インスタントティーの水分定量法

原 利 男*・久保田悦郎*・古谷 弘 三*

インスタントティーの水分定量に関しては報告されたものがほとんどないが、BRANDENBERGER および BADER¹⁾ は、主としてインスタントコーヒーについて、ジオキサンと共沸蒸留によって得られた留液を近赤外部スペクトル分析法で測定し、粉体の水分を定量する方法を実験し、カールフィッシャー法、常圧 120°C で 20 分乾燥するブラベンダーオープン法、常圧 100°C で 2 時間乾燥する方法などと比較検討して、カールフィッシャー法と共沸蒸留液の近赤外部スペクトル分析法による定量値が、比較的良好一致し、他の 2 法はいく分高い定量値が得られることを報告している。

また堤ら²⁾ はインスタントコーヒーの水分を、カールフィッシャー法、減圧乾燥法、および常圧乾燥法で定量し、カールフィッシャー法が簡単で精度のよいこと、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と、五酸化リンで除湿しながら行なう常圧 100°C、1 時間乾燥による定量値が、カールフィッシャー法の定量値とよく一致することを報告している。

われわれは、インスタント煎茶および紅茶の水分を、茶で従来行なわれている常圧加熱乾燥法 (95~100°C で恒量にする) で定量していたが、この方法ではかなり高い定量値が得られるように考えられたので、各種インスタントティーの水分定量法を確立する目的で、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、二、三の知見を得たので報告する。

実 験 方 法

1. 供 試 材 料

供試材料としては、インスタント煎茶、ほうじ茶、および紅茶をそれぞれ 2 点ずつ用いた。インスタントティーの製造は、1963 年製の各種茶を多重浸出法³⁾⁴⁾ で抽出し、固形分量約 20% の濃厚抽出液をとり、さらに抽出液を凍結乾燥し、かき取った乾燥製品を 1 mm のふるい目で粉碎した。また供試材料は実験に使用するときまで生石灰入りデシケーター内に貯蔵した。

2. 水分定量法

(1) カールフィッシャー法

三菱化成式、筒井理化学器械製電気滴定装置 (KFD-15 形) を用い、滴定フラスコにあらかじめ、無水メタノールを入れておき、室井⁵⁾ が考案した固体試料用のヒュウ量ビンに試料約 0.5 g を精ひようし、この試料をフラスコ中にすばやく投入し、再びヒュウ量ビンを精ひようし、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, 30, 40 および 60 分水分を抽出したのち、カールフィッシャー試薬を滴定し水分を定量した。

(2) 減圧加熱乾燥法

中板直径 24 cm の減圧デシケーター内にマントルヒーターを入れ、熱電対により温度を測定し、変圧器で温度調整 ($\pm 3^\circ\text{C}$ くらいに調整した) する減圧加熱乾燥器を用いた。試料は 100 ml 容ナス型ヒュウ量ビン (径約 50 mm) に 1~2 g を採取し、精ひようしたのち、これをマントルヒーターの中央におき、その周囲に小型シャーレ内に五酸化リンとガラス玉を入れてよくかきまぜたものを数個置き乾燥剤とした。乾燥条件は水銀柱 5 mm 以下で 60°C、65°C (インスタント紅茶のみ)、および 70°C にて 5 時間乾燥し、ヒュウ量ビンを取り出す際は硫酸ビンを通した乾燥空気を除々に乾燥器に入れ、常圧に復してから、ヒュウ量ビンのふたをして別のデシケーターに移し、40 分放冷したのち、ヒュウ量して水分を定量した。また 60°C のものについては再び 5 時間ずつ 2 回乾燥して水分を定量した (合計 15 時間)。

なお、乾燥温度については水野⁶⁾ が凍結乾燥製剤の水分を測定した結果 (60°C, 5 mmHg, 5 時間) と、堤ら²⁾ のインスタントコーヒーの実験結果を参考として決めた。さらに乾燥剤としての五酸化リンを使用したのは前記の水野⁶⁾ がこの方法でよい結果を得ているからである。

(3) 常圧加熱乾燥法

乾燥装置はマイクロリレーにより $\pm 0.5^\circ\text{C}$ の範囲で、

* 農林省茶業試験場 (静岡県榛原郡金谷町金谷)

Determination of Moisture in Instant Tea. By TOSHIO HARA, ETSURŌ KUBOTA, and KŌzō FURUYA.

