



水分計

MOC63u

アプリケーションノート

株式会社 島津製作所

分析計測事業部 天びんビジネスユニット

目 次

はじめに		頁
1. 水分率測定について		
1-1	水分率測定方法の種類と特徴	1
1-2	乾燥減量法の特徴	2
2. MOC 6 3 u の特長		
2-1	加熱方式	2
2-2	大形皿	2
2-3	加熱プログラム (測定モード)	2
3. 水分率測定上の注意点		
3-1	温度校正	3
3-2	ランプ加熱方式	3
3-3	MOC 6 3 u の一般的な条件設定の方法	3
4. 試料調整およびセッティング		
4-1	固体試料	4
4-2	粉状・粉体	4
4-3	液体	4
4-4	水分を多く含む試料	5
5. 加熱条件		
5-1	耐熱温度が高い試料	5
5-2	ある温度から分解がすすむ試料	6
5-3	加熱温度によって水分率が変化する試料	6
6. プリンタまたはコンピュータへのデータ取り込みとグラフ表示		7
7. 測定例と試料設置状態および乾燥後の状態		
7-1	プラスチック樹脂の水分測定について	
(1)	公定試験法(乾燥減量法)を用いた樹脂ペレットの水分率測定	8
(2)	水分計MOC 6 3 uを用いた水分率測定	8
(3)	公定試験法(乾燥減量法)とMOC 6 3 uとの比較	9
7-2	工業製品、プラスチック、汚泥、その他	
(1)	酒石酸ナトリウム二水和物の測定例	10
(2)	樹脂ペレットの測定例	11
(3)	洗剤 (粉) の測定例	12
(4)	水性塗料の測定例	13
(5)	汚泥ケーキの測定例	14
(6)	培養土の測定例	15
(7)	おがくずの測定例	16
(8)	トナーの測定例	17
(9)	口紅の測定例	18
(10)	固形石鹸の測定例	19
(11)	コーンスターチの測定例	20

(1 2) パーム油の測定例	2 1
------------------	-----

7-3 食品の測定例

(1) 食塩の測定例	2 2
(2) 牛乳の測定例	2 3
(3) グラニュー糖(しょ糖)の測定例	2 4
(4) マヨネーズの測定例	2 5
(5) インスタントコーヒーの測定例	2 6
(6) コーヒー豆(生・焙煎済)の測定例	2 7
(7) お茶の測定例	2 8
(8) 押し麦の測定例	2 9
(9) 白米の測定例	3 0
(1 0) トマトケチャップの測定例	3 1
(1 1) 氷菓子の測定例	3 2
(1 2) ドライマンゴーの測定例	3 3

7-4 測定データ一覧	3 4
-------------	-----

8. 水分率がばらつく原因と対策

8-1 低沸点揮発分が多い試料	3 5
8-2 高沸点成分を多く含む試料	3 5
8-3 粘度が高い試料	3 5
8-4 色がついている試料	3 5

はじめに

水分計MOC 6 3u を用いて水分率を測定する場合、試料形状や測定プログラムをどのように決めればよいか、迷うときがあります。このアプリケーションノートでは、いろいろな試料について水分率を実際に測定した結果を掲載していますので、MOC 6 3u を用いて水分率を求めるとき、試料形状や温度条件などを決める参考としてご利用ください。

1. 水分率測定について

1-1 水分率測定方法の種類と特長

水分率とは、試料が含有している水分の割合を質量の百分率で表示したものです。試料が液体の場合は、体積百分率で表示されることもあります。水分率の測定方法はいくつかありますが、おもな測定方法の特長について以下に説明します。

①乾燥減量法

試料を加熱して水分を蒸発させ、減量した質量から水分率を求める方法です。木材(JIS Z 2101)、ゴム用配合剤(JIS K 6220)、接着剤(JIS K 6833)、熱硬化性プラスチック(JIS K 6911)などの水分率・不揮発分の測定ではJISが定められており、これらは乾燥減量法です。手順としては、まず質量計で乾燥前の試料質量を測定します。その後直ちに試料を所定の温度に保たれた恒温槽で一定時間乾燥し、取り出して一定時間デシケーター内で室内温度になるまで放冷し、その乾燥後の質量を測定することより、乾燥前後の質量値から水分率を求めます。すなわち恒温槽に保持した間に減少した質量を水分あるいは揮発成分とみなす方法です。

MOC 6 3u もこの乾燥減量法に準じた方法です。質量計の上部に乾燥室があり、加熱源としてハロゲンランプを使用して、試料を加熱し乾燥させます。試料の質量を測定しながら、室温から水分が蒸発する途中の質量変化をモニターし、十分乾燥した質量から水分率を算出しています。上記乾燥減量法と異なるのは、放冷する工程を省いているだけです。加熱による乾燥は、水分のほか揮発成分も蒸発して減量として現れますので、水だけの水分率を求めることはできませんが、常時試料の質量を計測していますので、途中経過も観察でき、また非常に簡便な方法のため最近では最もよく用いられる方法です。

②カールフィッシャー法

ヨウ素、二酸化硫黄、ピリジンを含むカールフィッシャー試薬が、メタノール存在下で水と特異的に反応することを利用して、物質の水分を定量化する方法です。この方法には、電量滴定法と容量滴定法があります。電量滴定法は、カールフィッシャー試薬に試料を加えて、電解酸化をしますとヨウ素が発生し、ヨウ素はファラデーの法則にもとづいて、電気量に比例して生成されますから、電解酸化に要した電気量からただちに水分量が求められます。容量滴定法は、滴定フラスコに試料に適した脱水溶剤を入れておき、滴定剤で無水状態にしてから試料を加え、あらかじめ力価(mgH₂O/mL)を標定しておいた滴定剤を用いて滴定を行い、その滴定量(mL)から試料中の水分量を求めます。これらの方法による装置は、自動容量滴定装置として市販されています。

③赤外線吸収法

水分には、近赤外線の特長波長を吸収する性質があり、物質に含まれる水分量が多くなれば吸収される光エネルギーも大きくなります。この特長波長を試料に照射し、反射した光を測定する事で水分測定を測定することができます。特長波長だけでは、いろいろな状態の影響を受けますので、水分の影響を受けない波長も同時に測定し、これらの比より水分率を測定する方法です。この方法は非接触で連続的な測定が可能です。

1-2 乾燥減量法の特長

試料を加熱しますと、試料に含まれる水分や揮発成分が蒸発し、試料の質量が減少していきます。それらの水分や揮発成分がなくなりますと、質量の減少が止まり一定の質量値を表示します。元の試料質量値から減少が止まった質量値との差を、元の質量値で割ったものが水分率として得られます。加熱により水分や揮発成分が蒸発していきますが、加熱することにより試料自体が分解することがあり、含有していた水分・揮発成分よりも大きな数値になることがありますので注意が必要です。しかし、測定には試薬や前処理などをほとんど必要とせず、装置の価格も廉価で、測定範囲も0.01%から100%まで測定可能などから、広い分野で用いられています。

2. MOC 6 3 u の特長

2-1 加熱方式

試料を加熱する方法によりいくつかの種類があります。導体に通電して発熱させる方式と、ランプで加熱する方式が代表的な方法です。

導体に通電して発熱させる方式は、発熱まで時間がかかりますので、測定時間が比較的長いという欠点がありますが、試料温度が過大にならないという利点があります。最近の水分計では、ランプ加熱方式を採用した水分計が多く見られるようになりましたが、ランプ加熱方式はパワーが大きく、高温に達する時間が短くて済むという特長があります。欠点としては、大パワーを発生させるとランプ発熱体の温度が上昇し、短時間ですが試料が高温に晒され、試料表面の一部が分解するという面も存在します。

MOC 6 3 u は、熱源としてハロゲンランプを採用しています。そのため、高温で分解しやすい試料の場合、急速加熱や最高温度設定で加熱したときは、表面が焦げて一部試料の分解が生じることがあります。よって、試料の色や分解温度などにより、最適な温度や最適な温度プログラムを選択する必要があります。試行を繰り返して最適な条件を見つけなければならない場合もあります。

温度プログラムの種類と利点については、2-3に記載していますので参照してください。

2-2 大形皿

MOC 6 3 u では、直径95mmの皿を使用しています。試料量も60gまで、はかり取ることができます。体積の大きな試料の微小な水分率でも、皿全体に広く浅く設置することができますので、繰り返し性の良い測定を行うことができます。

2-3 加熱プログラム (測定モード)

MOC 6 3 u は、ランプで加熱して試料を乾燥させ水分率を求める方式のため、試料の特性によって温度制御がいろいろ選択できるようになっています。加熱プログラムは、5種類用意されていますので、それらのモードと対応する試料について以下に説明します。

①自動停止モード：AUTO

通常で設定された温度まで試料を加熱し、その後設定温度を保持します。試料の質量が時間とともに減少していきますが、30秒間の水分率変化量が、自動停止条件として設定した値(0.01%~0.1%)以下になれば測定を停止します。

自動停止条件を小さくしますと、測定値は実際の水分率に近づきますが、測定時間が長くなります。大きな値を設定しますと、短時間で終了しますが、十分水分が蒸発しないうちに測定終了することになります。試料の特性に合わせて自動停止条件を設定する必要があります。

②時間停止モード：TIME

通常で設定された温度まで試料を加熱し、その後設定温度を保持しますが、測定開始から設定時間を経過した時点で測定を終了します。いつまでも少しずつ減量が継続し、明確に乾燥状態が確定できないような試料の測定に向いています。

③急速乾燥モード：RAPID

測定開始段階では、乾燥温度よりも高い温度で乾燥を促進し、測定時間を短縮するモードです。開始段階で、乾燥温度より高い温度200℃で試料を加熱し、30秒間の水分率の変化量が設定した条件(0.1%~9.9%)以下になると、焦げ付きを防止するため設定温度を乾燥温度に下げ、その後は、AUTO(30秒間の水分率の変化量が設定条件以下になると停止)、あるいはTIME(乾燥温度に切り替わってからの設定時間経過後停止)で終了します。

乾燥開始時の、急速乾燥の保持条件(30秒間の水分率の変化量)を小さく設定したり、急速加熱温度の200℃が高すぎる場合は、試料によっては焦げてしまい、正しい水分率が得られないことがあります。反対に急速乾燥の保持条件を大きく設定したり、乾燥温度を低くしますと、急速加熱のメリットが得られません。

④緩速乾燥モード：SLOW

通常より遅い速度で試料を加熱するモードで、測定開始から約5分で、乾燥温度に達するモードです。ゆっくり加熱しますので、ランプ発熱体の温度も低めになり、単位時間あたりの輻射熱が小さくなりますので、試料表面が焦げる可能性が低くなります。停止条件はAUTOまたはTIMEを選択できます。

⑤ステップ乾燥モード：STEP

階段状に乾燥温度を、第2ステップまたは第3ステップまで設定することができるモードです。第1と第2ステップは、乾燥温度と測定時間を設定し、最終ステップ(第2あるいは第3ステップ)ではAUTOかTIMEで条件を設定します。最終ステップをTIMEと選択し、測定時間をゼロと設定しますと、前ステップが最終ステップとなります。このモードは、試料に含まれる水分や揮発分の蒸発温度が異なる場合、それぞれの成分の水分率を測定するのに有効な方法です。

3. 水分率測定上の注意点

3-1 温度校正

質量値から水分率を求める乾燥式は、試料に直接温度センサを装着するのが困難です。試料に温度センサを装着しますと、センサのリード線が不必要な力を試料に加え、正しい質量が測定できなくなるからです。そこで試料温度を表示する特別な手段が必要になりますが、MOC63uでは、温度校正キットを用いて試料付近の温度を測定することにより、間接的に試料温度を表示する機能を持っています。

