ノ ー ト

食用固形油脂融点測定の自動化について (第 7 報)

エレックスの装置を用いた軟化点

兼松 弘*・木下葉子*・新谷 勲*・松本太郎**

* (財) 日本食品油脂検査協会 (東京都中央区日本橋浜町 3-27-8)

** 日本大学理工学部 (東京都千代田区神田駿河台 1-8)

Automatic Melting Point Measurement of Edible Solid Fats. VII.

Softening Point Using Elex Apparatus

Hiromu KANEMATSU*, Yoko KINOSHITA*, Isao NIYA*, and
Taro MATSUMOTO*** Japan Institute of Oils & Fats, Other Foods Inspection, Foundation
(3-27-8, Nihonbashi-Hamacho, Chuo-ku, Tokyo)** College of Science and Technology, Nihon University (1-8, Kanda-
Surugadai, Chiyoda-ku, Tokyo)

Using hardened oils with different degree of hardening and mixed fats in various ratios, comparative examinations were made on softening points measured by the Elex automatic softening apparatus (ESP) and by the JIS method (SFP). Also, ESP and SFP of plastic fat products, such as margarine and shortening, were compared. Results obtained were as follows:

1) In hardened oils and mixed fats, the difference between ESP and SFP was less than 0.5°C in all cases and no significant difference was observed statistically.

2) The dispersion of ESP measurements was $\sigma=0.1$ or less in most samples and was smaller than that of SFP measurements in all samples. Particularly, it is noted that, in mixed fats, contained more than 80% of liquid oils, in which generally tended to slightly larger dispersion of SFP measurements, the dispersion of ESP measurements was significantly smaller than that of SFP measurements. ($P<0.05$)

3) In each sample of margarines and shortenings, ESP and SFP, measured in its product, were almost agreed.

Consequently, in ESP method, even non-experienced person can obtain almost agreed values to SFPs with good reproducibility, because the control of temperature rise and the reading of end point are made automatically. Thus, ESP method is believed to be useful as an alternative to the conventional SFP method.

1 緒 言

ワセリン、グリースなどを対象とした JIS 法による環球式軟化点¹⁾ (SFP) は上昇融点と比べて操作及び終点の判定が容易なことから、わが国では工程管理などで固形油脂の融点測定に利用されている。また急冷練り合わせ、熟成など物性面で調整された可塑性加工油脂製品であるマーガリン、ショートニングの場合、熔融せず製品のまま SFP を測定することもできる。一方前報²⁾で用いたエレックス装置は、測定部を軟化点用のものと交

換すると自動軟化点測定装置として使用できる。

そこでこのエレックス装置による軟化点 (ESP) について、前報²⁾同様硬化油及び混合油を用いて SFP と比較検討するとともに、製品のまま測定したマーガリン及びショートニングの ESP と SFP を比較したのでその結果を報告する。

2 実 験

2.1 装置

ESP の測定には、前報²⁾の装置のうちのプログラム部に軟化点測定部を組み合わせたエレックス自動軟化点測

注) 前報: 油化学 30, 881 (1981)

定装置並びに SFP と同じ規格の試料充てん環及び金属球を使用した。この装置では、測定架台にセットされた環内の試料が水中で加熱されて軟化することにより、その上部から落下する金属球が光源から受光器に至る光束を遮った時の温度を自動的に記録されるようになってい

2.2 試料

硬化油及び混合油は、前報²⁾と同じ試料を用いた。すなわちそれぞれ硬化度の異なる大豆油、魚油、やし油及び牛脂の各硬化油並びにそれぞれ混合比の異なる硬化牛脂と精製大豆油及び硬化やし油と硬化魚油の各混合油を用いた。また加工油脂製品として前報で用いたショートニング 10 種及びマーガリンのうち 10 種（家庭用）を試料とした。

