

The image features three A&D moisture analyzers. In the background, a model with a lid is shown. In the foreground, a model with its lid open is shown, containing a yellow powder in a weighing pan. The analyzers have digital displays and control buttons. The text 'MS-70/MX-50/' is overlaid on the top left, 'MF-50/ML-50' on the top right, 'Moisture Analyzer' and '加熱乾燥式 水分計シリーズ' in the center, 'Q&A' and 'Users' Handbook' in the lower center, and 'Version 2.30M' and '1, Sep, 2004' at the bottom center. The company name 'A&D Company ,Limited / Marketing div.' is at the very bottom.

MS-70/MX-50/

MF-50/ML-50

Moisture Analyzer
加熱乾燥式 水分計シリーズ

Q&A

Users' Handbook

Version 2.30M

1, Sep, 2004

A&D Company ,Limited / Marketing div.

目次

基礎編

| | |
|---------------------|---|
| A. 測定について | 2 |
| 1.水分について | 2 |
| 2.測定方式について | 2 |
| 3.精度(再現性)について | 4 |
| 4.試料について | 5 |
| B. 校正について | 7 |
| C. その他 | 7 |

製品編(MS-70/MX-50/MF-50/ML-50)

| | |
|-------------------|---|
| A. 加熱方式について | 8 |
| B. 測定について | 9 |

応用編

| | |
|---|----|
| A. 測定事例について | 11 |
| 1.測定法について | 11 |
| 2.測定事例レポート | 12 |
| 3.代表的な測定結果(表) | 13 |
| B. データ解析について | 20 |
| 1.Windows データ通信ソフトウェア WinCT-Moisture について | 20 |
| 2.Rs-Fig による表示例 | 21 |
| 3.Rs-Temp による加熱温度の自動判定 | 25 |

メンテナンス編

| | |
|----------------------|----|
| A. ハロゲンランプについて | 29 |
| B. 清掃について | 29 |

基礎編

A. 測定について

1. 水分について

1. 水分とは

水分(水分率)は、固体、液体、気体などの物質がもっている含水質量の百分率で通常は表されます。気体試料や一部の液体試料の場合には、試料容量に対する含水質量の百分率で表されることもあります。また、気体の場合は、湿度あるいは湿分とも呼ばれることがあります。

水分はその存在状態によりさまざまな分類があり、名称も一義的ではありません。そのため測定値の評価、取り扱いにも注意が必要となります。

物質(試料)表面に機械的に付着している水分は付着水分あるいは自由水分、湿分などと呼ばれます。また、一定の条件(圧力とか温度、体積、...など)のもとにおいて、物質に吸着されている水分は、吸着水分とか平衡水分などと呼ばれます。また、物質自体(分子内)に化学的な結合力によって結合している水を結晶水とか水和水と呼び、その水分を結合水分とか化合水分と呼びます。

(参考)

水分計を用いた水分測定において、理論的に既知の水分をもつ試験的試料として代表的なものに酒石酸ナトリウム二水和物があります。これは、名前の由来からも分かるように、ワインなどのお酒の製造、保存過程で二次的に生成される物質で、われわれの生活に古くからなじみ深い物質です。

酒石酸ナトリウム二水和物は上記の分類では水和水を結晶内にもつ水和物で、酒石酸ナトリウム(分子式 $\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ 、示性式 $[\text{-CH(OH)COONa}]_2$ /分子量 194.0517) に 2 個の水分子 ($2\text{H}_2\text{O}$ 、分子量 36.03056) が化学結合して酒石酸ナトリウム二水和物(分子式 $\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 、示性式 $[\text{H}_2\text{O} \cdot \text{CH(OH)COONa}]_2$ /分子量 230.0823) となります。酒石酸ナトリウム二水和物は熱的エネルギーなどが分子内に加わることにより、分子内にもつ 2 個の水分子を切り離して、酒石酸ナトリウム(無水物)に変化します。

酒石酸ナトリウム二水和物は 150℃ で無水塩になります。常温では分子内の結晶水 ($2\text{H}_2\text{O}$) を分離することはなく安定した水和物として存在します。また、200℃ 以上になると、分子内で結晶水以外の結合を切り離し始めます。したがって、加熱乾燥式水分計を

用いた水分率測定において、酒石酸ナトリウム二水和物を試料として測定する場合、結晶水を選択的に蒸発させるための加熱温度として、理論的には 150℃ 以上 200℃ 未満が適していると考えられます。

また、酒石酸ナトリウム二水和物の水分率(含水率)は、上記のように酒石酸ナトリウム二水和物の分子量とその分子内(結晶内)に結合されている 2 個の水分子の分子量の比、すなわち $(36.03056/230.0823) \times 100 = 15.66\%$ と理論的に求めることができます。

2. 測定方式について

1. 水分測定装置(水分計)の測定方式

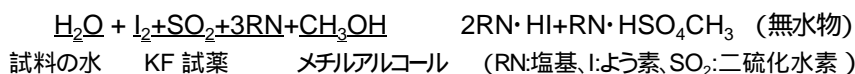
水分の測定方法には、乾燥法、カールフィッシャー法、誘電率法、赤外線吸収法、中性子水分計、水晶発振式などがあります。これらの測定方法のうち主として乾燥法、カールフィッシャー法が広く用いられており、多くの実験研究施設で使われています。また、赤外線吸収法や誘電率法は主にプロセス用に使われています。

乾燥法は固体(粉碎物)または液体試料を水の蒸散温度以上に加熱して一定時間保ち、試料から水を蒸発、乾燥させ、加熱乾燥前後の試料質量の減少量を水分として求める方法です。試料は加熱されると最初は質量の減少量は小さいが、次第に大きくなり、最後は一定値に近づきます。試料によっては、加熱乾燥温度が高すぎると試料自体が熱分解され、気化する場合があります。質量の減少量がすべて水とは限らない可能性があります。しかし、試料粒子の大きさ、加熱条件(温度設定、時間など)を最適(至適)に規定することにより、多くの場合はカールフィッシャー法などほかの方法で得られる結果とほぼ等しい水分率を得ることができます。