MOC63uの温度校正は、低温の100℃と高温の180℃の二点で行います。加熱ランプの温度を制御するセンサ温度が、100℃のときの温度校正キット温度をMOC63uに入力し、次に加熱ランプ制御温度を180℃に設定し、その後の温度校正キットの表示温度を入力して校正を終了します。

3-2 ランプ加熱方式

ランプ加熱方式は急速加熱に優れていますが、発熱体が高温になりますので、温度を高く設定したり、急速乾燥に設定したりしますと大量の輻射熱により試料表面が焦げる場合があります。焦げるという現象は分解を伴いますので、分解による減量と、水分の蒸発による減量が区別が付きません。よって焦げた場合は、正確な水分率の測定ができません。そのため焦げやすい試料には、緩速乾燥やステップ乾燥の方法を選択する必要があります。

3-3 MOC63uの一般的な条件設定の方法

試料の乾燥条件(乾燥温度や測定モード)を設定しようとしたとき、水分率や揮発成分がどのようなかわからない場合は、どのように条件を決めるか迷うことがあります。そのようなときの設定条件を求める手順を以下に示します。

- ①高温では試料が焦げる（分解）恐れがあり、また低温では水分がなかなか蒸発しないことがありますので、120℃～140℃の温度で長時間（例えばTIMEモードで60分と設定）の設定で、まず試験測定を行います。島津製作所のホームページにあります水分率測定ファイルをダウンロードして（別途パソコンと接続ケーブルが必要）水分率の変化をグラフで観察しますと、水分がほぼ無くなるまでの時間を、水分率の変化が小さくなる状態から読み取ることができます。
- ②ほぼ水分が無くなる適当な時間で乾燥を中断し、乾燥後の試料が焦げていないことを確認します。焦げていれば乾燥温度を下げ、再度TIMEモードで試験測定を行います。試料が焦げておらず乾燥時間が長い場合は、乾燥温度を上げ再度TIMEモードで測定を行います。試料が焦げない状態で乾燥時間が短くなる温度を決定します。
- ③乾燥温度と、大まかな乾燥時間が決定すれば、正式な測定を行います。AUTOモードの場合、30秒間の水分変化率を入力しますが、比較的乾燥しやすい試料では、0.01%から0.05%に設定します。通常はAUTOモードでの測定をお奨めします。例えば、沸点が異なる成分の含有率が異なる場合などは、同じ乾燥温度でも揮発成分が蒸発する時間が異なりますので、このような試料ではAUTOモードが適しています。
- ④TIMEモードの場合は、試験測定の水分率の状況から、ほぼ乾燥状態になる時間を設定します。品質管理など同じ温度・同じ乾燥時間で乾燥させたとき、水分率がある範囲にあることを監視する場合は、TIMEモードが最適です。
- ⑤AUTOモード、TIMEモードで乾燥に時間がかかる場合や、分解してしまうなどの場合は、SLOWモード、RAPIDモード、STEPモードを選択してください。

4. 試料調整およびセッティング

4-1 固体試料

小さな塊や薄い板状試料の場合、そのままの状態ですべてに広げて測定することができます。例えば、ちりめんじゃこやドッグフードなどは、そのままの形で測定できます。これは前処理を必要としない加熱方式の特性を生かした方法です。しかし、大きな塊や厚みがあるものは、試料内部から水分が蒸発しにくいので測定に長時間を要します。内部から蒸発しやすくするため、試料を細かく砕いたり、小さな破片に切り刻んだりしますが、低沸点物質を多く含む試料では、細かくする過程で蒸発が進み、正確な水分率が得られないことがあります。基本的にはできるだけ表面積を増やす形状にします。

4-2 粒状・粉体

粒状や粉体の場合は、そのまま皿に広げて測定を行います。粉体であっても、塊になっていますと塊の内部から揮発成分が蒸発しにくい、あるいは均一に蒸発しないということがありますので、できるだけ皿全体に薄く広く、均一に広げることによって正確で繰り返し性のよいデータが得られます。

4-3 液体

液体の試料を皿に入れれば、全体に広がっていきますので、設定は簡単です。しかし粘度の高い試料では、なかなか流れていかない場合があります、このときはヘラなどで、皿に均一に伸ばすことが必要になります。液体の場合、乾燥に長時間を要し、加熱後残留物が皿に固着するケースが多いので、ガラスフアイバーシートや使い捨てアルミ皿を使用することをお勧めします。

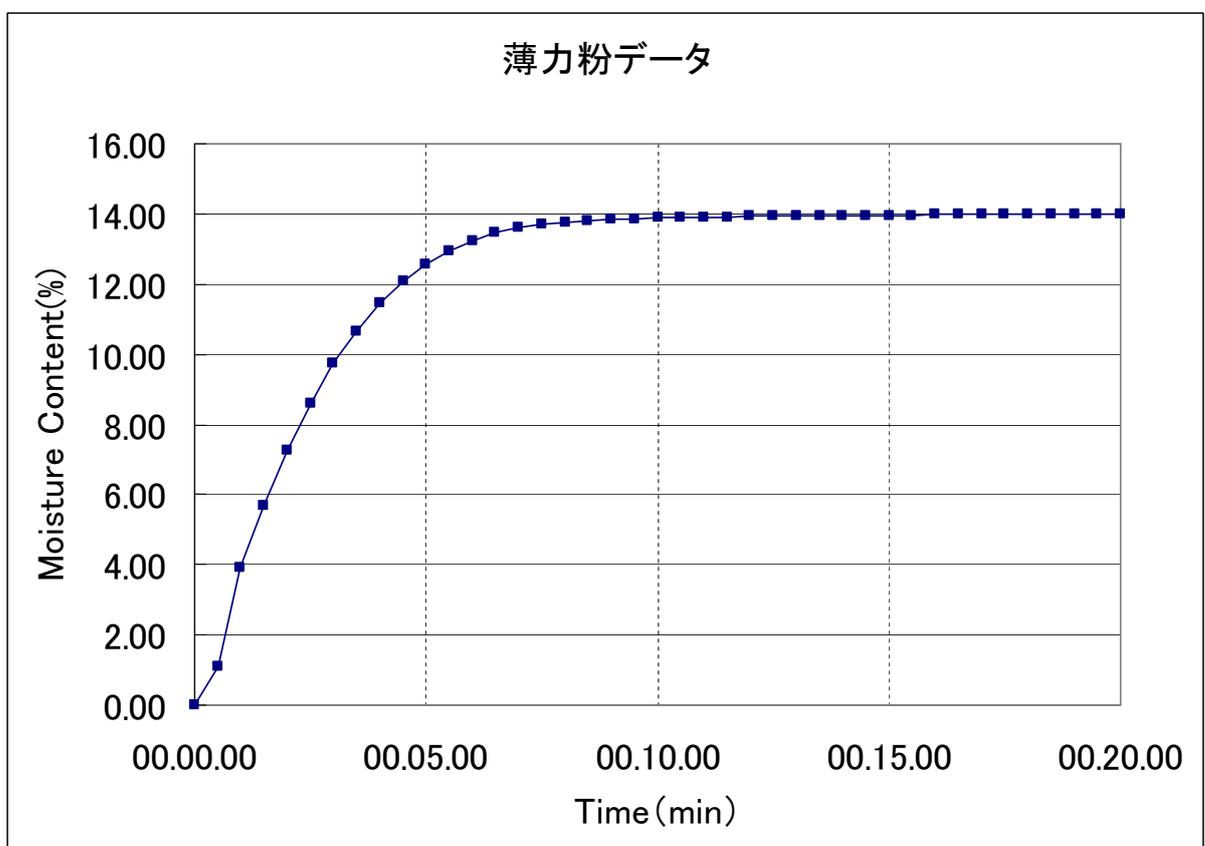
4-4 水分を多く含む試料

ケチャップやマヨネーズ、チューブ入り歯磨き粉などは、使い捨てアルミ皿の上に必要量押し出し、アルミ皿の表面に引き伸ばします。粘度が高いので、皿受からアルミ皿を取り出し、ヘラなどで、アルミ皿に薄く均一に広げた後、皿受の上に再設置します。この場合も、低沸点物質が多く含まれる試料ですと、伸ばしている最中に蒸発が進みますので、作業は手早く行う必要があります。

5. 加熱条件

5-1 耐熱温度が高い試料

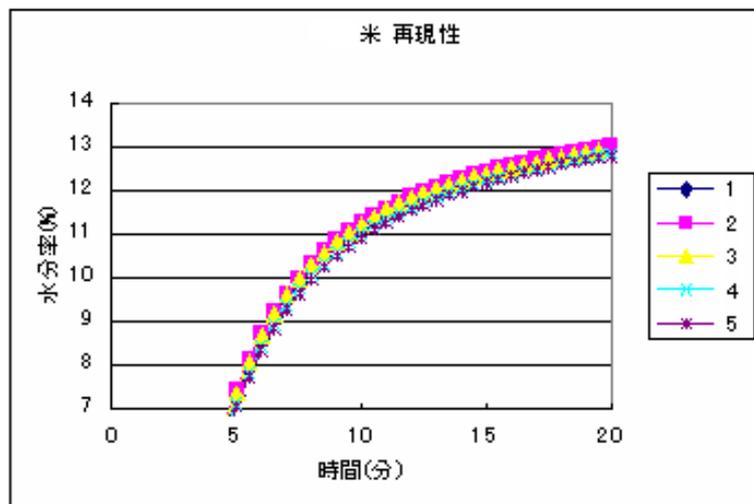
耐熱温度が高い試料とは、分解温度が高い試料ということになります。この試料は、急速乾燥モードで一気に乾燥させることが可能なので、短時間で測定を終了することができます。酒石酸ナトリウム二水和物や薄力粉などはこの測定例になります。



5-2 ある温度から分解がすすむ試料

試料温度上昇と共に、水分が蒸発していき、普通は水分率の変化は次第に小さくなりますが、ある温度を超えると水分率が再び増加に転じることがあります。これは最初、水が蒸発し、その後水以外の高沸点物質の蒸発が始まったか、あるいは試料の分解が始まったことが考えられます。このような現象が生じる試料では、正確な水分率が測定できず信頼性が低下することがあります。大豆の測定などにこの現象が見られます。この場合、まず低温で十分蒸発を行わせ、その後温度を上げて高沸点成分の水分率を求める方法（STEPモード）が考えられます。ただし、沸点温度が接近している場合や、沸点が接近したいくつもの成分がある場合は、成分を分離することが困難となります。いつまでも水分率が低下せず、水分率の決定に迷う場合は、同じ時間で加熱（TIMEモード）して得られた水分率を、その試料の水分率とみなすことも必要になります。

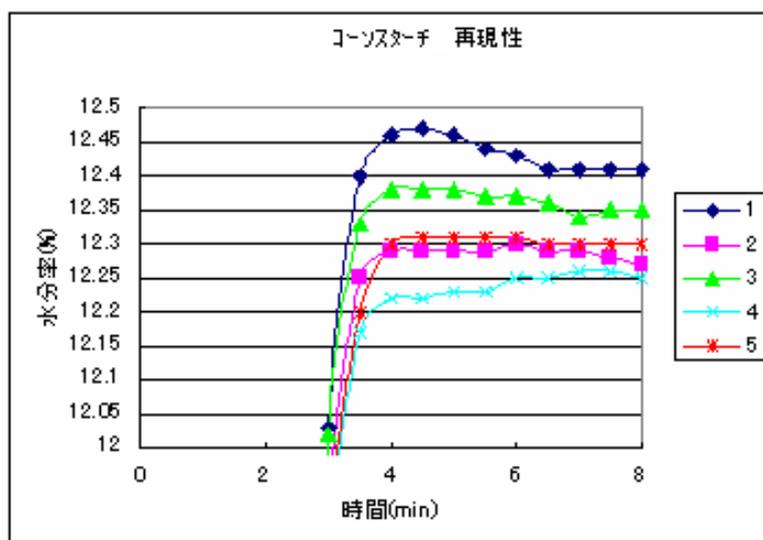
下図の例は、同じ条件で米を5回乾燥させたときの水分率の変化を示したもので、20分後の水分率が0.5%程度変動しています。



