研 究 ノ ー ト

インスタントコーヒー粉末の水分定量法

堤 忠一*・永原太郎*・室井 要**

インスタントコーヒー粉末の水分定量に関しては、報告されたものが少ないようである。MAKOWER ら¹⁾は乾燥野菜の水分について、減圧法による定量条件を検討し、試料の種類によってそれぞれ加熱温度、および乾燥時間をきめる必要があることをのべている。すなわち水銀柱 5 mm の減圧下において、キャベツと玉ネギは 60°C で、前者は 22~40 時間、後者は 15~45 時間を、ニンジンとジャガイモは 70°C で、前者は 29~35 時間、後者は 43~67 時間乾燥する。さらに乾燥温度を高くすることによって、より短時間で上記の方法による定量値に近い値をうることを報告している。

また McCOMB ら²⁾は、粉末状のガーリック、玉ネギ、オレンジ、トマトなどの水分定量にカールフィッシャー法を応用し、さきの MAKOWER らの減圧法と比較して、カールフィッシャー法が簡単で、精度がよいことを強調している。

BRANDENBERGER および BADER³⁾は、共沸蒸留によって得られた留液を近赤外測定し、粉体の水分を定量する方法を、主としてインスタントコーヒー粉末について実験し、カールフィッシャー法、常圧 120°C で乾燥するブラベンダーオープン法、常圧 100°C で 2 時間乾燥する方法の 4 つの方法と比較検討して、カールフィッシャー法と共沸近赤外測定法による定量値が、比較的よく一致し、他の 2 法はいく分高い定量値が得られることを述べている。

われわれは、インスタントコーヒー粉末の水分を定量するにあたって、わが国のように湿度の変動が著しい気象条件下で、はたして再現性のよい測定値が得られるかどうかを、カールフィッシャー法、減圧乾燥法、および常圧乾燥法について比較検討したのでその結果を報告する。

1. 試料の吸湿性

* 農林省食糧研究所（東京都江東区深川浜園町 2）

** 三菱化成工業株式会社研究所（川崎市久本鴨居町）

Determination of Moisture in Instant Coffee Powder. By CHUICHI TSUTSUMI, TARO NAGAHARA and KANAME MUROI.

インスタントコーヒー粉末は吸湿性が非常に大であるといわれているので、普通の実験室で取扱う場合、どの程度の吸湿があるかを調べた。その結果は第 1 表のとおりである。試料は 2 種類の市販品で、以下の実験もこの試料を用いた。

第 1 表に示したように、関係湿度 (R.H.) が 65~77% の範囲では、開放状態における試料の吸湿量は、1 分間以内では、0.1% 以下である。スプーン 1 杯 (約 2 g) の試料をアルミ皿に採る時間は約 10 秒、ただちにフタをして直示天秤で秤量する時間が 20~30 秒かかるすると、試料の採取に要する時間は 1 分以内であるから、普通の気象条件内では、吸湿の影響は水分量として 0.1% 以下と考えられる。しかし多湿でしかも空気の動きが激しいときは、吸湿量はより大となるから、できるだけ低湿度の状態 で取扱うほうが安全である。

2. カールフィッシャー法と減圧乾燥法との比較

第 1 表 試料の吸湿量 (%)

実験区分 試料採取後の 放置時間(分)	A*		B**		C***	
	1	2	1	2	1	2
	1	2	1	2	1	2
1	0.06	0.03	0.04	0.02	0.08	0.04
2	0.11	0.09	0.08	0.05	0.15	0.11
3	0.15	0.11	0.10	0.07	0.20	0.17
5	0.21	0.15	0.15	0.12	0.35	0.25
10	0.36	0.30	0.20	0.15	0.50	0.42
25	0.99	0.64	0.35	0.28	1.20	1.00