目的の温度を保つことができる熱風循環式の電気加熱乾燥器を用いた。インスタント煎茶およびほうじ茶では、前記(2)と同じヒョウ量ビンに取った試料を、100°Cにて1.5時間および2時間乾燥し、45分放冷したのち、ヒョウ量し、水分を算出した。また2時間乾燥したものについては、再び1時間乾燥したのち同様に水分を定量した(合計3時間)。

インスタント紅茶は乾燥温度および時間により定量値が著しく異なるので、同様の方法で100°Cにて1時間ずつ3回乾燥して水分を定量する方法(合計3時間)と、95°Cで1.5, 2, および3時間乾燥して水分を定量する方法をも検討した。

なお、インスタントティーは吸湿性が強いから(インスタントコーヒーとほぼ同じくらいの吸湿性)、堤ら²⁾がインスタントコーヒーの水分定量法で指摘しているように、できるだけ低湿度の状態で取扱うほうが安全である。この実験は、1963年12月から1964年3月にわたって行なったので、吸湿の影響はほとんどなかった。

結果および考察

1. カールフィッシャー法

実験結果は第1表のとおりで、これによると、インスタント煎茶では常温メタノール中で約20分間、ほうじ茶および紅茶では約30分間水分を抽出すればほぼ平衡に達した。また30分間抽出したのち定量したものをさらに30分間抽出する(合計1時間)と水分は0.03~0.05%増加した。しかし、抽出時間を長くするとインスタントティーの場合は妨害物質(インスタント煎茶の場合はアスコルビン酸、ほうじ茶および紅茶はキノン類など)の影響も考えられるし、能率も著しく悪くなる。よって、試料約0.5gをとった場合は、常温メタノール中でインスタ

第1表 カールフィッシャー法による水分定量値 (%)

試料 抽出 時間(分)	煎 茶		ほうじ茶		紅 茶	
	1	2	1	2	1	2
20	3.10	4.58	2.70	2.03	2.64	3.26
30	3.11	4.61	2.78	2.09	2.70	3.33
40	3.12	4.64	2.81	2.10	2.72	3.35
60	3.14	4.66	2.83	2.12	2.73	3.36

注: 同時に定量した同一試料2点の平均値を示した(以下同じ)。

第2表 減圧乾燥法による水分定量値 (%)

試料 乾燥条件 温度 時間	煎 茶		ほうじ茶		紅 茶	
	1	2	1	2	1	2
60°C	5	2.88 4.38	2.72 2.01	2.47 —	—	—
	10	3.01 4.48	2.76 2.05	2.62 —	—	—
	15	3.11 4.57	2.81 2.08	2.70 —	—	—
65°C	5	— —	— —	2.62 3.20	—	—
70°C	5	3.07 4.55	2.80 2.09	2.86 3.48	—	—

ント煎茶は約20分、ほうじ茶および紅茶は約30分間水分を抽出し、滴定するのがよいように考えられる。なお、インスタントほうじ茶および紅茶が煎茶より抽出時間が長くなるのは、これらはメタノールに煎茶より溶解しにくいからであると考えられる。

2. 減圧加熱乾燥法

実験結果は第2表のとおりで、これによると、インスタント煎茶およびほうじ茶では水銀柱5mm以下の減圧下で60°Cにて15時間または70°Cにて5時間乾燥した定量値が、カールフィッシャー法による定量値とよく一致していた。よって、能率の点からみて、これらの茶は70°Cにて5時間乾燥するのがよいように考えられる。