5-3 加熱温度によって水分率が変化する試料

水分、低沸点揮発分、高沸点揮発分など、沸点が大きく異なる成分を含んだ試料の水分率を求める場合、加熱温度によって水分率が大きく異なる場合や、いつまでたっても水分率の変化が小さくならないという現象が生じることがあります。これは加熱温度が低いと、高沸点成分の蒸発が進まず、蒸発し終わるまで長時間がかかるためと考えられます。そのような試料は加熱温度により水分率が大きく異なります。

例として、加熱温度を変えた場合のコーンスターチの水分率の違いを示します。このような試料の水分率は測定条件を明記して示すことが必要です。

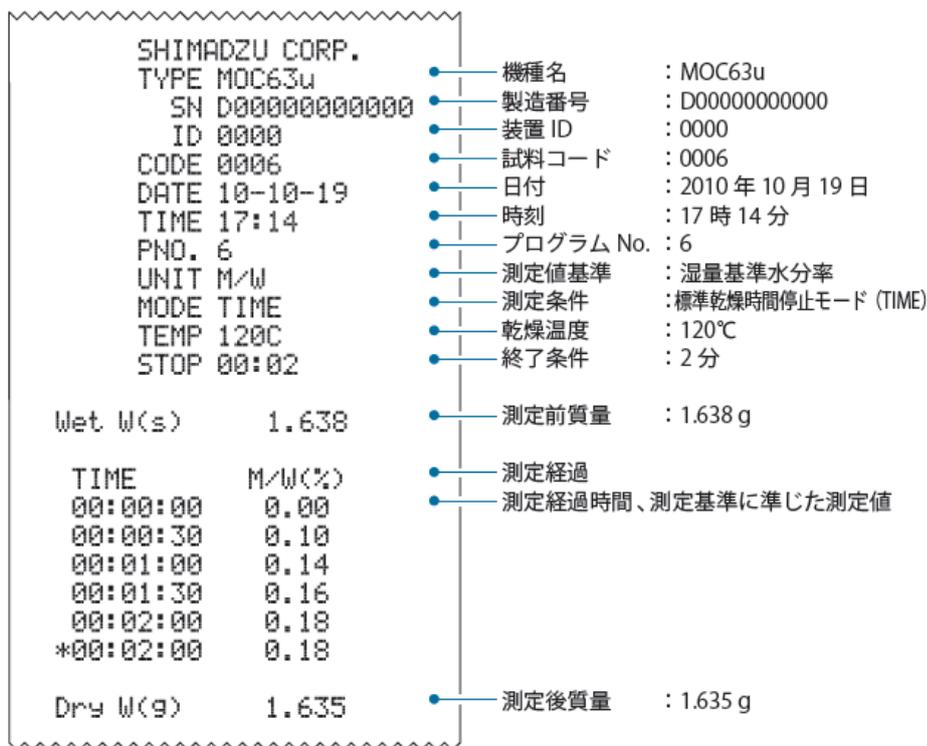


6. プリンタまたはコンピュータへのデータ取り込みとグラフ表示

弊社のプリンタ（EP-80、EP-90）を使用しますと、START 時に水分計製造会社名、機種名、測定条件、試料量などを印字し、測定終了後に測定時間と水分率などをプリントアウトして、記録を残すことができます。またプリンタから出力するタイミングを設定しますと、一定時間毎に、測定経過時間と水分率を記録することができます。

下記にプリンタから出力した例を示します。

◆ 測定結果の出力例

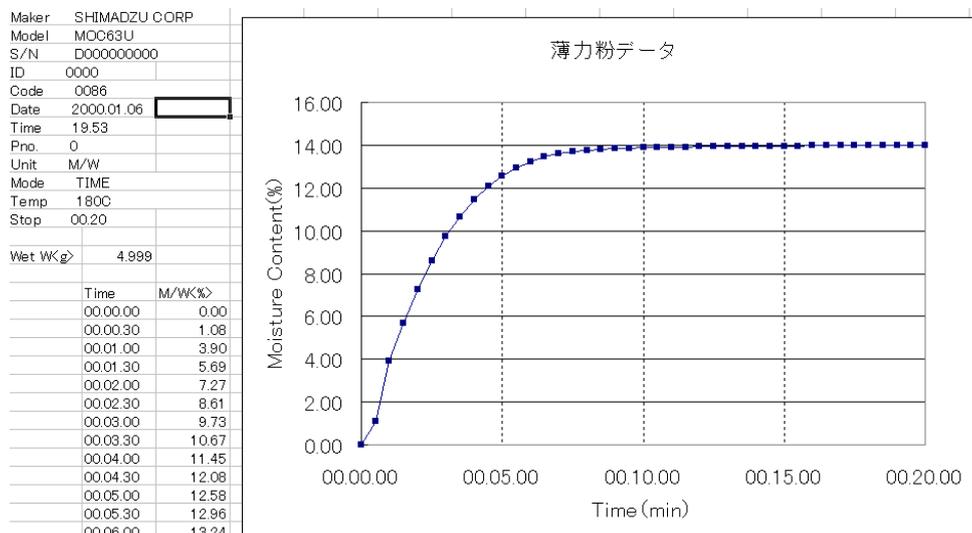


EP-80,EP-90 使用

コンピュータへ接続しますと、経過時間と減少率を刻々記録することができます。またエクセルなどを使用しますと、グラフ表示も可能になり、経過時間と水分率のグラフを表示させることができますので、水分率の変化がよりわかりやすくなります。グラフ表示のソフトウェアは無償で提供しておりますので、必要ならば島津製作所天びんホームページからダウンロードしてください。

下記にパソコンを使用し、減量率をグラフ表示した例を示します。

アプリケーション 例



7. 測定例と試料設置状態および乾燥後の状態

7-1 プラスチック樹脂の水分測定について

プラスチック成形品の材料となる、ペレット状樹脂の含有水分率は、高くなるほど成形の際、気泡・クラック・変形・色ムラ等、品質に左右する場合があります。よって事前に、その水分率を測定して把握・管理することが成形品の品質向上につながります。水分率を測定する方法として、JISなどで決められている公定試験法(乾燥減量法)・カールフィッシャー法があります。

乾燥減量法の原理は、まず水分を含んだ試料の重さを計測します。その後、試料を所定の温度にコントロールされた恒温槽に入れ、水分を蒸発させます。水分が無くなったところで試料の重さを計測することにより、軽くなった重さを水分と仮定し、水分率を測定します。乾燥減量法では、乾燥温度を105℃～180℃として恒温槽内に2～4時間放置させて乾燥させます。そしてデシケータ内で放冷後、恒量になったら乾燥後重量を測定します。

今回、島津水分計MOC 63uの測定モードのひとつであるTIMEモードを使って、公定法と合致するデータが得られましたので、ご紹介します。水分率測定での効率化に、ぜひご利用ください。

●プラスチック樹脂の水分測定

(1) 公定試験法(乾燥減量法)を用いた樹脂ペレットの水分率測定

ここでは恒温槽を用いた乾燥減量法でよく用いられる条件で測定しました。

【乾燥条件】

乾燥温度 : 105～180℃
乾燥停止条件 : 2～3時間
放冷時間 : 1時間まで
試料量 : 10g

【結果】

水分率 : 下表のとおり (n : 3回)
CV値 : 下表のとおり



Fig.1 樹脂ペレットを恒温槽へ入れる前の状態

サンプル	測定条件(放冷時間含)	水分率(公定法)	CV値
PET(S社)	180℃ 2時間 30分	0.14 %	0.032 %
PET(T社)	180℃ 2時間 30分	0.20 %	0.020 %
PBT(S社)	120℃ 2時間 30分	0.18 %	0.037 %
ABS(アクリル樹脂)	140℃ 2時間 30分	0.20 %	0.020 %
酢酸ビニル	105℃ 3時間 30分	0.18 %	0.026 %

(2) 水分計MOC 63uを用いた水分率測定

水分計MOC 63uでは、試料の状態や乾燥時間短縮などのため、乾燥条件をいろいろ変更することができます。MOC 63uでは乾燥温度を50℃～200℃まで1℃毎に設定できるほか、乾燥を停止するモードを4種類から選択することができます。ここでは乾燥を開始してから一定時間経過後、乾燥を停止する「TIMEモード」で測定し、繰り返し性の良いデータを得ることができました。

【乾燥条件】

乾燥温度 : 105~180℃
 乾燥停止条件 : 30分
 試料量 : 10g



Fig.2 MOC63u に樹脂ペレットを載せ、乾燥終了後の状態

【結果】

水分率 : 下表のとおり

サンプル	測定条件(TIMEモード)	乾燥直後	CV値
PET(S社)	180℃ 30分	0.23 %	0.020 %
PET(T社)	180℃ 30分	0.28 %	0.020 %
PBT(S社)	120℃ 30分	0.21 %	0.027 %
ABS(アクリル樹脂)	140℃ 30分	0.47 %	0.032 %
酢酸ビニル	105℃ 30分	0.25 %	0.040 %

(3) 公定試験法(乾燥減量法)とMOC63uとの比較

- ・乾燥減量法では恒温槽で乾燥させる時間が長いため、測定に時間を要します。
- ・水分計 MOC63u における水分率測定は測定時間が短いう上に繰り返し性(CV 値)も良く、公定法と引けを取りません。
- ・下表のとおり、水分計 MOC63u における水分率測定では公定法の水分率データも互換性の良いデータを得ることができました。

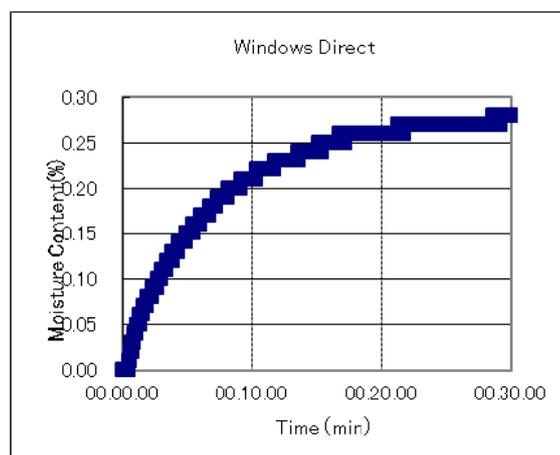


Fig.3 TIME モードで樹脂ペレットの水分率を測定した乾燥曲線(縦軸:水分率 横軸:時間)

サンプル	測定条件(放冷時間含)	水分率(公定法)	TIMEモード	差
PET(S社)	180℃ 公2時間 MOC30分	0.14 %	0.023 %	0.09 %
PET(T社)	180℃ 公2時間 MOC30分	0.20 %	0.028 %	0.08 %
PBT(S社)	120℃ 公2時間 MOC30分	0.18 %	0.021 %	0.03 %
ABS(アクリル樹脂)	140℃ 公2時間 MOC30分	0.50 %	0.047 %	-0.03 %
酢酸ビニル	105℃ 公3時間 MOC30分	0.20 %	0.026 %	0.05 %