何よりも乾燥法の利便性、特徴は、ほかの測定法に比べ、測定原理、操作が明確、簡単であり、装置も小さく、設備管理、ランニングコスト、装置(機器)の価格が安いことで、非常に広いローザ、用途(試料)に適用されています。測定範囲は 0.01%、0.1%から 100%までの水分も容易に測定することができます。

装置(加熱乾燥式水分計)は加熱源にハロゲンランプや赤外線ランプ、シーズヒータ、高周波誘導加熱方式などを用い、電子天秤に載せた試料を加熱して、試料の質量変化を天びんで測定します。しかし百数十度まで熱せられるので、電子天びんの質量センサへの断熱技術、温度ドリフトなどの影響を除外する高度な設計技術が必要となります。

カールフィッシャー法は、よう素、二硫化水素、ピリジンなどを含むカールフィッシャー試薬 (KF 試薬) が、メチルアルコールの存在下で水と特異的 (選択的) に反応することを利用して物質中の水分を電気化学的に滴定、定量する方法です。



カールフィッシャー法の測定原理は前記のような化学反応にもとづきます。

つまり、試料中の水に KF 試薬を滴定することにより、水と特異的 (水はけを選択的) に化学反応し、無水物を形成します。完全に水と反応した終点を電気(電流)的に検出して、終点まで必要とした KF 試薬量から試料の水分を求めます。

カールフィッシャー法は滴定の方法により、さらに容量法と電量滴定法とに分けられます。

しかし、カールフィッシャー法は化学試薬 (KF 試薬) を用いるため、この試薬は試薬内部で自然に反応が進むのと、保存や使用中に大気中の水分 (湿度) が混入、反応してしまうので、経時的にファクタ (水当量) が徐々に低下して、試薬が劣化します。測定前にはファクタを事前にチェックして既知にしたり、保存に際しては KF 試薬の管理が非常に重要な作業となります。

このように、カールフィッシャー法は乾燥法に比べ、試薬管理や測定前の事前チェックが必要となり、この先の実際の測定操作を含めて煩雑で高価な装置となりますが、気体の水分や ppm 単位の非常に小さい水分率を求めるためには適当な測定法と言えます。

赤外線吸収法は、特定波長の赤外線が、水分によって吸収されることを利用した水分計です。この測定方式は測定対象物の表面の凹凸や測定距離の変動などの外乱による影響を除去するために、水に吸収される波長とその両側の吸収されない波長の 3 種の波長の光を当てて反射光のエネルギー比を求めます。粉体、粒体の水分を安定に連続測定できます。

中性子水分計は中性子を減速させる機能が物質それぞれに特有なものであり、水素の減速量が桁違いに大きい値を示す特異性を利用して試料中の水分を測定します。速中性子線は試料中の水分により減速されて熱中性子となりますが、この熱中性子の数を測定して水分を求めます。非接触、非破壊的にかつオンラインで連続的に測定が可能で、代表的な測定例としては焼結原料の水分測定が挙げられます。

水晶発振式水分計は水晶発振子上に電極を設け、その上に水分に感応する機能性薄膜が形成された構造で、この薄膜に吸着した水分により水晶発振子の周波数が変化します。この発振周波数を計測して水分を求めます。この方法はガス中の微量水分 (ppm 単位) を精度よく測定する場合などに用いられることがあります。

| No. | Question | Answer |
|-----|---------------------------|---|
| 1 | カールフィッシャー方式の水分計との違いは何ですか？ | <p>1. カールフィッシャー法はよう素などを含む試薬(KF 試薬)を用いて、定量的に滴定を行なう電気化学的な測定法ですが、エ・アンド・デイ水分計MS、MX、MF、MLは試料の乾燥前後の質量比を測定する加熱乾燥方式です。</p> <p>2. カールフィッシャー法では水分率の測定範囲が数 ppm から 100%H_2Oまで測定できますが、測定操作が煩雑、高価であるのに比較して、加熱乾燥方式の水分計は手軽、簡便、そして短い時間で水分率を測定することができ、機器も安価です。</p> <p>3. 0.01%分解能以下の水分率測定の場合は、カールフィッシャー方式よりはむしろ加熱乾燥方式の水分計を用いた方が、簡便にまた正確に測定することができます。またランニングコストも低減することができます。加熱乾燥方式でも、加熱条件を至適に設定することで、カールフィッシャー法で得られた水分率と有意差なく測定される場合が多く、むしろ加熱乾燥方式水分計MS、MX、MF、MLの方が、再現性(精度)よく測定される場合があります。</p> |

3. 精度(再現性)について

| No. | Question | Answer |
|-----|------------------------|---|
| 1 | 測定精度 0.02% とはと言う意味ですか？ | 同一の試料を同一条件で繰り返し水分測定した時の水分値のばらつきです。つまり、繰り返し測定した場合の測定値の再現性で、統計学的には標準偏差と同じ数値となります。 |