注：* 気温 14.5~25°C、関係湿度 65~67% の条件下で秤量皿のフタをとり去った場合

** * と同じ条件でルーズに秤量皿のフタをした場合

*** 気温 25~26°C、関係湿度 75~77% の条件下で秤量皿のフタをとり去った場合

試料、1 の水分は 2.3%、2 の水分は 3.2%

(1) 実験方法

カールフィッシャー法による定量

室井⁴⁾が考案した装置(三菱化成式, 筒井理化学器機製品)を用い, 滴定フラスコにはあらかじめ無水メタノールを入れておき, 秤量管に試料数 g を精秤し, そのなかから約 0.5 g をさきのフラスコ中にすばやく投入し, 再び秤量管を精秤することによって試料採取量を決定する。ついで試料はフラスコ中において常温で約 20 分間水分を抽出したのちカールフィッシャー試薬を過剰に加え, 標準水メタノールで逆滴定した。

減圧乾燥法による定量

乾燥装置は, マイクロリレーを付し, 60~130°C の範囲内で $\pm 0.5^\circ\text{C}$ が調節できる電熱式の減圧乾燥器⁵⁾を用いた。アルミ製秤量皿⁶⁾に試料約 2 g を採取し精秤したのち, 水銀柱 5 mm の減圧下, 70°C および 100°C で乾燥を行なった。

(2) 実験結果

実験結果は第 2 表に示したとおりであって, 表中カールフィッシャー法については, 3 回行なった定量値およびその平均値を示し, 減圧乾燥法による定量値は, 同一試料につき 2 点ずつ同時に定量したときの定量値で, いわゆるバラの数値を示した。なお別に同様な実験を行なったが, 定量結果は 0.1% 以内のフレをもって同じ傾向であったので表に示さなかった。

カールフィッシャー法による 3 回の定量値(第 2 表の①, ②, ③の 3 回の定量値)は, 0.1% 以内でよく一致し, 再現性も非常によく, 1 回の定量操作に要する時間は 30 分である。

減圧 70°C で 15 時間程度(5 時間ごとによる乾燥減量が, 0.1% 以内になったときを一応恒量と考え, 表には 5 時間ごとの水分定量値を示したが, 15 時間目がその

第 2 表 カールフィッシャー法および減圧乾燥法による水分定量値(%)

乾燥方法	試料	1*		2*	
		(平均値)		(平均値)	
カール・フィッシャー法	①	2.24	2.27	3.22	3.22
	②	2.29		3.22	
	③	2.30		3.23	
減圧乾燥法	乾燥時間				
	5 ↓	1.99	1.96	3.03	3.09
	5 ↓	2.12	2.09	3.15	3.15
	5 ↓	2.26	2.25	3.24	3.24
	5 ↓	2.32	2.28	3.28	3.28
	5 ↓	3.10	3.09	3.83	3.86
	5 ↓	3.32	3.36	3.98	3.99
	5 ↓	3.50	3.56	4.10	4.12
	70°C				
	5 ↓				
	5 ↓				
	100°C				
	5 ↓				
	5 ↓				

注: * 減圧乾燥法による定量値は, 同時に定量した同一試料 2 点の定量値を示した。

条件に一致すると考えられる)乾燥して得られる定量値は, MaComb らが, ガリック粉, 玉ネギ粉, トマト粉などについて行なった結果と同様に, カールフィッシャー法による定量値とよく一致した。また減圧 100°C の乾燥では, 約 1% 高い定量値を示したが, これは加熱による分解と推察される。

3. 常圧加熱乾燥による定量

マイクロリレーにより $\pm 0.5^\circ\text{C}$ の範囲で, 目的の温度を保つことができる 3 重壁の電気加熱乾燥器を用い, 100°C および 105°C でそれぞれ 1 時間乾燥し, 45 分放冷したのち秤量し水分を算出し, 再び同様操作を行ない, ついで 2 時間乾燥したので, 合計 4 時間乾燥を行なった。

定量結果は第 3 表に示したとおりであって, 105°C 乾

第 3 表 常圧 100°C および 105°C 乾燥による水分定量値(%)

乾燥条件		試料	1		2		外 気	
温 度	時 間						気温 (°C)	関係湿度 (%)
100°C	A 区	1 ↓	2.12	2.18	3.09	3.15	25	84
		1 ↓	2.50	2.56	3.44	3.43	26	77
		2 ↓	2.72	2.73	3.61	3.58	27	71~78
	B 区	1 ↓	2.30	2.31	3.25	3.27	25	48
		1 ↓	2.51	2.56	3.52	3.54	25	50
		1 ↓	2.45	2.50	3.37	3.35	25	63
105°C		1 ↓	2.64	2.71	3.55	3.53	25	63
		2 ↓	3.01	2.93	3.77	3.75	25.5	62