7-2 工業製品、プラスチック、汚泥、その他

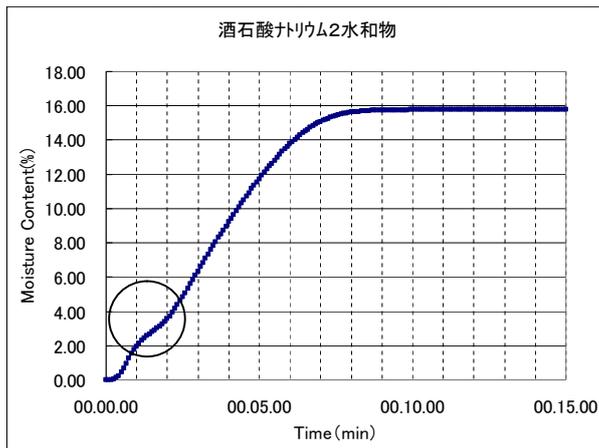
(1) 酒石酸ナトリウム二水和物の測定例

測定条件 : 160°C / TIME 15分

	MOC63u	
	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	5.103	15.79
2回目	5.064	15.80
3回目	5.021	15.80
平均		15.80
標準偏差		0.006
CV(%)		0.04

- ・酒石酸ナトリウム二水和物 ($\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) は無毒で性質も安定しており、分子式から求められる理論水分値 (36.03 (2個の水分子量) / 230.08 (全体の分子量) = 15.66%) が実際の測定値に比較的合致しているため、水分率測定の実験用サンプルとして、よく用いられます。
- ・測定値の水分率 15.80% は、理論値の 15.66% とは若干相違がありますが、これはサンプリング中に空気中の湿気を吸着した可能性があります。理論値との差は 0.9% 程度ですが、酒石酸ナトリウム二水和物での測定では 1% 程度の誤差は通常発生する誤差の範囲です。

酒石酸ナトリウム二水和物の TIME モードの乾燥曲線を以下に示します。



※ 結晶内の分解が進む前に試料表面に付着している水が蒸発したと思われる、水分率の変化が低下した部分(○部分)が見受けられます。

酒石酸ナトリウム二水和物の乾燥前の状態と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 加熱前は光沢のある結晶です。



(測定後) 水分子が分離し白く変色しています。

(2) 樹脂ペレットの測定例

測定条件 : 100°C / TIME 25分

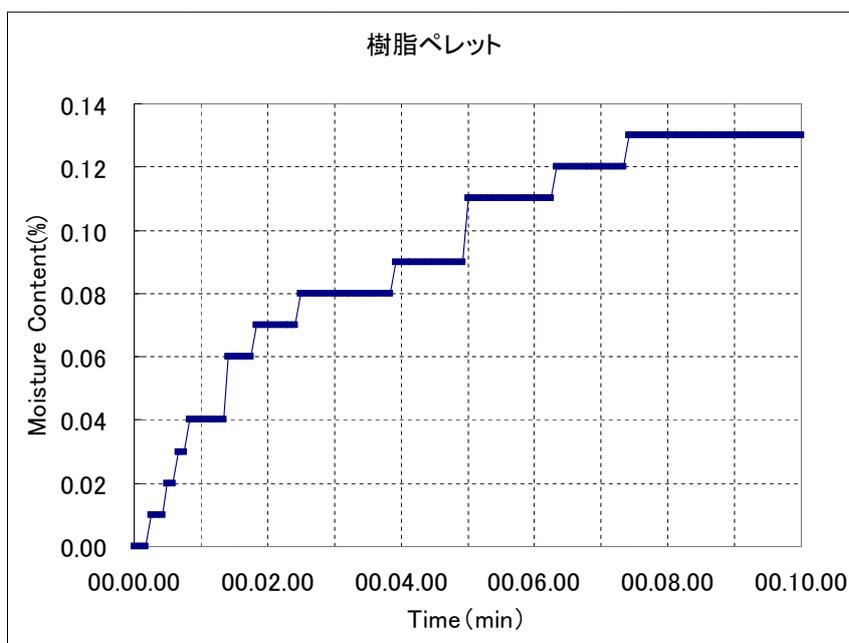
測定条件 : 100°C / AUTO 0.05%

	MOC63u	
	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	10.080	0.12
2回目	10.016	0.13
3回目	10.290	0.13
平均		0.13
標準偏差		0.006
CV(%)		4.56

	MOC63u		
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	1:59	10.67	0.07
2回目	1:59	10.56	0.07
平均			0.07
標準偏差			0.000
CV(%)			0.00

- 樹脂ペレットはほとんど高分子材料でできていますが、内部に揮発成分が含まれる可能性があります。表面に付着した水分の測定を目的としたため乾燥温度を100°Cとしました。
- 乾燥温度が低いため乾燥はなかなか進みません。TIMEモードでは内部からの蒸発が少しずつ行われますので長時間に亘って水分率の上昇が見られます。
- AUTOモードでは30秒間の減少率の変化が設定値を下回ると測定終了となりますので、水分率の小さな試料を0.05%で行いますと水分が抜けきる前に測定が終了してしまいます。

樹脂ペレットのTIMEモードでの乾燥曲線を以下に示します。



樹脂ペレットの乾燥前の状態と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) : 皿に均一に広げました。



(測定後) : 外観はほとんど変化していません。

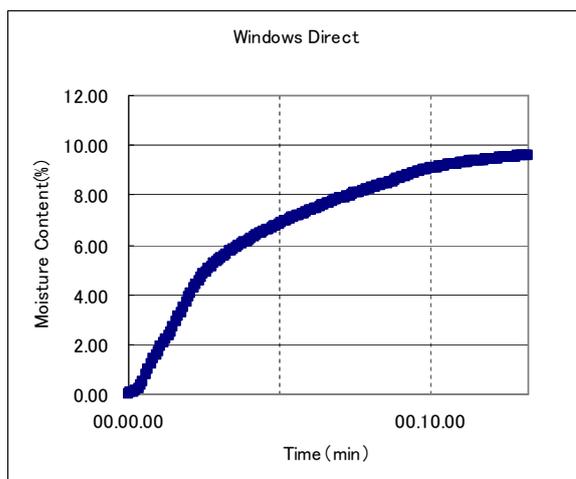
(3) 洗剤（粉）の測定例

測定条件：160°C/AUTO 0.05%

	MOC63u		
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	13:15	5.086	9.58
2回目	12:50	5.035	9.75
3回目	13:20	5.043	9.89
平均			9.79
標準偏差			0.155
CV(%)			1.59

- ・粉のなかに青色の漂白剤を含んだ市販の洗剤を測定しました。
- ・乾燥温度は120°Cと低い温度のため、乾燥後も外観はほとんど変わりません。
- ・乾燥時間が13分と比較的長くなっていますが、蒸発はまだ続いています。洗剤粒子の内部から水分あるいは揮発成分が蒸発していると思われそうですが、蒸発する成分は不明です。
- ・停止条件は0.05%ですが、これをもっと小さく設定しますと測定時間が長くなります。また乾燥温度を上げますと試料の分解が予想されます。
- ・このようにただ蒸発がすすむ試料は、乾燥時間と分解の兼ね合いで測定条件を選択しなければならず、測定が難しい試料といえます。

洗剤（粉）のAUTOモードの乾燥曲線を以下に示します。



洗剤（粉）の乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 試料を皿に均一に拡げました。一部青色の粒がありますが漂白剤です。



(測定後) 外観はほとんど変化が見られません。

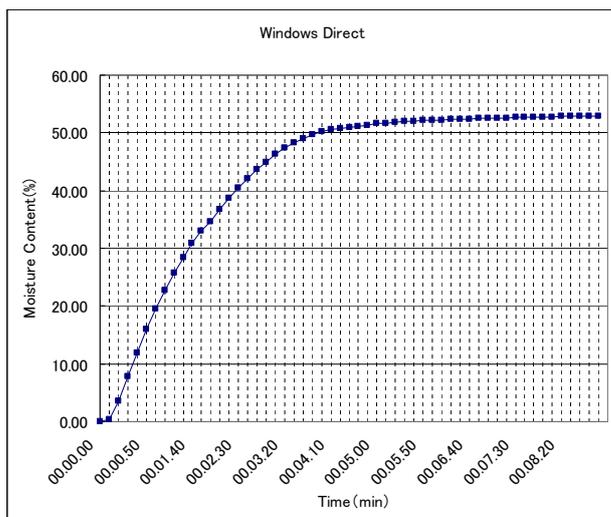
(4) 水性塗料の測定例

測定条件 : 200°C/AUTO 0.05%

	MOC63u		
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	8:53	1.113	52.83
2回目	10:12	1.171	52.09
3回目	9:15	1.025	52.24
平均			52.39
標準偏差			0.391
CV(%)			0.75

- ・使い捨てアルミ皿に1 g より多めに水性塗料をたらし、アルミ皿を取り出して皿全体にヘラで伸ばしました。伸ばる際にヘラに塗料が付着して試料量が若干減りますので、多めに試料を取りました。
- ・塗料には水分の他に揮発成分が多く含まれているようで、200°Cでも乾燥がなかなか終了しません。水分率が50%を超えていますので終了条件0.05%でも水分率の数値が大きく変わることはいないと思われます。
- ・アルミ皿の代わりにアルミ箔を使用することも可能です。ただしアルミ箔は塗料が乾燥して収縮しますと箔が丸まって上部のガラス窓に接触することがありますのでお奨めしません。

水性塗料のAUTOモードの乾燥曲線を以下に示します。



水性塗料の乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 試料を皿に均一に広げました。



(測定後) 塗料の厚い部分に液体が沸騰した後が見えますが、焦げた様子はありません。

(5) 汚泥ケーキの測定例

測定条件 : 200°C/AUTO 0.05%

	MOC63u		
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	21:03	2.170	81.84
2回目	21:34	2.074	81.20
3回目	21:57	2.231	81.62
平均			81.55
標準偏差			0.325
CV(%)			0.40

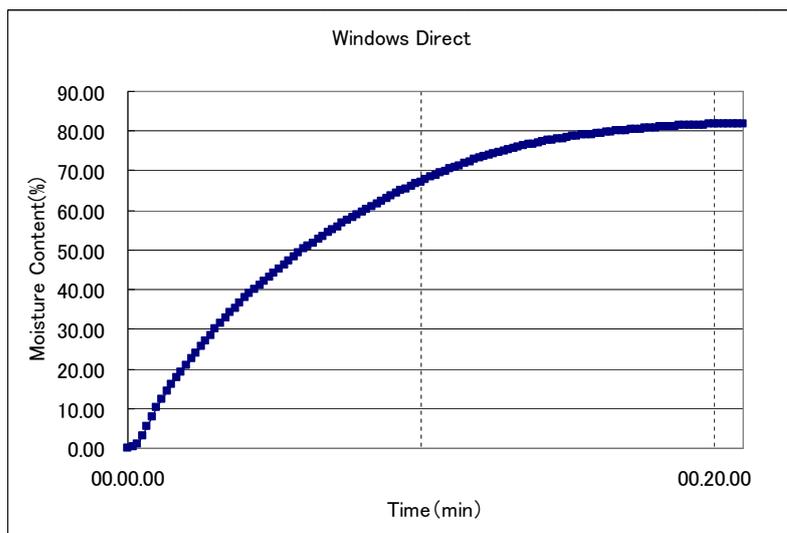
・汚泥ケーキは下水処理場から出る沈殿物を乾燥させたもので、この後焼却されます。水分が多いと焼却のエネルギーが過大となりますので水分率の測定が重要となります。

