見られ、160℃以上の加熱温度ではほぼ変化率がゼロに収束している。このことは水分率曲線においても160℃以上でほぼ平坦になっている結果に呼応する。

この水分率の変化率が最低値となる温度が、試料に含まれる水を蒸発させるための最適な加熱温度となる。

以上の結果より、酒石酸ナトリウム二水和物の水分率を測定するための加熱温度は、140℃以下では不十分であり160℃以上の温度が適している。また、試料に必要な以上の熱的負荷をかけることが望ましいことから、最適な加熱温度は160℃であると考えられる。水分率の測定結果は15.700%であった。

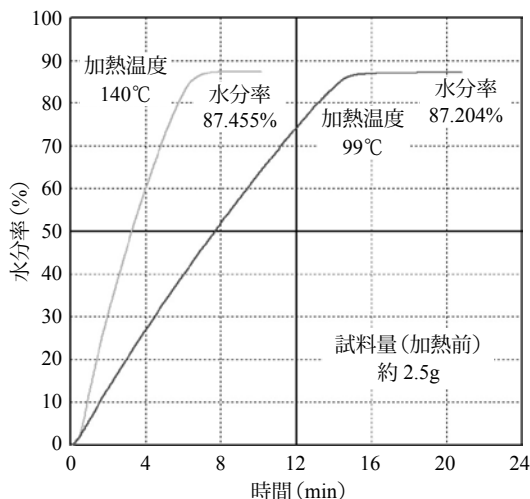
この結果は、前に述べた酒石酸ナトリウム二水和物の物理化学的な考察から得られた結論である、加熱温度は150℃以上200℃未満、水分率は15.660%であることに一致する。

水分計で得られた水分率の測定結果が、理論値よりもわずかに高値であることは、化学的結合による水和水以外に、空気の湿分が試料に付着し水が加算された結果であると考えられる。このように加熱乾燥式水分計MS-70を用いた水分率の測定、および最適な加熱温度の結果は理論的な結果とよく一致しており、合理的で妥当性のある測定法であると言える。

(2) 液体試料の水分率測定

次に、液体の試料である牛乳の水分率を測定した結果を第3図に示す。

市販されている一般的な牛乳で、無脂乳固形分8.3%以上、乳脂肪分3.5%以上の成分表示があり、両成分以外が水分であると仮定すると、水分率は88.2%以下となる。水分計MS-70を



第3図 牛乳の水分率測定結果

使用して、最適な加熱温度を判定したところ140℃であった。

また、牛乳などの成分に関する試験法では、固形分の試験法として98～100℃で乾燥させ乾燥物質量を測定する。そこで水分計MS-70を使って、一定の加熱温度99℃と140℃で測定した結果が第3図に示したものであり、どちらの加熱温度においても成分表示から考えられる水分率88.2%以下の結果を得ていることがわかる。

液体試料の水分率を測定する場合、水の蒸発表面積を広げるために、試料皿にガラス繊維シートを敷き、それに液体試料を染み込ませて測定する。また、牛乳のようにたんぱく質や糖質を含む液体試料では、加熱することにより、表面に膜や殻を形成し内部の水の蒸発を妨げることがあるため、その意味からも、液体試料を測定する場合はガラス繊維シートを使用することが望ましい。

物質や材料に含まれる水分率の測定法にはいくつかの手法があるが、その一部は測定手業が煩雑であったり、測定結果を得るまでに長時間を要するものであった。本稿で紹介した加熱乾燥式水分計MS-70は簡便で短時間に、なおかつ精度良く低コストに水分率を測定することができる。水分計MS-70は分析天秤と加熱部で構成され、確立したシンプルなハードウェアに加えて、測定過程の挙動を、リアルタイムにグ

ラフ化して確認することができるソフトウェアの機能も充実している。

従来の水分計は測定結果のみが得られることに対して、MS-70は測定結果のみならず、ソフトウェアを使って測定結果や測定条件の妥当性を評価することができる。

また、加熱乾燥式水分計 MS-70 は、試料の乾燥前後で減少した質量を計測し、それを水として水分率として求めているが、試料に水以外の揮発成分が含まれる場合、広義な意味で水を含む揮発成分の割合として捉(とら)えること

もできる。その意味でそれを差し引くことにより、試料に含まれる加熱残分の推定への応用が考えられる。

《参考文献》

- 1) 出雲直人：加熱乾燥式水分計の現状，ぶんせき，日本分析化学会，No.1，pp.48～50(2004)
- 2) (株)エー・アンド・デイ ホームページ：ユーザーズハンドブック
http://www.aandd.co.jp/adhome/pdf/tech_doc/analytical/moisture_handbook.pdf