4. 試料について

基礎編/ A.測定/ 4.試料

| No. | Question | Answer |
|-----|---|---|
| 1 | テスト試料(試薬)の酒石酸ナトリウムとはどんなものですか？ またどんな場合に必要なのですか？ | 正確には、酒石酸ナトリウム二水和物 ($\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 分子量 230.082) が水分測定のテスト試料として使われます。これは酒石酸ナトリウム ($\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$) に結晶水として水分子 2 個 ($2\text{H}_2\text{O}$ 分子量 36.031) を化学結合したもので、熱エネルギーが加わることで、二水和物が 2 個の水分子を切り離し酒石酸ナトリウムになります。酒石酸ナトリウム二水和物と結合している 2 個の水分子の分子量の比が酒石酸ナトリウム二水和物の水分率(含水率)で、すなわち $36.031/230.082 = 0.1566(15.66\%)$ となります。このように、理論的に計算される既知の水分量の試料を使うことにより、水分計の性能を確認することができます。水分計をご使用になっていて水分値に疑問がある場合など、酒石酸ナトリウム二水和物を用いることにより水分計の性能を確認することができます。また、テスト試料の酒石酸ナトリウム二水和物はエ・アンド・デイ水分計 MS、MX、MF に標準で付属されており、別売品として AX-MX-33(30g×12 個、定価¥6,000)としても用意しております。 |
| 2 | 酒石酸ナトリウムで測定したが、15.66%の水分率がでないのですが、なぜなのでしょう？ | 1. 結晶水として内部に結合している水分率は理論的には 15.66%ですが、実際には保存、測定の雰囲気(大気)には相対湿度で 10%RH ~ 90%RH の水分が含まれており、これがテスト試料の酒石酸ナトリウム(二水和物)の粒子表面に機械的に付着しており、質量比で最大 0.09%の水分が吸着する可能性があります。 その他に、試料皿に付着している水分や不純物(二次物質)、機器の持つ測定誤差など複合的な誤差要因が加わり、理論値の 15.66%には厳密にはなりません。通常の測定では 15.0 ~ 16.0%の範囲の水分率が得られます。 2. 測定値のずれが大きい場合は、加熱温度が低い事が考えられます。 酒石酸ナトリウム(二水和物)を試料として用いる場合、エ・アンド・デイ水分計 MS、MX、MF、ML では標準モードにおいて精度を『MID』、試料皿温度を 160 に設定して、8 分間の予備加熱後、同様に 160 の設定温度にて約 5g の酒石酸ナトリウム(二水和物)を試料皿に均一にほぼ平らになるように載せて測定を行なって下さい。 |
| 3 | 酒石酸ナトリウムは安全なものですか？ また、廃棄する場合、特別な処理が必要ですか？ | 1. 人にも動物にも無害で安全にお取り扱いいただけます。 酒石酸ナトリウム、酒石酸ナトリウム二水和物ともに調味料の添加物として使用されることがあり、仮に口に入るような事があっても、通常の使用量では有害になることはありません。(急性毒性 218g/50kg (ラット経口 LD ₅₀)) ただ、目や鼻などの粘膜や皮膚に付着すると刺激することがありますので、その場合は、すみやかに水で洗い流してください。 2. 廃棄する場合も、一般の可燃物(燃えるゴミ)として廃棄してください。 特別な処理の必要はありません。 |
| 4 | 酒石酸ナトリウムは繰り返し使用できるのですか？ (再利用できますか？) | 一度、水分測定した酒石酸ナトリウム(二水和物)は繰り返しテスト試料として使用することはできません。加熱乾燥して結晶(分子)から分解した水は、通常は再度結合して水和物にはなりません。 |

| No. | Question | Answer | | | | | | | | |
|-------|---------------------------------------|--|-------|---------|------|--------|------|-------|----|-------|
| 5 | 測定試料は何でもいいのですか？ | 1. 爆発や発火の恐れがある試料の加熱および加熱により有害な物質が発生する試料の測定は危険ですので測定をしないでください。 2. 試料の表面が先に乾燥し表皮を形成し、試料内部の圧力が高くなる場合、破裂する可能性があり、危険ですので測定をしないでください。 3. 不明な物質、特性(物性)の不明なものも、上記 1、2 の危険性がありますので、測定をしないでください。 | | | | | | | | |
| 6 | 試料は最低(最小)何グラムから測定できますか？ | MS、MX、MF、ML では最小 0.1g 以上あれば測定できます。 表示部の試料マークが点灯して測定可能であることを確認して下さい。 高価な試料や廃棄に有毒な試料などは、0.1g 以上の質量から測定できます。 | | | | | | | | |
| 7 | 試料は最大何グラムまで測定できるのですか？ | MS では、最大 71g まで測定できます。また、MX、MF、ML では最大 51g まで測定できます。 表示部の試料マークが点灯して測定可能であることを確認して下さい。表示部に“E”のエラーメッセージが表示された場合、試料質量が 51g (MS では 71g) を超えていますので試料を減らして下さい。 | | | | | | | | |
| 8 | 試料の量は多いほど精度よく正確に測定できるのですか？ | いいえ、それは誤りです。 エ・アンド・デイ水分計 MS、MX、MF、ML では質量センサに分析天びんに用いられる SHS を搭載していますので、少量の試料でも精度よく水分率を測定することができます。かえって過剰量の試料は、内部まで均一に加熱されず、完全に水分が気化しなかったり、測定時間が長くなったりして、精度(再現性)よく測定できない場合があります。 | | | | | | | | |
| 9 | プラスチックなどの低い水分率(1%以下)の試料でも、正確に測定できますか？ | 1%以下の低水分率の試料を測定する場合は、水分率の計算に必要な水分の質量が少なくなり、正確な水分率を求める事ができなくなります。 水分率と必要となる質量の関係は以下となります。 <table border="1" style="margin: 10px auto;"> <thead> <tr> <th>予想水分率</th> <th>必要な試料質量</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0.1%</td> <td>20g 以上</td> </tr> <tr> <td>0.5%</td> <td>5g 以上</td> </tr> <tr> <td>1%</td> <td>2g 以上</td> </tr> </tbody> </table> | 予想水分率 | 必要な試料質量 | 0.1% | 20g 以上 | 0.5% | 5g 以上 | 1% | 2g 以上 |
| 予想水分率 | 必要な試料質量 | | | | | | | | | |
| 0.1% | 20g 以上 | | | | | | | | | |
| 0.5% | 5g 以上 | | | | | | | | | |
| 1% | 2g 以上 | | | | | | | | | |
| 10 | 粉体の試料の場合など、試料の盛り方で測定値に影響がでるのですか？ | 試料の盛り方は水分率や再現性など測定値に影響を与えます。試料の盛り方(分布)は試料に与える熱分布を左右します。適切な水分率の測定には、試料全体に均一な加熱、均一な水の蒸散が必要で、右図に示すような適量で均等な分布になるように試料を配分して下さい。過剰な試料、偏った試料の配分は、試料内部において偏った熱(温度)分布を誘起し、乾燥も不完全となる部分が生じます。 <div style="display: flex; justify-content: space-around; align-items: center; margin-top: 10px;"> <div style="text-align: center;"> <p>適切な分布</p> </div> <div style="text-align: center;"> <p>× 不適切な分布</p> </div> </div> | | | | | | | | |