・汚泥ケーキは湿気を含んだ固形物で繊維も含まれています。それを皿の上に載せ直径が10mm程度

以下になるよう塊をほぐしました。悪臭がひどいのであまり手間をかけて細かく砕くことができませんでした。

・水分率は81%で繰返し性は良好です。これは水以外の揮発成分がほとんど含まれていないことによると思われます。

汚泥ケーキのAUTOモードの乾燥曲線を以下に示します。



汚泥ケーキの乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) ぼろぼろした状態であり、それをへらの先でほぐしました。



(測定後) わずかに白っぽくなっていますが、乾燥のため容積が小さくなっています。

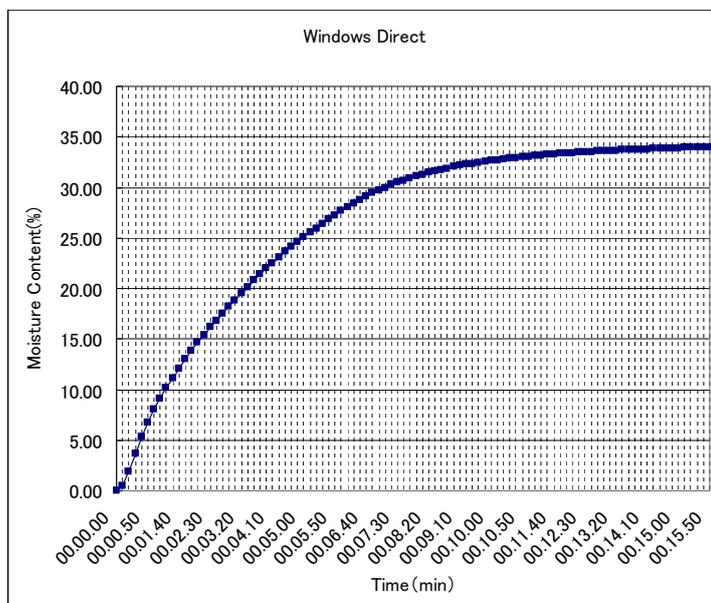
(6) 培養土の測定例

測定条件 : 120°C/AUTO 0.05%

	MOC63u		
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	15:40	4.973	33.62
2回目	15:50	5.065	33.98
3回目	15:00	5.032	32.59
平均			33.40
標準偏差			0.721
CV(%)			2.16

- ・培養土は堆肥とも言われ、腐葉土や鶏糞、土などを混ぜたものです。試料には木片なども含まれています。そのため水分率の繰返し性が若干大きくなった可能性があります。
- ・乾燥温度は120°Cとかなり低い温度のため、乾燥後も外観はほとんど変わりません。
- ・水分率はだだらと増加し、なかなか収束しません。固形物をもっと細かく砕いてやれば繰返し性は向上すると思われます。

培養土のAUTOモードの乾燥曲線を以下に示します。



培養土の乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 試料を皿に均一に広げました。



(測定後) 乾燥によりぱらぱらした状態になっていますが、外観はあまり変化がありません。

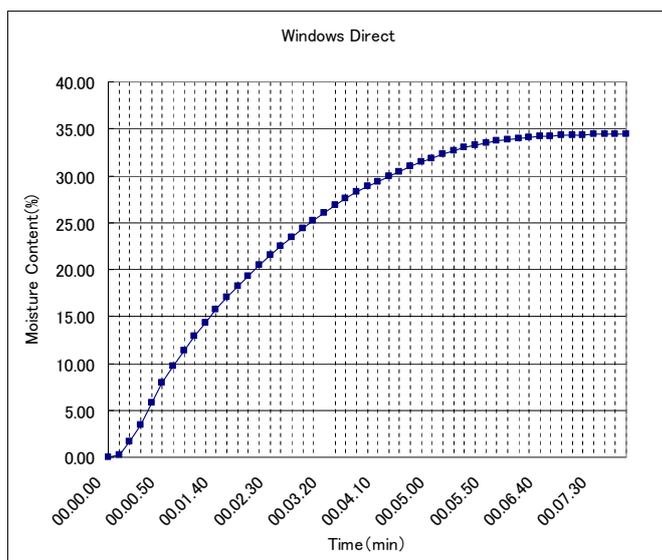
(7) おがくずの測定例

測定条件 : 160°C/AUTO 0.02%

	MOC63u		
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	8:50	4.176	34.05
2回目	8:30	4.032	34.67
3回目	8:00	4.054	34.41
平均			34.38
標準偏差			0.311
CV(%)			0.91

- ・製材所から入手したおがくずを使用しました。木材の種類は不明ですが主に松材と思われます。
- ・粉状のおがくずがほとんどですが、のこ刃の幅の薄い帯状の木屑も一部含まれています。
- ・乾燥温度を200°Cに設定しますと試料が燃え出す場合がありますので、乾燥温度を160°Cに設定しました。試料量4gは皿に均一に広げてもやや厚みがあります。
- ・皿の試料は厚みがありますが、空隙が多いため、効率よく蒸発がすすんで乾燥時間も短くすみ、繰返し性も良好です。

おがくずのAUTOモードの乾燥曲線を以下に示します。



おがくずの乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 試料を皿に均一に広げました。
厚みは4mm程度あります。



(測定後) 中央付近の表面が茶色くなって焦げて
いますが、水分率の繰返し性は良好です。

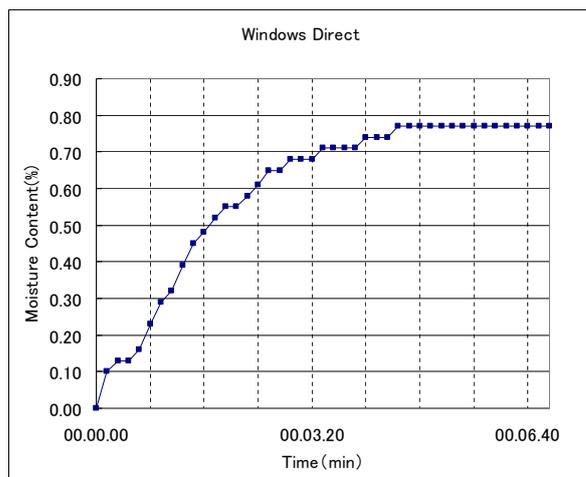
(8) トナーの測定例

測定条件 : 100°C / SLOW-TIME 2min

	MOC63u		
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	7:00	3.100	0.77
2回目	7:00	3.102	0.71
3回目	7:00	3.051	0.66
平均			0.71
標準偏差			0.06
CV(%)			7.72

- ・トナーは真っ黒な微細粉末です。そのトナーを使い捨てアルミ皿の上に入れ、スプーンで押しえつづけることなくスプーンの先端で刻むようにしながら全体に広げました。
- ・ランプパワーが大きすぎると焦げるなど変質する可能性があるためSLOWを選択しました。減量率の様子から100°Cに達してから2分後に終了する設定としました。
- ・試料量が3g程度なので1mgの変化は0.03%に相当します。水分率0.71%は試料量の21mgであり、わずかな減量量の変化で水分率が大きく変化しそのため繰返し性が良くない結果となっています。
- ・乾燥後の試料は表面が溶けたような状態になり室温では固まっています。

トナーのSLOW-TIMEモードの乾燥曲線を以下に示します。



トナーの乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 使い捨てアルミ皿にトナーを入れ、スプーンで刻むように広げました。



(測定後) 加熱により全体が溶けたようになり常温に戻しますと表面が固まっています。

(9) 口紅の測定例

測定条件 : 100°C / TIME 3min

	MOC63u	
	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	0.666	0.75
2回目	0.768	0.78
3回目	0.923	0.65
平均		0.73
標準偏差		0.07
CV(%)		9.37

- ・ 3回の測定に使用しました試料は同じ1本の口紅から切り出したものです。
- ・ 乾燥温度は100°Cと低いため、減量は水分あるいは低級アルコールによるものと思われます。
- ・ 温度上昇に従って試料が溶けますが、測定終了後室温に戻しますと元の粘性が戻り、最初と変わらない感触がありました。
- ・ 試料量が少ないため減少量1mgの変化で水分率が0.14%変化します。そのため繰り返し性が良好ではありません。

口紅のTIMEモードの乾燥曲線を以下に示します。



口紅の乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 口紅を約3mm厚に輪切りにし、皿の上に載せたアルミ箔の中央付近に置きました。



(測定後) 約1分後に口紅が溶けはじめました。室温に戻しますと粘度と感触は最初とほとんど変わりませんでした。

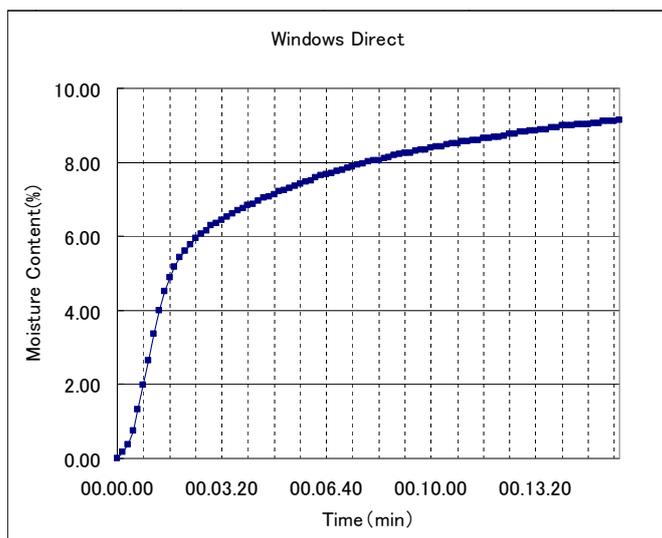
(10) 固形石鹼の測定例

測定条件 : 200°C / TIME 16min

	MOC63u	
	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	2.373	9.14
2回目	2.683	9.21
3回目	2.712	8.92
平均		9.09
標準偏差		0.15
CV(%)		1.66

- ・浴用固形石鹼をナイフで薄く削り、皿の上に広げました。
- ・蒸発による減量はなかなか収束せず、30秒間減量率は10分後約0.1%、15分後約0.04%です。そこで測定プログラムをTIMEとし測定時間を16分と決めました。
- ・測定終了後の試料表面に気泡が発生しており全体的に褐色が掛っています。この褐色は焦げたものか成分が変質したものかは明らかではありません。

固形石鹼のTIMEモードの乾燥曲線を以下に示します。



固形石鹼の乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 固形石鹼をナイフで削り皿の上に広げました。



(測定後) 全体が褐色に変化し、表面に気泡が発生しています。

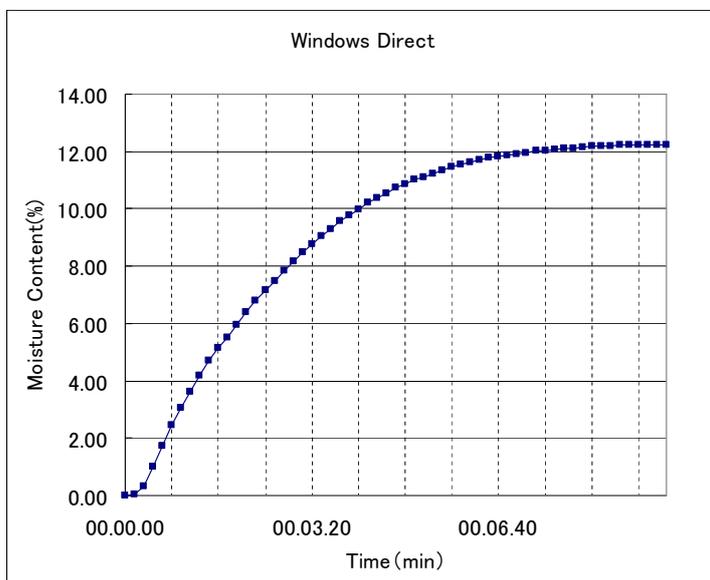
(11) コーンスターチの測定例

測定条件 : 180°C/AUTO 0.02%

MOC63u			
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	9:49	5.133	12.27
2回目	9:14	4.910	12.10
3回目	9:12	5.097	12.14
平均	12.17		
標準偏差	0.09		
CV(%)	0.73		