2.3 実験方法

硬化油及び混合油については、さきに報告した方法²⁾で環に試料を充てん、処理し、0℃ で 1 h 冷却後その中央に金属球をのせて測定架台にセットし、試料が水面下約 3 cm に来るように架台を固定した。その温度で 10 min 保持したのち、昇温速度変更温度を予想終点の 10℃ 下に設定して装置を作動させ、それぞれ 6 回ずつ ESP を測定した。また同様に充てん、処理した試料について従来どおり操作してそれぞれ 6 回ずつ SFP を測定した。一方マーガリン及びショートニングについては、溶解せず製品のまま環内に試料を充てんし、以後同様に操作してそれぞれの ESP 及び SFP を測定した。

3 結果及び考察

3.1 硬化油の ESP 及び SFP の比較

各硬化油の ESP 及び SFP 測定結果を Table-1~4 に示す。各試料について ESP 及び SFP を比較すると、いずれの場合もその差は 0.5℃ 未満と小さく、統計的に有意差は認められなかった。また ESP 測定値のばらつきについては硬化大豆油、魚油及び牛脂で硬化度が高くなるほどやや小さくなる傾向がみられたが、ほとんどの試料で $\sigma=0.1$ 以下と非常に小さかった。またこれ

Table-1 Melting points of hardened soybean oil.
($n=6$)

I V	ESP		SFP	
	$\bar{X}$	σ	$\bar{X}$	σ
111.6	17.42	0.12	17.13	0.22
81.0	26.58	0.11	26.43	0.16
74.8	31.77	0.09	31.90	0.12
58.5	44.38	0.04*	44.60	0.10*
42.3	52.65	0.05*	52.38	0.14*
1.0	68.65	0.05*	68.75	0.15*

*: indicated a significant difference ($P<0.05$)

Table-2 Melting points of hardened fish oil.
($n=6$)

I V	ESP		SFP	
	$\bar{X}$	σ	$\bar{X}$	σ
109.5	23.92	0.12	24.13	0.20
98.0	25.25	0.10	25.58	0.18
85.5	31.58	0.11	31.95	0.15
66.0	38.73	0.09	38.85	0.11
2.9	58.92	0.04	58.98	0.08

Table-3 Melting points of hardened coconut oil.
($n=6$)

I V	ESP		SFP	
	$\bar{X}$	σ	$\bar{X}$	σ
8.9	23.95	0.08	24.12	0.07
6.0	24.48	0.07	24.82	0.10
3.4	25.10	0.10	25.33	0.15
2.3	26.92	0.11	27.23	0.11
0.9	28.53	0.07	28.78	0.13
0.3	29.53	0.11	29.88	0.15

Table-4 Melting points of hardened beef tallow.
($n=6$)

I V	ESP		SFP	
	$\bar{X}$	σ	$\bar{X}$	σ
47.1	40.05	0.12	39.72	0.07
34.5	47.75	0.08	48.03	0.12
20.1	54.45	0.05	54.38	0.11
0.4	61.20	0.06	61.42	0.09

らはいずれも SFP の場合より小さい値を示し、とくに硬化度の高い硬化大豆油 3 試料では、ESP のばらつきは 5% 水準で有意に SFP のそれより小さかった。さきの報告³⁾で上昇融点は前処理条件の微妙な差異にも影響されるが、SFP は比較的多量の試料を用いるのでその影響は余り受けないと述べたことから、SFP のばらつきは主として昇温中の温度制御及び終点の視覚的判定に起因すると考えられ、したがってこれらを自動化により改善しえたので ESP のばらつきは SFP より小さくなったと思われる。

3.2 混合油の ESP 及び SFP の比較

各混合油の ESP 及び SFP の測定結果を Table-5, 6 に示す。混合油の場合も硬化油と同様にほとんどの試料で ESP と SFP の差 0.5℃ 未満と小さく、いずれも統計的に有意差が認められなかった。また ESP 測定値のばらつきもほとんどの試料で $\sigma=0.1$ 以下と非常に小さく、またいずれも SFP よりばらつきの小さいことを示し、そのうち 5 試料では 5% 水準で有意差が認められた。なお硬化牛脂及び精製大豆油の混合油では、さきの報告³⁾で示したように液体油の割合が多いほど SFP の

Table-5 Melting points of mixed fat, hardened beef tallow and refined soybean oil.