B. 校正について

基礎編 / B.校正 / C.その他

| No. | Question | Answer |
|-----|--------------------------------|---|
| 1 | 酒石酸ナトリウムを用いて機器の水分率の校正ができるのですか？ | 水分率の校正はできません。理論的に既知の水分率を有するテスト試料を用いて水分計の性能(精度)の確認やチェックの目的として使われます。加熱乾燥方式の水分計の場合、試料の乾燥前後の質量を測定して、演算によって水分率を算出しますので、基本となる物理量である質量(重さ)の校正はすることができます。また、温度も校正することができます。 |
| 2 | 質量校正、温度校正はユーザーで可能でしょうか？ | どちらもお客様で校正することが可能です。(温度校正は MS、MX のみ可能) 質量の校正結果や加熱時の試料皿温度の校正とその結果を GLP、GMP、ISO に対応した形式で出力することができます。 1. 質量の校正は別売アクセサリの専用分銅(20g)の使用をお勧めします。(アクセサリ番号 AX-MX-41) 2. 温度の校正は別売の温度キャリブレーションプレートをご使用ください。(MS、MX のみ可能) (アクセサリ番号 AX-MX-43 校正証明書付き) |
| 3 | トレーサビリティ体系図、試験成績書などは提出できるのですか？ | どちらの文書も発行できます。 1. 水分計本体の場合は、質量と温度について発行できます。 2. 別売品の温度キャリブレーションプレート(AX-MX-43)の場合は温度のみとなりますが、キャリブレーションプレートには出荷時に標準でトレーサビリティ等、付属されておりますので、別途費用は不要となります。 |

C. その他

| No. | Question | Answer |
|-----|---|---|
| 1 | ガラス繊維シートを使用して水分率測定する場合、ガラス繊維シートに含まれる水分率の補正は必要ですか？ | 通常の測定の場合は、ガラス繊維シートに含まれる水の影響の考慮、補正する必要はありません。通常はそのままお使いください。 ただし、どうしてもガラス繊維シートに含まれる水の影響を取り除きたい場合、事前にガラス繊維シートだけ水分計で加熱乾燥させ、デシケータなどに保存してください。 |
| 2 | 水分率の絶対測定はできるのですか？(水分だけを測定できるの？) | 加熱乾燥方式の水分計では、鉄粉(金属)、ガラス、砂などの無機質では加熱乾燥前後で水以外の影響をほとんど受けませんが、有機物の試料など多くの物質は加熱条件に依存して、水以外の試料に含まれる物質も気化する可能性があり、必ずしも水分のみを測定しているとは限りません。また、熱分解しやすい物質の場合、加熱温度に依存して測定値が異なる可能性があります。 |

製品編

A. 加熱方式について

| No. | Question | Answer |
|-----|--|--|
| 1 | 加熱方式としてハロゲンランプを採用した理由と特長は何ですか？ | ほかの加熱方式に比べて、単位時間あたりの発熱量が多く、またランプの寿命が長いことから加熱方式として採用しています。その結果、シーズヒータや赤外線ランプなどの加熱方式より加熱時間を短縮することができました。また、ハロゲンランプは発熱時において発光量も多く、加熱乾燥中の試料の状態や経過を観察するのに適しています。 |
| 2 | ハロゲンランプと赤外線ランプとの違いは何ですか？ また、相関性はあるのですか？ | ハロゲンランプも発光時において 95%以上は赤外線領域の波長の光で、光学的な特性としては基本的に赤外線ランプとほとんど変わりありません。 |
| 3 | ハロゲンランプを使用すると温度上昇（加熱時間）が速いとのことですが、どの位ですか？ | 試料皿の皿上温度が約 2 分以内に常温から 200 に到達し、赤外線ランプやシーズヒータを用いた場合より速く温度上昇します。 |
| 4 | SRA 加熱機構とはどんなものですか？ | エ・アンド・デイ水分計 MS、MX、MF、ML に初めて用いた新機構の加熱方式です。加熱源のハロゲンランプの熱を直接試料に加える従来の機構では、ハロゲン管からの距離により温度分布が異なり均一な加熱ができない問題がありました。新開発の SRA 加熱機構では、ハロゲン管の直下に耐熱ガラス板を設け、このガラス表面からの均一でかつ二次的な放射（輻射）熱により、試料を均一に加熱することが可能になりました。 その結果、測定時間の短縮と精度（再現性）が改善されました。 (SRA :Secondary Radiation Assist ハロゲンランプの熱を直接的に試料に伝達せず、二次的放射（輻射）熱を利用して試料に熱伝導する機構。*特許出願中) |