つぎにインスタント紅茶では、煎茶およびほうじ茶同様に60°Cにて15時間乾燥した定量値がカールフィッシャー法の定量値とよく一致していた。70°Cにて5時間乾燥した定量値はカールフィッシャー法のものよりいく分高くなり、65°Cにて5時間乾燥した定量値は少し低くなるようであった。しかし、65°Cにて5時間乾燥した定量値はカールフィッシャー法の定量値と比較的よく一致しているし、能率の点からみて、この条件がよいように考えられる。

3. 常圧加熱乾燥法

常圧100°C乾燥による水分定量値は第3表のとおりで、これによると、インスタント煎茶の場合には、100

第3表 常圧100°C乾燥による水分定量値 (%)

試料 乾燥時間	煎 茶		ほうじ茶		紅 茶	
	1	2	1	2	1	2
1	—	—	—	—	2.87	3.24
1.5	3.10	4.60	2.67	2.03	—	—
2	3.14	4.75	2.79	2.07	3.12	3.73
3	3.24	4.88	2.80	2.08	3.23	3.93

°C で 1.5 時間乾燥した定量値が、カールフィッシャー法による定量値とよく一致し、2 時間以上の乾燥はいくぶん高い定量値が得られた。

インスタントほうじ茶の場合は、100°C で 2 時間乾燥した定量値が、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 100°C で 3 時間乾燥しても 2 時間乾燥した定量値とほとんど変らなかった。このことから、ほうじ茶は他の茶と異なり加熱による分解などの変化はほとんど起こらないようである。したがって、ほうじ茶の場合には従来のような常圧乾燥法でも十分水分の定量はできる。

インスタント紅茶では 100°C で 1 時間乾燥した定量値がカールフィッシャー法による定量値と比較的よく一致していた。また 100°C で 2 時間以上乾燥した定量値はカールフィッシャー法のものよりかなり高くなっており、乾燥時間の長いものほどこの傾向が著しかった。これは加熱による分解と推察される。なお、試料によっては 100°C 1 時間の乾燥でもカールフィッシャー法のものよりいくぶん高い定量値が得られた。

つぎに、インスタント紅茶のみについて行なった常圧 95°C 乾燥による水分定量値は第 4 表のとおりで、2 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ものと比較的よく一致していた。また 3 時間以上乾燥して得られる定量値はカールフィッシャー法のものよりいくぶん

第 4 表 常圧 95°C 乾燥による紅茶の水分定量値 (%)

試料 乾燥時間	1 2	
	1	2
1.5	2.71	3.13
2	2.82	3.32
3	3.01	3.49

高くなった。

なお、第 1 表から第 4 表までの定量値は、いずれも 2 回の平均値を示し、2 回の定量値は 0.1% 以内のふれでよく一致していた。

以上の結果から、インスタント煎茶では常圧 100°C にて 1.5 時間、ほうじ茶では 100°C にて 2 時間、紅茶では 100°C にて 1 時間あるいは 95°C で 2 時間乾燥するのが適当のように考えられた。

4. 各種定量法の比較

前記実験結果から、各種インスタントティーの水分定量の条件が確立されたので、前記実験の試料とは別の 5 点ずつの各種インスタントティーを用い、前記各種定量法の最適条件で水分を定量した。

その結果は第 5 表のとおりで、これによると、インスタント煎茶およびほうじ茶は 3 つの定量法による値がまったくよく一致した。インスタント紅茶でも比較的よく一

第 5 表 各種定量法による水分定量値 (%)