- ・ コーンスターチを約5g皿に入れ、スプーンの先端で刻むように全体に広げました。
- ・ 乾燥後も外観上は変化が見られません。
- ・ 繰返し性は1%以下で良好です。

コーンスターチのAUTOモードの乾燥曲線を以下に示します。



コーンスターチの乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 試料の粉末を皿に均一に広げました。



(測定後) 外観はほとんど変化していません。

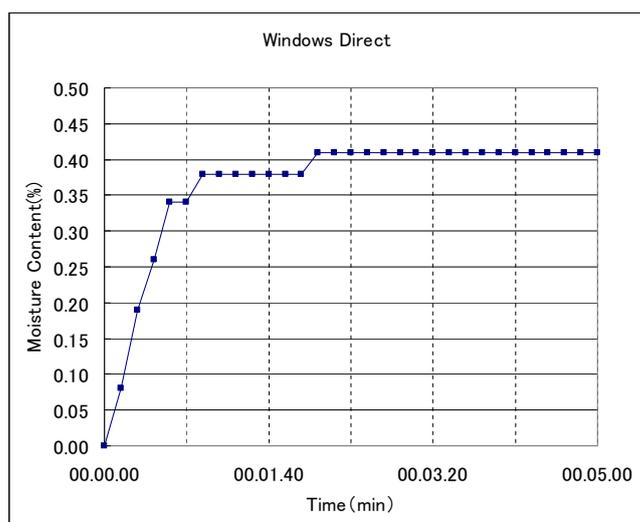
(12) パーム油の測定例

測定条件 : 120°C / TIME 5min

	MOC63u	
	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	2.504	0.40
2回目	2.660	0.41
3回目	2.537	0.43
平均		0.41
標準偏差		0.02
CV(%)		3.70

- ・手作り石鹸の原料としての市販品のパーム油を試料としました。
- ・使い捨てのアルミ皿にグラスファイバーシートを入れ、上からパーム油を滴下しました。
- ・室温で滴下したパーム油は粘度が高く一部盛り上がっていますが、乾燥後は均一に全体に広がっています。
- ・最初10分以上の測定を行い、約5分で水分率が一定となることから測定時間を5分としました。
- ・水分率は大体同じような値となっていますが、水分率が小さいことより繰り返し性は3%を超えています。

パーム油のTIMEモードの乾燥曲線を以下に示します。



パーム油の乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 使い捨てのアルミ皿にグラスファイバーを載せパーム油を滴下しました。



(測定後) パーム油が全体に広がっています。外観はほとんど変化が見られません。

7-3 食品の即定例

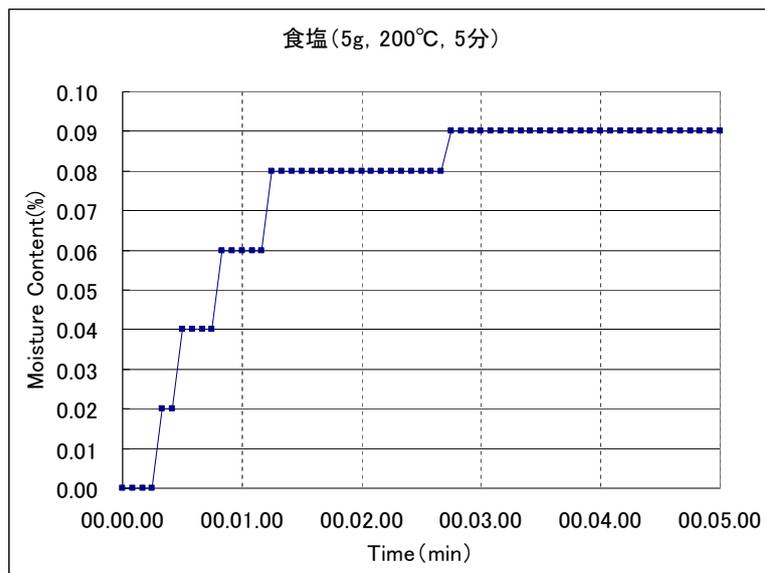
(1) 食塩の測定例

測定条件：200°C/TIME 10分

MOC63u		
	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	5.032	0.08
2回目	5.021	0.09
3回目	5.052	0.08
平均		0.083
標準偏差		0.006
CV(%)		6.93

- ・イオン交換樹脂で製造された食塩で、NaCl以外の不純物がほとんど含まれていません。また開封直後のため吸湿もしていないことにより水分率は非常に小さな値となっています。
- ・水分率の繰り返し性は良好ですが、水分率が小さいためCV値は若干大きな値となっています。
- ・AUTOモードの場合は、停止条件として0.01%を設定しますとほぼ0.08%の水分率になると思われます。

食塩のTIMEモードの乾燥曲線を以下に示します。



食塩の乾燥前の状態と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前)：皿に均一に広げました。



(乾燥後)：ほとんど変化していません。

(2) 牛乳の測定例

測定条件 : 140°C/TIME 10分

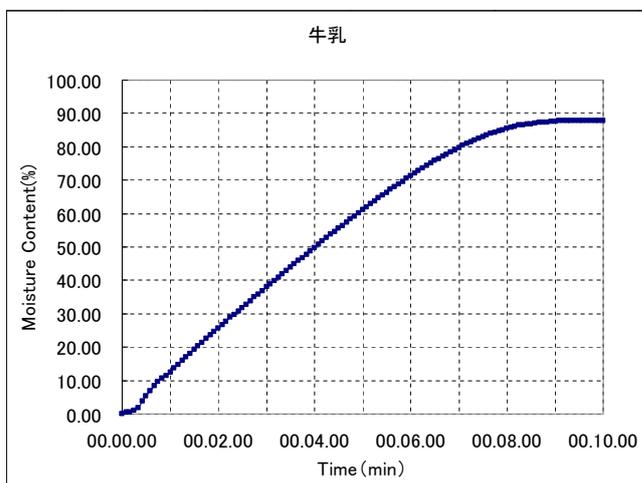
測定条件 : 140°C/AUTO 0.05%

MOC63u		
	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	1.081	87.70
2回目	1.025	87.61
3回目	1.031	87.68
平均		87.66
標準偏差		0.047
CV(%)		0.05

MOC63u			
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	7:10	1.036	87.47
2回目	8:01	1.168	87.52
平均			87.50
標準偏差			0.035
CV(%)			0.04

- ・液体の蒸発を促進するため、液体測定用グラスファイバーシートを使用しました。
- ・測定条件をTIMEモードとAUTOモードの2種類について測定したところ、平均値はほぼ同じ値が得られました。主成分の蒸発温度が比較的高く、それに水分が含まれるような試料ではどちらのモードを採用しても結果は同じような値となります。

牛乳のTIMEモードの乾燥曲線を以下に示します。



《お知らせ》
液体状の試料を測定される場合、測定時間が短く、再現性のよいデータを得るために液体試料測定用グラスファイバーシート(オプション)のご使用をお勧めします。

牛乳の乾燥前の状態と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 液体測定用グラスファイバーシートに牛乳1gを滴下しました。



(測定後) 牛乳の水分が蒸発し、残った脂肪分がわずかに黄色く変色しています。

(3) グラニュー糖(しょ糖)の測定例

測定条件 : 160°C/TIME 5分

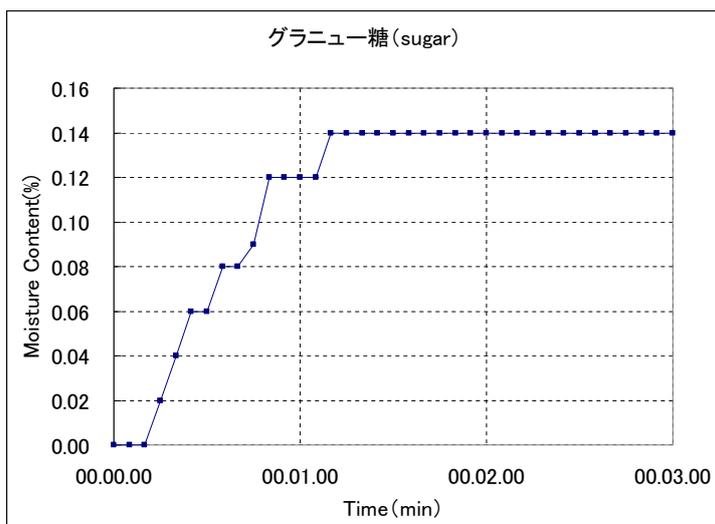
測定条件 : 160°C/AUTO 0.05%

MOC63u		
	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	5.003	0.14
2回目	5.007	0.12
3回目	5.043	0.14
平均		0.13
標準偏差		0.012
CV(%)		8.66

MOC63u			
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	1:04	5.002	0.12
2回目	0:59	5.002	0.09
平均			0.11
標準偏差			0.021
CV(%)			20.20

- ・市販品のスティックシュガーを測定しました。
- ・AUTOモードでは1分前後で終了していますが、TIMEモードの測定では5分間乾燥させました。そのためTIMEモードでは長く乾燥させた為乾燥が進んで水分率が大きくなっています。
- ・AUTOモードでより厳密に水分率を求めたい場合は、停止条件を0.02%や0.01%に設定します。ただし測定終了時間が長くなります。
- ・AUTOモードの測定終了条件は0.05%ですが、水分率が非常に小さいため蒸発量がわずかに停滞しただけで終了となってしまいます。このような試料では測定終了条件を0.01~0.02%に設定するか、TIMEモードでの測定を行うと精度が高い水分率が得られます。

グラニュー糖のTIMEモードの乾燥曲線を以下に示します(3分までの途中経過)。



《注意》
乾燥温度を高くしますと下の写真のようにグラニュー糖がキャラメル状に変化(溶解)して正確な測定ができません。



グラニュー糖の乾燥前の状態と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 試料を皿に均一に広げました。



(測定後) 変色はありませんが、表面が若干固化しています。

(4) マヨネーズの測定例

測定条件 : 160°C / TIME 10分

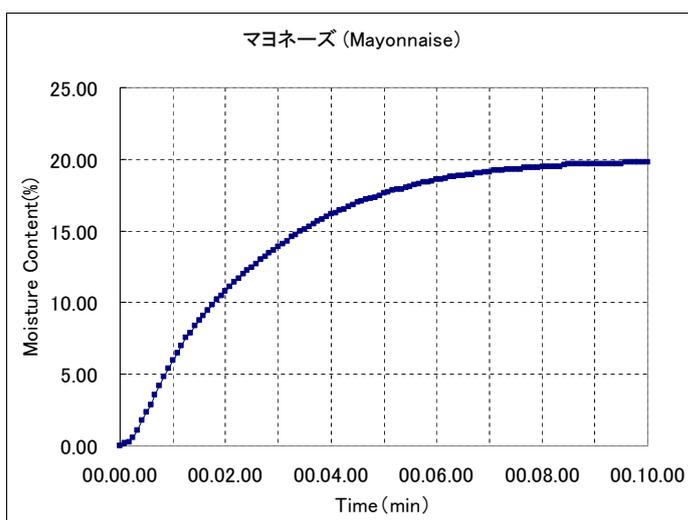
MOC63u		
	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	1.078	20.52
2回目	0.964	20.71
3回目	1.097	20.60
平均	20.61	
標準偏差	0.095	
CV(%)	0.46	