注: A 区, B 区は測定日時, すなわち大気の状態が異なることを意味する。

第4表 五酸化リンで除湿しながら行なう常圧 100°C 乾燥法による水分定量値 (水分%)

乾燥時間	試料	1		2		外 気	
						気温(°C)	関係湿度(%)
A 区	{ 1 1 } ↓	2.28	2.29	3.25	3.30	28~29	75~70
		2.48	2.53	3.54	3.58		
B 区	{ 1 1 } ↓	2.31	2.32	3.28	3.31	25	50
		2.52	2.55	3.60	3.54		

注: A区, B区は測定日時, すなわち大気の状態が異なることを意味する。

乾燥による定量値は, カールフィッシャー法, および減圧 70°C 法に比べていくぶん高い。100°C で 1 時間乾燥したときの定量値で, B 区のは室温 25°C, 関係湿度 (R.H.) 48% の状態で測定したときの値であって, カールフィッシャー法による値とよく一致している。しかし A 区の定量値は, R.H. が高い日に測定したときの値であり, B 区の値より 0.1~0.2% 低い。

われわれは常圧加熱乾燥法によって水分を定量する場合, 大気中の湿度が試料水分の蒸発に影響を与え, とくに乾燥温度が低いときにその影響が大きいことを指摘⁶⁾した。なおそのさい五酸化リンを用い, 低湿度状態で乾燥する方法を提案したので, この方法をインスタントコーヒー粉末の水分定量に適用して実験を行なった。

4. 五酸化リンで除湿しながら行なう常圧 100°C 乾燥による定量

(1) 実験方法

小型のシャーレーにガラス玉と五酸化リンを入れてかき混ぜ, これを大型のシャーレーのなかに, 試料を秤取したアルミ皿とならべておき, 大型シャーレーのフタをしたのち (普通のシャーレーであるので, フタをしても適当に通気がある) 100°C の乾燥器中に入れ, 1 時間乾燥した。

(2) 実験結果

定量結果は, 第4表に示したとおりであって, 測定日を異にして行なった2回の実験でも, 定量値がよく一致し, しかもカールフィッシャー法による値と等しい結果を得た。この結果から, 大気湿度の異なる条件下においても, このような方法をもって定量すれば, 常圧 100°C

1 時間乾燥でも十分満足すべき定量値が得られるものと考えられる。

5. 要 約

(1) インスタントコーヒーの水分は, カールフィッシャー法により, 常温でメタノール抽出を 20 分行ない, 滴定することによって 30 分以内で定量することができ, また再現性も非常にすぐれている。

(2) 減圧乾燥法によっては, 水銀柱 5 mm の減圧下で, 70°C にて 15 時間乾燥して得られる定量値が, カールフィッシャー法の定量値とまったく一致した。

(3) 常圧 100°C, 1 時間乾燥による定量値は, カールフィッシャー法による定量値と一致することもあるが, 大気湿度が高いと定量値が低くなるので, 湿度を低く保って乾燥するように, 五酸化リンを用い, 除湿しながら乾燥する方法により, 再現性もよく満足すべき定量値が得られる。

文 献

- 1) MAKOWER, B., CHASTAIN, S.M. and NIELSEN, E.: *Ind. Eng. Chem.*, **38**, 725 (1946).
- 2) MACOMB, E.A. and WRIGHT, H.M.: *Food Technol.*, **8**, 73 (1954).
- 3) BRANDENBERGER, H. and BADER, H.: *Anal. Chem.*, **33**, 1947 (1961).
- 4) 室井 要: 三菱化成工業株式会社テクニカルサービスシリーズ, No. 12, カールフィッシャー試薬 SS, 3 (1962).
- 5) 永原太郎・堤 忠一: 食糧研, **14**, 77(1959).
(1963年5月13日受理)