B. 測定について

製品編/ B.測定

| No. | Question | Answer |
|-----|---|--|
| 1 | MS、MX、MF、MLでは外部から試料室内の加熱試料の状態が見えるのですが、何か特別に意味があるのですか？ | <p>加熱中の試料の状態が外部より目で良く見えることは、何よりお客様にとって測定状況が把握でき、安心感があります。過加熱により焦げたり、燃える可能性のある試料は、水分蒸発以外に試料物質の一部が分解されたり、燃焼したりして、気化する可能性があり、得られた測定値を評価する意味でも、加熱測定中の目視観察は重要となります。</p> <p>特に初めて測定する試料では、加熱中の状態が観察され至適な加熱条件を検討する上で非常に有用な手段となります。</p> |
| 2 | 短い時間で測定したいのですが、どの位で測定できるのですか？ | <p>試料の種類（物性）、含水量などによって一概には決められませんが、MS、MX、MF、MLでは、加熱装置として400Wのハロゲンランプを採用しており、皿上温度を常温から200℃まで2分以内に加熱することができます。</p> <p>さらに分析天秤に用いられる質量センサSHS™を使用していますので、質量の測定感度が良く、従来より少量のサンプルで測定が可能になりました。至適な加熱温度とサンプル質量で一般的には数分から20分程度で測定を終了することができます。</p> <p>したがって、設定温度への加熱速度が早い少量サンプルで測定可能になったことより、従来の赤外線ランプ方式やシーヒータ方式の加熱乾燥式水分計よりも乾燥時間が短縮され、その結果測定時間も短縮されました。</p> |
| 3 | 試料の温度と水分計の表示温度とは同じ温度になっているのですか？ | <p>加熱乾燥中の水分計の表示温度は、皿上温度つまり試料温度を指示しています。試料が均一に薄く、皿上に分布している場合が理想的な皿上温度＝試料温度ですが、試料の厚みが不均一であったり、堅い外皮や皮膜を形成している場合は、試料の表面温度と言えます。</p> <p>(MS、MX、MF、MLでは実際には温度センサは皿直上には位置してませんが、設計時において、皿上にセンサを置いた時の温度と、実際の製品に内蔵させた温度センサの位置での2点間の温度を測定し、皿上温度との相関関係を正確に測定、補正するプログラムにより、皿上温度を表示することが可能になりました。MS、MXでは別売オプションの温度キャリブレーションにより、水分計の表示温度と皿上温度との比較確認ができますし、お客様が校正することもできます。)</p> |
| 4 | 同じ試料でも、MS、MX、MF、MLで測定するとFD-620より水分率が低く測定されたり、測定時間が長くなる場合がありますが、どうしてですか？ | <ol style="list-style-type: none"> 1. 同じ試料、同じ設定温度で測定しても、FD-620では表示（測定）温度が実際の試料皿上温度と比較して、皿上温度の方が高く加熱されています。すなわち設定した温度よりも高めに試料が加熱されるため、FD-620に比べMS、MX、MF、MLでは測定時間が長く、測定値が少し低めに出る傾向があります。 2. MS、MX、MF、MLではFD-620を改善した結果、設定温度、加熱乾燥中の表示温度が、実際の試料皿の皿上温度と等しくなるように設計改善されています。どうしてもFD-620の測定値と同じにしたい場合は、試料質量を1g程度の少量にして、測定終了条件を『HI』に設定して測定すると、FD-620の結果とほぼ等しくなる傾向があります。 |

| No. | Question | Answer |
|-----|--|--|
| 5 | 高精度の質量センサー-SHS とはどんなものですか？ | <p>エ・アンド・デイ独自の質量センサーテクノロジーで、質量伝達機構を非常にシンプルに構成することにより、平均で約1秒の高速な応答速度を実現し、かつ高い精度と長期安定性を飛躍的に向上させた質量センサーです。</p> <p>高い分解能と精度が要求される天びんに用いられるセンサーです。</p> <p>SHS を水分計の質量センサに用いることにより、加熱中のダイナミック(動的)な質量変化を正確に捉え、また高い分解能、精度により少量のサンプルで質量変化を測定することができ、このことで測定時間の大幅な短縮を実現しています。</p> <p>(SHS : Super Hybrid Sensor 特許出願中)</p> |
| 6 | 試料皿取っ手が2個付属されていますが、どんな意味があるのですか？ どんな使い方をするのですか？ | <p>連続して繰り返し測定する場合、試料皿が熱い状態で試料を載せると、測定開始前に水が気化してしまい、正確な水分率の測定ができません。</p> <p>これを防ぐために2つの試料皿と試料皿取手を測定のたびに交互に使用してください。(MLでは水分率の分解能が0.1%のため、付属の試料皿取手は1個になっています。)</p> <p>これにより、測定値の信頼性や再現性が向上します。また、繰り返し測定の操作性(時間)も向上するばかりでなく、火傷などの傷害を防ぎ安全性も向上します。</p> |

応用編

A. 測定事例について

1. 測定法について

| No. | Question | Answer |
|-----|--|---|
| 1 | 大豆、コーヒー豆などのサンプルはそのまま試料として測定することができますか？ | 豆類のように、加熱により表面から乾燥が始まり、外皮付近と内部に加熱（温度）勾配が生じ加熱ムラが生じやすい試料の場合、通常は調理用のミキサーやミルを用いて試料を機械的に粉碎してサンプルサイズを小さくし測定します。これはサンプルのサイズを小さくすることと表面積を拡大することにより、均一な加熱と水分蒸発させやすくするためです。 しかし注意しなければいけないことは、粉碎によってサンプルの表面積が拡大するため、雰囲気湿度より水分を吸着したりするので、粉碎後は速やかに測定を開始してください。 |
| 2 | 牛乳などの液体物質やコロイドは測定できますか？ | 牛乳など固形粒子が水に浮遊しているコロイドや液体物質は、表面張力（界面活性）のために皿上で水玉状になることがしばしばあります。水玉状になると内部の乾燥を阻害し、高速な乾燥を妨げます。 このような場合はガラス繊維シートに液体サンプルを吸着させ測定します。これにより、測定の精度（再現性）が向上し、測定時間も 1/2 から 1/3 程度に短縮されます。ガラス繊維シートを使用する際、試料皿にガラスシートを載せて風袋引きをしてからサンプルののせてください。 AX-MX-32-1 ガラス繊維シート （表面張力の強い液体用の別売品 70 mm、100 枚） AX-MX-32-2 ガラス繊維シート （MS、MX、MF に付属品と同じ品 78 mm、100 枚） |
| 3 | 野菜、昆布、椎茸などはどのように測定すれば良いのですか？ | いずれの試料においても、試料は全体を代表するものであることが基本条件です。野菜や海産物のように部位によって水分率が異なる場合、その試料全体の水分率を評価するのに適した部位の選択や混合や試料の量を考慮することが必要です。 また、昆布や椎茸のような粘弾性のある物質は、裂いたり、切ったりして試料のサイズを物理的に小さくして、測定してください。また、試料サイズを縮小するに伴い外界との水分の出入りの影響を抑えるために、速やかに測定を開始することと、過加熱によるサンプルの燃焼を防ぐために温度はあまり高くないようにしてください。 |