(n=6)

HBT(%)	ESP		SFP	
	$\bar{X}$	σ	$\bar{X}$	σ
10	26.22	0.12*	25.57	0.28*
20	39.35	0.10*	38.90	0.25*
40	44.82	0.10	45.13	0.19
60	47.82	0.09	47.92	0.15
80	49.90	0.08	49.97	0.15
90	51.12	0.08	51.23	0.15
100	52.67	0.09	52.38	0.15

HBT: hardened beef tallow

*: indicated a significant difference (P<0.05)

Table-6 Melting points of mixed fat, hardened coconut oil and hardened fish oil.

(n=6)

HCO(%)	ESP		SFP	
	$\bar{X}$	σ	$\bar{X}$	σ
0	34.62	0.09	34.40	0.10
10	33.78	0.09	33.63	0.15
20	32.83	0.07*	33.03	0.16*
40	31.93	0.07*	31.90	0.19*
60	31.28	0.04*	31.38	0.17*
80	30.88	0.07	30.78	0.15
90	30.65	0.11	30.75	0.18
100	31.37	0.11	31.23	0.20

HCO: hardened coconut oil

*: indicated a significant difference (P<0.05)

ばらつきが大きくなったが、とくに 80% 以上の液体油を含む場合 ESP のばらつきが有意に SFP より小さくなったことは、この自動化装置の特徴を示唆するものと思われる。

3.3 ESP 及び SFP の相関

Table-1~6 のデータを硬化油、混合油及び全試料に

Table-7 Linear regression analysis of ESP vs SFP.

Fat (n)	r	Regression line	σ
Hardened oil (21)	0.999	$Y=0.997X+0.232$	0.21
Mixed fat (15)	0.999	$Y=1.008X-0.373$	0.24
Overall (36)	0.999	$Y=0.999X+0.079$	0.25

 r : Correlation coefficient σ : Standard deviation from regression line

X: Value of ESP, Y: Value of SFP

Table-8 Melting points of margarine samples.

No.	ESP	SFP	No.	ESP	SFP
1	29.5	29.8	7	28.2	28.1
2	26.3	26.5	8	27.0	27.0
3	29.0	28.9	9	29.8	29.8
4	26.3	26.4	10	28.2	28.3
5	25.7	25.9	$\bar{X}$	27.52	27.59
6	25.2	25.2			

Table-9 Melting points of shortening samples.

No.	ESP	SFP	No.	ESP	SFP
1	28.4	28.6	7	31.1	31.0
2	27.3	27.4	8	28.6	28.7
3	32.8	32.9	9	29.4	29.6
4	31.6	31.6	10	34.5	34.7
5	28.9	28.8	$\bar{X}$	30.63	30.69
6	33.7	33.6			

ついてまとめ、それぞれ ESP 及び SFP 間の一次相関分析を行い、その結果を **Table-7** に示す。いずれの場合も前報²⁾の従来法及びエレックス法による上昇融点間と同様に極めて高い相関を示し、しかも得られた回帰直線は $Y=X$ に極めて近かった。ESP は原理的に SFP と同じであるが、各種試料についての両測定値が一致することを確認した。

3.4 加工油脂製品

各マーガリン及びショートニング試料について製品のまま測定した ESP 及び SFP を **Table-8, 9** に示す。いずれの場合も ESP は SFP とほぼ一致した値を示した。

結論として ESP 法は原理的に SFP 法と同一測定方式であり、昇温速度の制御及び終点の判定を自動的に行うので、非熟練者でも再現性よく SFP と一致した値が得られることから、従来の SFP 法に代わる方法として充分利用しうるものと考えられる。その上全自動なので測定中の時間を有効に利用できる利点もある。

終わりに、分析に協力を得た伊藤とも君に深謝する。なお、本報の要旨は第 20 回油化学研究発表会 (昭和 56 年 9 月 19 日、東京) において講演した。

(昭和 56 年 10 月 14 日受理)

文 献

- 1) JIS K 2421 (1959)
- 2) 兼松 弘, 木下葉子, 新谷 勲, 松本太郎, 油化学, **30**, 881 (1981)
- 3) 新谷 勲, 飯島 紘, 今村正男, 岡田正和, 松本太郎, 油化学, **18**, 792 (1969)