測定条件 : 160°C / AUTO 0.05%

MOC63u			
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	6:38	0.952	20.38
2回目	6:21	1.319	20.42
平均	20.40		
標準偏差	0.028		
CV(%)	0.14		

- ・ 試料を液体用グラスファイバーに1 g取り、ヘラでグラスファイバーの表面に広げます。
- ・ 皿を皿受けから取り出し、グラスファイバーを手にとって扱いますが、このときグラスファイバーを皿へ戻すのに手間取りますと風袋引きの設定に戻りますので、手際よく扱うようにしてください(2分以内)。
- ・ TIMEモードとAUTOモードの差はあまり見られません。AUTOモードの終了条件を0.01%~0.02%にしますとTIMEモードの水分率により近づくと思われます。

マヨネーズのTIMEモードの乾燥曲線を以下に示します。



《お知らせ》
 ペースト状の試料を測定される場合、測定時間が短く、再現性のよいデータを得るために液体試料測定用グラスファイバーシート(オプション)のご使用をお勧めします。

マヨネーズの乾燥前の状態と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 液体用グラスファイバーに試料をとり、ヘラで均一に広げました。



(測定後) 水分・油脂分が蒸発し、多少変色していますが、データとしては問題ありません。

(5) インスタントコーヒーの測定例

測定条件 : 120°C / TIME 10分

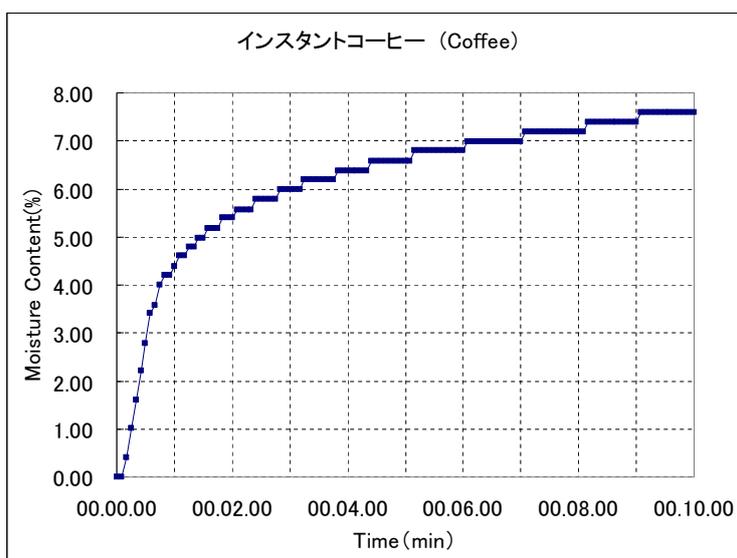
測定条件 : 120°C / AUTO 0.05%

MOC63u		
	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	0.994	7.33
2回目	1.079	7.50
3回目	0.980	7.45
平均		7.43
標準偏差		0.087
CV(%)		1.18

MOC63u			
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	7:42	1.033	6.97
2回目	7:06	0.749	7.06
平均			7.02
標準偏差			0.064
CV(%)			0.91

- ・市販の粉状のインスタントコーヒーの測定を行いました。試料約1gを皿に取り、皿に振動を加えて皿全体に拡げました。
- ・TIMEモードもAUTOモードも水分率の差はあまり見られません。乾燥時間を短縮するために乾燥温度を高温に設定しますと、ハロゲンランプの輻射熱が大きくなり表面が焦げる場合がありますので、色のついた試料や分解しやすい試料ではできるだけ乾燥温度を低く設定するのが良いでしょう。

インスタントコーヒーのTIMEモードでの乾燥曲線を以下に示します。



《注意》
色の濃い試料の場合、乾燥温度を高く設定(200°C)しますと下の写真のように試料の炭化(分解)が進んで水分率の正確な測定ができません。



インスタントコーヒーの乾燥前の状態と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 試料を皿に均一に広げました。



(測定後) ほとんど変色していません。

(6) コーヒー豆 (生豆・焙煎後) の測定例

測定条件 : 140°C/AUTO 0.05%

測定条件 : 140°C/AUTO 0.05%

試料 : コーヒー豆(生豆。焙煎前)

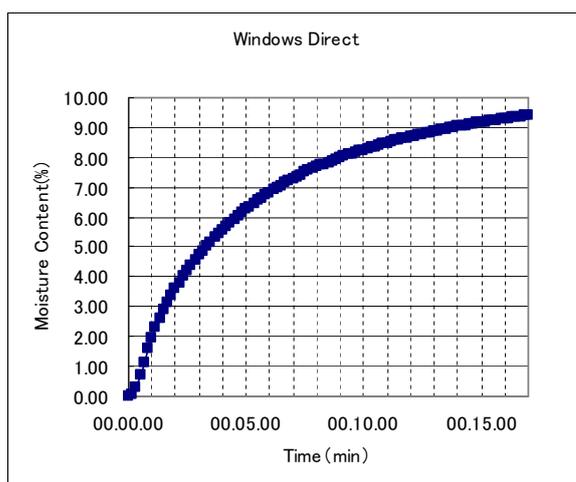
試料 : コーヒー豆(焙煎後)

MOC63u			
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	17:00	5.162	9.40
2回目	16:34	5.140	9.42
3回目	17:35	5.021	9.14
平均			9.32
標準偏差			0.156
CV(%)			1.68

MOC63u			
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	5:57	3.028	2.58
2回目	7:10	3.020	2.68
3回目	8:10	3.057	2.78
平均			2.68
標準偏差			0.100
CV(%)			3.73

- ・焙煎前(生豆)のコーヒー豆は水分を含んで粘りがありミルで砕くのは少々手間がかかりました。直径2~3mmの塊が一部見られますが、それらを含んだ状態で皿に広げました。焙煎後のコーヒー豆は通常の細かさに砕き、粒の大きさは揃っています。
- ・焙煎前コーヒー豆は塊がありますので乾燥が進まず、乾燥時間が17分程度かかっています。
- ・焙煎後のコーヒー豆は粒が細かいので乾燥時間が短くなっています。ただし水分率が焙煎前に比べて約4分の1なので繰返し性は若干大きくなっています。

焙煎前コーヒー豆のAUTOモードの乾燥曲線を以下に示します。



焙煎前コーヒー豆の乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 試料を皿に均一に広げました。一部生豆の塊が存在します。



(測定後) 一部表面が茶色くなって焦げていますが、水分率の繰返し性は良好です。

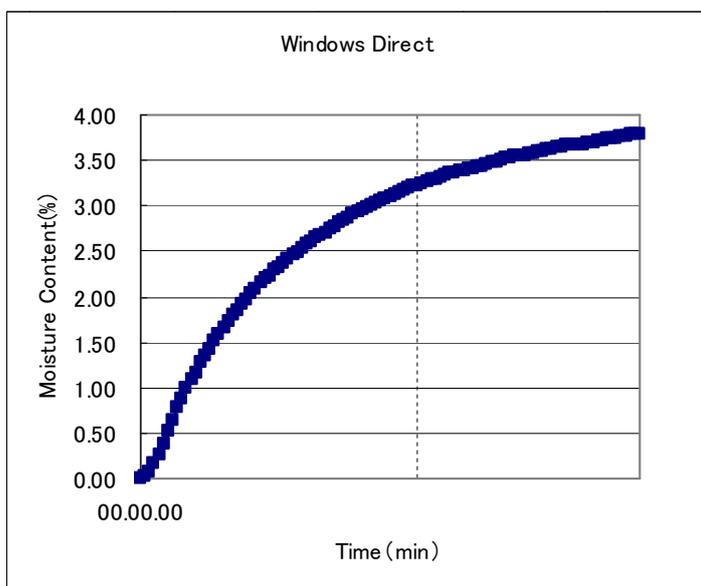
(7) お茶の測定例

測定条件 : 120°C/AUTO 0.05%

MOC63u			
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	9:15	5.056	3.76
2回目	9:00	5.099	3.75
3回目	9:00	5.022	3.78
平均	3.76		
標準偏差	0.015		
CV(%)	0.41		

- ・煎茶の茶葉を5g取り、皿に均一に広げました。
- ・乾燥温度は120°Cとかなり低い温度のため、乾燥後でも外観はほとんど変わりません。
- ・停止条件は0.05%ですが、これをもっと小さくすると水分率は若干あがり測定時間は長くなります。TIMEモードで10分間の測定でも同じ水分率となることが予想されます。

茶葉のAUTOモードの乾燥曲線を以下に示します。



茶葉の乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 煎茶の茶葉を皿に均一に広げました。



(測定後) 全体に鮮やかな緑色がくすんでいますが外観はほとんど変化が見られません。

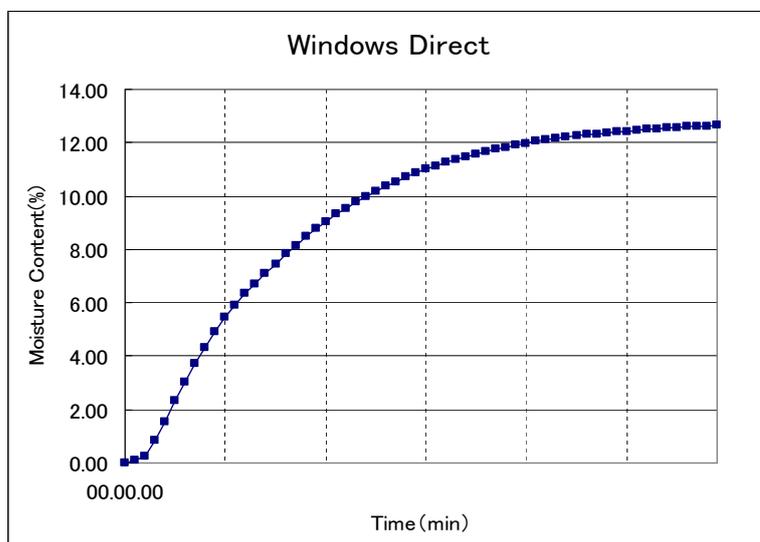
(8) 押し麦の測定例

測定条件 : 200°C/AUTO 0.05%

	MOC63u		
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	9:50	5.758	12.64
2回目	10:27	5.748	12.67
3回目	9:58	5.710	12.64
平均			12.65
標準偏差			0.017
CV(%)			0.14

- ・ 麦を押しつぶした市販品の押し麦を測定しました。
- ・ 乾燥後は一部黄色に変色した部分が見られますが、これは焦げではなく添加物の変色したと思われます。
- ・ 水分以外の高沸点成分が少ないため繰り返し性は良好です。