2. 測定事例レポート

応用編 / A.測定事例/2.測定事例レポート

1. 樹脂 (PET ペレット) の水分率測定事例 ~カールフィッシャー法との比較検討~

測定対象とする試料の中で、比較的水分率の低い樹脂について、MX-50 とカールフィッシャー方式水分計を用いた測定事例について紹介いたします。

1) 測定条件

| | |
|--------|------------------------------|
| 試料 | : PET (ポリエチレンテレフタレート/ペレット) |
| 加熱温度 | : 180 |
| 測定回数 | : 5 回 |
| 水分測定装置 | 加熱乾燥法式水分計 : MX-50 (エ・アンド・デイ) |
| | カールフィッシャー水分計 : KF(仮称) (K 社) |

2) 結果

| 水分計 | 試料質量 (g) | 水分率 (%) | 再現性 (%) | 変動係数(CV) (%) | 加熱時間 (分) |
|-------|-------------|------------|------------|-----------------|-------------|
| MX-50 | 10 | 0.298 | 0.0045 | 1.49 | 6.8 |
| KF | 0.3 | 0.3072 | 0.0065 | 2.13 | 19 |

(水分率および加熱時間はそれぞれの水分計で5回測定した結果の相加平均値で、また表示桁数はそれぞれの装置の表示桁数にそろえています。(質量除く))

- (1) 測定結果より、PET の水分率において両社水分計に有意な差(明らかな意味のある差)は無く、MX-50 でカールフィッシャー式水分計に相当する(匹敵する)測定値が得られる事が分ります。
- (2) さらに、再現性(精度)や変動係数(CV)においては、カールフィッシャー方式水分計よりもMX-50の方が数値が小さく、同じ試料を繰り返し測定した際、カールフィッシャー水分計よりMX-50のほうが精度良く、測定の再現性が優れていることが分ります。
- (3) その上、加熱測定時間においてもMX-50は平均で6.8分であったのに対してカールフィッシャー方式水分計は約3倍の19分を要しています。結果には示していませんが実際の測定操作において、カールフィッシャー水分計では加熱測定前の前段階に約6分を要し、さらに機器のセットアップや薬品のセットアップに要した作業時間を含めると、約2時間程度の追加時間が必要となります。
- (4) 以上をまとめると、PET程度の低水分率樹脂の水分測定では、MX-50を使うことにより、カールフィッシャー方式水分計と同等以上の水分率(測定結果)を求めることができます。
また、測定値の再現性(精度)や変動係数においては、カールフィッシャー水分計よりもMX-50のほうが優れていることが確認されました。
測定操作(作業)、測定時間については、操作が煩雑なカールフィッシャー水分計に比較してMX-50のほうが比較にならない程、簡便で測定時間も大幅に短縮できることが確認されました。

3. 代表的な測定結果(表)

応用編/ A.測定事例/3.代表的な測定結果(表)

* WinCT-Moisture Ver.2.20M 中の ¥Japanese¥Moisture_data.html 『水分率測定サンプル集(Ver2.20M)』より転記

1. 家庭用品

| No. | 分類 | 試料名 | 試料 質量 | 測定 モード | 試料皿 温度 | 測定 時間 | 水分率 | | | 備考 |
|-----|------|---------------------------|----------|-----------|-----------|----------|-------|--------|-------|----------------------------|
| | | | | | | | 平均値 | 再現性 | CV 値 | |
| 1 | 家庭用品 | たばこ | 1g | 標準-MID | 100 | 6.5分 | 10.58 | 0.339 | 3.20 | ほぐして葉のみを測定。加熱時に強い匂い |
| 2 | 家庭用品 | ドッグフード (ドライタイプ) | 1g | 標準-MID | 160 | 9.2分 | 8.68 | 0.059 | 0.68 | ハンドミキサーで粉碎して測定 加熱時に強い匂い |
| 3 | 家庭用品 | 歯磨き (ペースト) | 1g | 標準-MID | 180 | 6.4分 | 36.43 | 0.472 | 1.30 | 試料を均一に広げて測定 |
| 4 | 家庭用品 | 洗濯のり(液体) | 1g | 標準-MID | 200 | 5.5分 | 93.38 | 0.170 | 0.18 | ガラス繊維シートを使用 |
| 5 | 家庭用品 | でんぷん糊 (ペースト) | 5g | 標準-MID | 200 | 14.0分 | 83.34 | 0.102 | 0.12 | 試料を均一に広げて測定 |
| 6 | 家庭用品 | 木工用ボンド (ペースト) | 1g | 標準-MID | 200 | 9.7分 | 61.30 | 0.309 | 0.50 | 試料を均一に広げて測定 |
| 7 | 家庭用品 | ハンドソープ (液体) | 1g | 標準-MID | 200 | 6.0分 | 92.01 | 0.157 | 0.17 | ガラス繊維シートを使用 |
| 8 | 家庭用品 | 口紅 | 1g | 標準-MID | 100 | 1.9分 | 0.778 | 0.1938 | 24.91 | 試料皿に直接広げて測定。 |
| 9 | 家庭用品 | ファンデーション (液体) | 1g | 標準-MID | 140 | 12.6分 | 75.93 | 0.126 | 0.17 | ガラス繊維シートを使用 |
| 10 | 家庭用品 | 乾燥チップ (えぞ松の木片) | 1g | 標準-MID | 200 | 3.7分 | 11.17 | 0.081 | 0.73 | |
| 11 | 家庭用品 | ケイ砂 | 10g | 標準-HI | 200 | 2.3分 | 0.498 | 0.0741 | 14.88 | |
| 12 | 家庭用品 | セメント(粉体) | 5g | 標準-MID | 200 | 3.0分 | 0.408 | 0.0222 | 5.44 | |
| 13 | 家庭用品 | 水性パテ (ペースト) | 1g | 標準-MID | 200 | 7.3分 | 33.73 | 0.549 | 1.63 | |
| 14 | 家庭用品 | 合成樹脂塗料 (水性アクリル系 液体) | 1g | 標準-MID | 200 | 13.6分 | 53.93 | 0.150 | 0.28 | ガラス繊維シートを使用 |
| 15 | 家庭用品 | コピー用紙 | 1g | 標準-MID | 200 | 2.8分 | 4.69 | 0.174 | 3.71 | 細かく切って測定 |
| 16 | 家庭用品 | ダンボール紙 | 1g | 標準-MID | 100 | 4.2分 | 6.66 | 0.109 | 1.64 | 細かく切って測定 |