試料	定 量 法	カールフィッシャー法		減 圧 乾 燥 法		常圧 100°C 乾燥		常圧 95°C 乾燥	
		平均値	偏 差	平均値	偏 差	平均値	偏 差	平均値	偏 差
煎 茶	凍結乾燥品 (1)	3.19	0.02	3.11	0.16	3.12	0.02		
	" (2)	2.76	0.08	2.73	0.02	2.74	0.08		
	" (3)	3.58	0.10	3.66	0.08	3.65	0.02		
茶	真空乾燥品 (1)	3.28	0.06	3.28	0.08	3.27	0.10		
	" (2)	2.53	0.06	2.48	0.06	2.56	0.03		
ほうじ茶	凍結乾燥品 (1)	2.24	0.04	2.22	0.17	2.22	0.12		
	" (2)	2.83	0.06	2.86	0	2.82	0.04		
	真空乾燥品 (1)	3.05	0	3.08	0.08	3.07	0.04		
	" (2)	3.70	0.12	3.68	0.02	3.65	0.06		
	" (3)	2.48	0.04	2.52	0.08	2.45	0.02		
紅 茶	凍結乾燥品 (1)	3.92	0.01	3.94	0.10	4.09	0.08	4.05	0.06
	" (2)	2.70	0.06	2.71	0.12	3.13	0.04	2.98	0.02
	" (3)	3.34	0.03	3.24	0.08	3.47	0.07	3.26	0.01
	真空乾燥品 (1)	4.81	0.02	4.95	0.04	5.04	0.02	4.97	0.02
	" (2)	3.07	0.06	3.08	0.08	3.18	0	3.10	0.06

注：インスタント煎茶およびほうじ茶の減圧乾燥は 70°C で 5 時間、紅茶は 65°C で 5 時間乾燥した。

致していたが、常圧乾燥法がいく分高い定量値を示し、とくに100°Cで1時間乾燥した定量値がこの傾向が強かった。よって、インスタント紅茶の場合、常圧乾燥法は95°Cで2時間乾燥するのがよいように考えられた。

また、茶の中に5%くらい含まれるカフェインは100°C以上に熱すると昇華する⁷⁾と指摘されているので、カフェインの水分をカールフィッシャー法(抽出にはクロロホルム:メタノール=10:1を用いた⁸⁾)で定量するとともに、常圧100°Cで1時間ずつ3回乾燥した減量値を求めた。その結果、カールフィッシャー法による定量値と常圧100°Cで2時間乾燥した減量値がよく一致していた。なお、100°Cで3時間乾燥しても減量値の増加は約0.1%(2時間のものに対し)で、インスタント紅茶のように著しくなかった。よって、ここで行なった常圧100°Cで2時間くらい乾燥する水分定量法ではカフェインの昇華による影響はほとんど問題になくてもよいように考えられた。

要 約

各種インスタントティーの水分定量法を確立するため、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、つぎのような結果を得た。

(1) インスタント煎茶の水分は、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定量することができ、また再現性も非常にすぐれている。減圧乾燥法では、水銀柱5mm以下の減圧下で、五酸化リンを乾燥剤として用い、70°Cにて5時間乾燥して得られる定量値が、また常圧乾燥法では100°Cにて1.5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。

(2) インスタントほうじ茶の水分は、カールフィッ

シャー法により常温でメタノール抽出を30分行ない、滴定すること、減圧乾燥法では煎茶同様の条件で定量すること、常圧乾燥法では100°Cにて2時間乾燥することにより定量できる。

(3) インスタント紅茶の水分は、カールフィッシャー法によりほうじ茶同様の条件で定量できる。減圧乾燥法によっては、水銀柱5mm以下の減圧下で、五酸化リンを乾燥剤として用い、65°Cにて5時間乾燥して得られる定量値が、また常圧乾燥法では95°Cにて2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比較的よく一致した。

この研究を行なうに当たり、カールフィッシャー法について指導を賜った農林省食糧研究所堤忠一技官に深く感謝する。

文 献

- 1) BRANDENBERGER, H. and BADEN, H.: *Anal. Chem.*, **33**, 1947 (1961).
- 2) 堤忠一・永原太郎・室井要: 食品工誌, **10**, 418 (1963).
- 3) 古谷弘三・原利男・久保田悦郎: 茶技研, **27**, 41 (1963).
- 4) 古谷弘三・原利男・久保田悦郎: 茶技研, **28**, 55 (1963).
- 5) 室井要: 分析化学, **12**, 862 (1963).
- 6) 水野伝一: 第6回凍結及び乾燥研究会記録, **2** (1962).
- 7) 東京大学農学部農芸化学教室: 実験農芸化学, 別巻, (朝倉書店), p. 347 (1962).
- 8) 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, **27** (1962).

(1964年4月30日受理)