押し麦のAUTOモードの乾燥曲線を以下に示します。



押し麦の乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 押し麦を皿に均一に広げました。



(測定後) ところどころ黄色く変色している部分が見られますが、焦げではないようです。

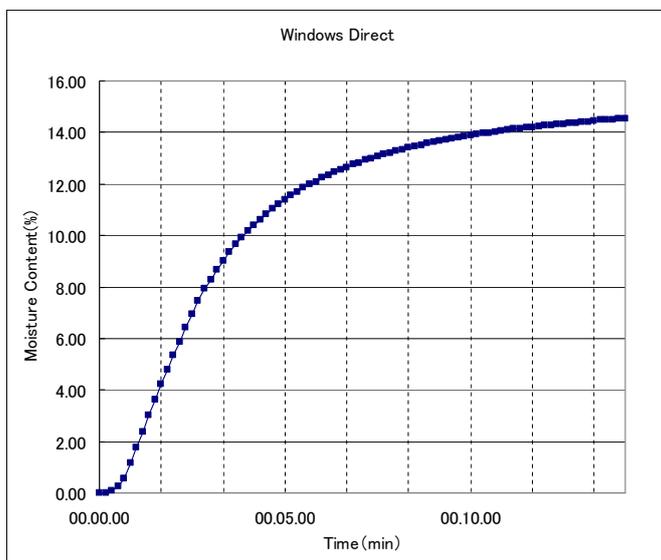
(9) 白米の測定例

測定条件 : 200°C/AUTO 0.05%

	MOC63u		
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	14:19	5.938	14.55
2回目	13:40	5.942	14.47
3回目	13:45	5.979	14.43
平均			14.48
標準偏差			0.061
CV(%)			0.42

- ・ 精米したコシヒカリを試料とし、粉碎することなく粒状のまま測定しました。
- ・ むかの付着がほとんど無いため減量は水分のみの蒸発によるものと考えられます。水分以外の揮発成分が少ないため良好な繰返し性が得られました。
- ・ 乾燥後は全体に黄色く変色しています。表面が焦げたとも考えられます。

白米のAUTOモードの乾燥曲線を以下に示します。



白米の乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 白米を皿に均一に広げました。



(測定後) 全体に黄色く変色しています。

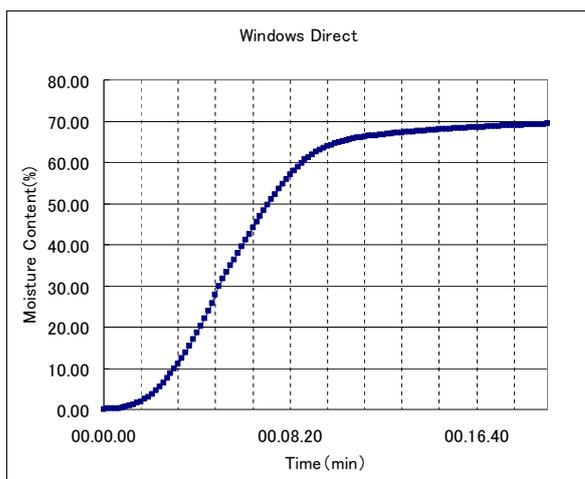
(10) トマトケチャップの測定例

測定条件 : 140°C/AUTO 0.1%

	MOC63u		
	測定時間	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	19:50	2.544	69.32
2回目	19:30	2.450	69.36
3回目	20:00	2.619	69.53
平均			69.40
標準偏差			0.11
CV(%)			0.16

- ・皿にグラスファイバーシートを載せ、シートに所定量のトマトケチャップを垂らします。その後シートを取り出し、ヘラでシート全体に拡げました。
- ・停止条件を30秒間減量率0.05%と設定しますと測定時間は約30分となり、水分率は約71%です。そこで停止条件を0.1%として約20分程度で測定終了するように設定しました。
- ・停止条件を0.1%の半分の0.05%にしても水分率はあまり変わりませんでした。
- ・この試料の場合AUTOの停止条件やTIMEの終了時間によって水分率は若干異なりますので測定条件を明確にして水分率を示す必要があります。

トマトケチャップのAUTOモードの乾燥曲線を以下に示します。



トマトケチャップの乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) トマトケチャップをグラスファイバーシートに垂らし、ヘラで拡げました。



(測定後) 液体がシート全体に広がっており乾燥によって色が濃くなっています。

(11) 氷菓子の測定例

測定条件 : 140°C/TIME 12min

	MOC63u	
	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	2.544	84.47
2回目	2.450	84.73
3回目	2.619	84.38
平均		84.53
標準偏差		0.18
CV(%)		0.22

- ・ 試料は筒状のポリエチレン容器に入ったレモン味の氷菓子です。
- ・ 皿にグラスファイバーシートを載せシートの上から常温にした液体を滴下しました。
- ・ 最初TIMEで30分の水分率の変化を測定しました。その結果8分経過後あたりから急速に水分率が収束するため測定時間を12分と設定しました。AUTOで停止条件を0.05%としても約11分程度で終了すると思われます。
- ・ 残留物は簡単に水に解けることより水溶性の甘味料と色素と考えられます。蒸発した成分は水のみと思われますので繰り返し性は良好です。

氷菓子のTIMEモードの乾燥曲線を以下に示します。



氷菓子の乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) 皿にグラスファイバーシートを載せ常温の液をシートに所定量垂らしました。



(測定後) レモン系の氷菓子なので乾燥しますと色素が残るため全体に黄色くなっています。

(12) ドライマンゴーの測定例

測定条件 : 120°C/TIME 30min

	MOC63u	
	試料質量(g)	水分率(%)
1回目	3.301	8.79
2回目	3.748	9.04
3回目	4.474	8.38
平均		8.74
標準偏差		0.33
CV(%)		3.81

- ・厚み約2mmのドライマンゴーを2～3mm角にナイフで切り、皿の上に並べました。
- ・温度を上げると試料が焦げるため乾燥温度は120°Cと低めの温度に設定しました。
- ・ドライマンゴーは乾燥が進むと表面が硬くなり内部の蒸発が抑えられます。そのため水分率の増加がいつまでもだらだらと続く結果となりました。
- ・データの途中経過から30秒間の減量率が0.05%以下となる時間と減量率を算出したところ三つの平均で乾燥時間：約29分、水分率：8.62%となり同じような結果となりました。
- ・120°Cで12時間の測定を行ったところ23.88%となり12時間後でも減量が進行中です。

ドライマンゴーのAUTOモードの乾燥曲線を以下に示します。



12時間測定後の試料を室温に戻した状態を以下に示します。糖分が炭化したように見えますが、黒くなった理由の詳細は明らかではありません。



ドライマンゴーの乾燥前と乾燥後の状態を以下に示します。



(測定前) ドライマンゴーをナイフで細かく切り皿に並べました。



(測定後) 表面が硬くなっていますが、内部はまだ軟らかさが残っています。表面が乾燥したことにより少し茶色くなっています。

7-3 測定データ一覧

前述した測定例を含め、MOC 63uにて測定したサンプルの測定データを下記の表に一覧にし
てまとめました。お客様が水分率測定を行おうとする際の測定条件の決定の参考にしてください。

サンプル名	試料量	測定モード		設定温度 (°C)	測定時間 (分)	水分率 (%)	CV値 (%)
ドッグフード	1 g	AUTO	0.05%	160	5:48	6.45	3.17
食塩	5 g	TIME	10分	200	10:00	0.08	6.93
インスタントコーヒー	1 g	TIME	10分	120	10:00	7.43	1.18
コーヒー豆 (生)	5 g	AUTO	0.05%	140	17:30	9.32	1.68
コーヒー豆 (焙煎)	3 g	AUTO	0.05%	140	7:06	2.68	3.73
お茶	5 g	AUTO	0.05%	120	9:05	3.76	0.41
コーンスターチ	5 g	AUTO	0.02%	180	9:25	12.17	0.73
ショ糖(グラニュー糖)	5 g	AUTO	0.05%	160	1:02	0.13	0.01
白米	6 g	AUTO	0.05%	200	13:55	14.48	0.42
マヨネーズ	1 g	TIME	10分	160	10:00	20.61	0.46
オレンジジュース	1 g	AUTO	0.05%	140	10:09	88.89	0.09
牛乳	1 g	AUTO	0.05%	140	7:30	87.36	0.04
チョコレート	3 g	AUTO	0.01%	140	6:18	2.36	1.49
押し麦	6 g	AUTO	0.05%	200	10:05	12.65	0.14
トマトケチャップ	2.5 g	AUTO	0.1%	140	19:47	69.40	0.16
氷菓子	2.5 g	TIME	12分	140	12:00	84.53	0.22
ドライマンゴー	5 g	AUTO	0.05%	120	28:27	6.62	12.10
パーム油	2.5 g	TIME	5分	120	5:00	0.41	3.70
ハンドソープ	1 g	AUTO	0.05%	200	21:36	88.89	0.39
口紅	1 g	TIME	3分	100	3:00	0.73	9.37
樹脂(PMMAペレット)	10 g	TIME	25分	100	25:00	0.13	4.56
コピー用紙	1 g	AUTO	0.05%	200	1:50	7.84	0.71
トナー	3 g	SLOW- TIME	2分	100	7分	0.71	7.72
酒石酸ナトリウム二水和物	5 g	TIME	15分	160	15:00	15.80	0.04
洗剤 (粉)	5 g	AUTO	0.05%	160	13:08	9.79	1.59
固形石鹼	3 g	TIME	16分	200	16:00	9.09	1.66
水性塗料	1 g	AUTO	0.05%	200	9:27	52.39	0.75
汚泥ケーキ	2 g	AUTO	0.05%	200	21:31	81.55	0.40
培養土	5 g	AUTO	0.05%	120	15:30	33.40	2.16
おがくず	4 g	AUTO	0.05%	160	8:27	34.38	0.91

注1) 測定時間、水分率、CV値 (%) は、3回のデータを集計したものです。

注2) CV値 (%) は標準偏差を平均値で割り、それに100を掛けて%表示にしたものです。

8. 水分率がばらつく原因と対策

8-1 低沸点揮発分が多い試料

溶剤や低沸点物質を含む試料の場合は、前処理の間に蒸発が進んでしまうことがあります。例えば試料を砕いている間や、乾燥室の温度が十分冷えきっていない場合、あるいは試料設置前の乾燥室温度がばらついていた場合には、加熱開始までに溶剤や低沸点物質の蒸発進んでしまい、水分率がばらつく結果になることがあります。その対策としては、試料を皿に載せる前に行う前処理をすばやく行う、前処理の手順や時間を同じようにする、測定開始前の乾燥室温度を同じにするなどの対策が必要になります。

8-2 高沸点成分を多く含む試料

高沸点物質が多く含まれる試料の場合、加熱温度が200℃であっても蒸発がゆっくり進むためなかなか測定が終了しないことがあります。このような場合は十分時間をかけて水分率の変化が十分小さくなるまで長時間乾燥を続けるしかありません。しかし高温を長時間継続しますと試料が焦げて分解がすすんでしまうこともあるので注意が必要です。長時間の加熱が無理ならば加熱温度を低めに設定し主に低沸点物質の水分率の測定に限定しなければならぬ場合も考えられますが、試料によっては困難なこともありうまく測定する試料は限定されます。

8-3 粘度が高い試料

チューブから搾り出すような試料や非常に粘度が高い試料ではお皿に均一に試料を広げます。手順としては、①使い捨てアルミ皿をMOC63uにセットする、②はかりとる分の試料量を入れる、③皿を取り出し、ヘラで均一にのばし、④試料をのばしたアルミ皿をMOC63uに再セットする。このときヘラに試料が残りますので最初試料をはかりとるとき若干多めにとることが必要です。はかりとる試料量は概ね揃えたほうが水分率の結果の繰返し性は向上しますが、試料量のばらつきの範囲が20%程度以内であれば、水分率の結果に影響を与えることはあまりありません。

8-4 色がついている試料

味噌やケチャップ、練り歯磨きのように試料に色が付いている場合はランプからの輻射熱を直接吸収することにより試料表面温度が上がりすぎて試料が焦げることがあります。このような場合はゆっくり温度を上昇させる（緩速乾燥モード）か、低い温度から高い温度まで階段状に温度上昇させる（ステップ乾燥モード）方法を取れば、焦げを防ぐことができます。

以上