2. 食品A (穀類、豆類、魚介類、調味料、香辛料、添加物)

| No. | 分類 | 試料名 | 試料 質量 | 測定 モード | 試料皿 温度 | 測定 時間 | 水分率 | | | 備考 |
|-----|------|----------------------|----------|-----------|-----------|----------|-------|--------|------|----------------|
| | | | | | | | 平均 値 | 再 現 性 | CV 値 | |
| 17 | 食品A類 | コーングルッツ (粉体) | 5g | 標準-MID | 160 | 17.5 分 | 12.06 | 0.072 | 0.60 | |
| 18 | 食品A類 | コーンスターチ | 5g | 標準-MID | 200 | 7.1 分 | 12.74 | 0.137 | 1.08 | |
| 19 | 食品A類 | 片栗粉 | 5g | 標準-MID | 180 | 7.8 分 | 15.95 | 0.157 | 0.99 | |
| 20 | 食品A類 | そば粉 | 5g | 標準-MID | 180 | 10.2 分 | 15.13 | 0.191 | 1.26 | |
| 21 | 食品A類 | 薄力粉 | 5g | 標準-MID | 200 | 7.3 分 | 13.03 | 0.260 | 2.00 | |
| 22 | 食品A類 | 上新粉 | 5g | 標準-MID | 200 | 7.6 分 | 12.89 | 0.134 | 1.04 | |
| 23 | 食品A類 | 麦 | 5g | 標準-MID | 200 | 13.7 分 | 13.56 | 0.066 | 0.49 | |
| 24 | 食品A類 | アルファ - 化麦 (乾燥、粉体) | 1g | 標準-MID | 160 | 19.7 分 | 11.80 | 0.352 | 2.98 | |
| 25 | 食品A類 | 白米 | 5g | 標準-MID | 200 | 14.3 分 | 15.88 | 0.198 | 1.25 | ハンドミキサーで粉砕して測定 |
| 26 | 食品A類 | 無洗米 | 1g | 標準-MID | 200 | 9.4 分 | 16.08 | 0.214 | 1.33 | |
| 27 | 食品A類 | 包装米飯 (白米) | 1g | 標準-MID | 200 | 15.3 分 | 64.51 | 0.384 | 0.60 | |
| 28 | 食品A類 | 大豆粉 | 5g | 標準-MID | 160 | 8.2 分 | 9.92 | 0.061 | 0.61 | |
| 29 | 食品A類 | カシューナッツ | 5g | 標準-MID | 140 | 8.5 分 | 3.04 | 0.010 | 0.33 | ハンドミキサーで粉砕して測定 |
| 30 | 食品A類 | バターピーナッツ | 5g | 標準-MID | 140 | 9.6 分 | 2.10 | 0.077 | 3.67 | ハンドミキサーで粉砕して測定 |
| 31 | 食品A類 | コーヒー豆 (粉挽き) | 5g | 標準-MID | 140 | 9.8 分 | 4.43 | 0.036 | 0.81 | |
| 32 | 食品A類 | するめ | 2g | 標準-MID | 180 | 20.5 分 | 26.21 | 0.312 | 1.19 | 細かく切って測定 |
| 33 | 食品A類 | するめ(調理済) | 2g | 標準-MID | 140 | 16.5 分 | 18.55 | 0.324 | 1.75 | 細かく切って測定 |
| 34 | 食品A類 | にぼし | 2g | 標準-MID | 160 | 8.3 分 | 17.28 | 0.235 | 1.36 | ハンドミキサーで粉砕して測定 |
| 35 | 食品A類 | しらす干し | 5g | 標準-MID | 200 | 15.3 分 | 70.23 | 0.246 | 0.35 | |
| 36 | 食品A類 | かつおぶし (うす削り) | 1g | 標準-MID | 120 | 6.0 分 | 14.69 | 0.770 | 5.24 | ハンドミキサーで粉砕して測定 |
| 37 | 食品A類 | かまぼこ | 2g | 標準-MID | 200 | 15.6 分 | 78.02 | 0.227 | 0.29 | 細かく切って測定 |
| 38 | 食品A類 | しょ糖(粉体) | 5g | 標準-MID | 160 | 1.7 分 | 0.162 | 0.0130 | 8.02 | |
| 39 | 食品A類 | 三温糖(粉体) | 5g | 標準-MID | 160 | 5.4 分 | 0.973 | 0.0386 | 3.97 | |

応用編/ A.測定事例/3.代表的な測定結果(表)

| No. | 分類 | 試料名 | 試料 質量 | 測定 モード | 試料皿 温度 | 測定 時間 | 水分率 | | | 備考 |
|-----|------|------------------------|----------|-----------|-----------|----------|-------|--------|-------|--------------------------|
| | | | | | | | 平均値 | 再現性 | CV 値 | |
| 40 | 食品A類 | 調味塩 | 5g | 標準-MID | 100 | 1.1分 | 0.086 | 0.0151 | 17.56 | |
| 41 | 食品A類 | 塩 | 5g | 標準-MID | 200 | 1.7分 | 0.160 | 0.0082 | 5.00 | |
| 42 | 食品A類 | 風味調味料 | 5g | 標準-MID | 100 | 8.5分 | 1.55 | 0.020 | 1.29 | |
| 43 | 食品A類 | トマトケチャップ | 1g | 標準-MID | 160 | 16.1分 | 70.42 | 0.643 | 0.91 | ガラス繊維シートでサンプルを挟んで測定 |
| 44 | 食品A類 | マヨネーズ (卵黄型) | 1g | 標準-MID | 160 | 8.5分 | 22.00 | 0.050 | 0.23 | |
| 45 | 食品A類 | コショウ(粗挽き) | 5g | 標準-MID | 160 | 15.9分 | 12.23 | 0.142 | 1.16 | |
| 46 | 食品A類 | 一味唐辛子 | 5g | 標準-MID | 120 | 17.3分 | 5.81 | 0.060 | 1.03 | |
| 47 | 食品A類 | 七味唐辛子 | 5g | 標準-MID | 120 | 16.9分 | 4.90 | 0.085 | 1.73 | |
| 48 | 食品A類 | 粉からし | 5g | 標準-MID | 140 | 9.3分 | 4.76 | 0.051 | 1.07 | |
| 49 | 食品A類 | 粉わさび | 5g | 標準-MID | 140 | 11.4分 | 3.70 | 0.082 | 2.22 | |
| 50 | 食品A類 | おろしわさび (ペースト) | 1g | 標準-MID | 200 | 15.1分 | 39.07 | 0.123 | 0.32 | ガラス繊維シートを上から載せて、つぶしてから測定 |
| 51 | 食品A類 | おろし生姜 (ペースト) | 1g | 標準-MID | 200 | 11.9分 | 84.77 | 0.439 | 0.52 | |
| 52 | 食品A類 | マスタード (粒入り ペースト) | 1g | 標準-MID | 200 | 13.5分 | 54.55 | 0.416 | 0.76 | |
| 53 | 食品A類 | クエン酸 | 5g | 標準-MID | 100 | 7.2分 | 4.54 | 0.210 | 4.63 | |
| 54 | 食品A類 | 無水ブドウ糖 | 5g | 標準-MID | 140 | 1.7分 | 0.696 | 0.0054 | 0.78 | |

3. 食品B (加工食品、乳製品、菓子、その他)

| No. | 分類 | 試料名 | 試料 質量 | 測定 モード | 試料皿 温度 | 測定 時間 | 水分率 | | | 備考 |
|-----|------|---------------------------|----------|-----------|-----------|----------|-------|-------|------|----------------------------|
| | | | | | | | 平均値 | 再現性 | CV 値 | |
| 55 | 食品B類 | 食パン | 1g | 標準-MID | 160 | 7.3分 | 36.65 | 0.550 | 1.50 | 細かくして測定 |
| 56 | 食品B類 | パン粉 | 1g | 標準-MID | 200 | 6.2分 | 32.36 | 0.505 | 1.56 | |
| 57 | 食品B類 | 乾燥スープ | 5g | 標準-MID | 140 | 14.1分 | 4.73 | 0.079 | 1.67 | |
| 58 | 食品B類 | 即席みそ汁 (ペースト) | 1g | 標準-MID | 160 | 12.9分 | 63.43 | 0.728 | 1.15 | ガラス繊維シートでサンプルを挟んで測定 |
| 59 | 食品B類 | 即席中華麺 | 2g | 標準-MID | 140 | 9.6分 | 1.53 | 0.091 | 5.96 | 軽く叩いて粉砕して測定 |
| 60 | 食品B類 | クルトン | 2g | 標準-MID | 160 | 8.4分 | 5.68 | 0.119 | 2.10 | 軽く叩いて粉砕して測定 |
| 61 | 食品B類 | 朝食シリアル (玄米) | 2g | 標準-MID | 160 | 7.9分 | 4.42 | 0.071 | 1.61 | 軽く叩いて粉砕して測定 |
| 62 | 食品B類 | 乾燥スバゲティ | 2g | 標準-MID | 200 | 15.8分 | 13.70 | 0.211 | 1.54 | 軽く叩いて粉砕して測定 |
| 63 | 食品B類 | 乾燥うどん | 5g | 標準-MID | 200 | 20.0分 | 13.36 | 0.109 | 0.82 | 3cm程度にカットして測定 |
| 64 | 食品B類 | 乾燥はるさめ | 2g | 標準-MID | 200 | 15.8分 | 14.80 | 0.150 | 1.01 | 3cm程度にカットして測定 |
| 65 | 食品B類 | 乾燥わかめ | 1g | 標準-MID | 200 | 9.2分 | 11.49 | 0.367 | 3.19 | ハンドミキサーで粉砕して測定 |
| 66 | 食品B類 | きくらげ (スライス) | 2g | 標準-MID | 180 | 18.3分 | 13.13 | 0.227 | 1.73 | 3cm程度にカットして測定 |
| 67 | 食品B類 | ビーフジャーキー | 2g | 標準-MID | 200 | 26.7分 | 27.65 | 0.243 | 0.88 | 細かく切って測定 |
| 68 | 食品B類 | せんべい | 5g | 標準-MID | 140 | 17.1分 | 6.93 | 0.045 | 0.65 | 軽く叩いて粉砕して測定 |
| 69 | 食品B類 | クッキー | 5g | 標準-MID | 140 | 5.5分 | 2.00 | 0.054 | 2.70 | 軽く叩いて粉砕して測定 |
| 70 | 食品B類 | キャラメル | 2g | 標準-MID | 140 | 16.4分 | 5.94 | 0.071 | 1.20 | 厚さ1mmに延ばして、ガラス繊維シート上に載せて測定 |
| 71 | 食品B類 | バナナチップ (乾燥バナナ スライス) | 1g | 標準-MID | 180 | 7.0分 | 4.53 | 0.060 | 1.32 | 軽く叩いて粉砕して測定 |
| 72 | 食品B類 | ポテトチップス | 5g | 標準-MID | 140 | 9.3分 | 1.88 | 0.054 | 2.87 | 軽く叩いて粉砕して測定 |
| 73 | 食品B類 | スナック菓子 (えび風味) | 5g | 標準-MID | 160 | 6.4分 | 2.54 | 0.043 | 1.69 | 軽く叩いて粉砕して測定 |
| 74 | 食品B類 | スナック菓子 (油揚げ麺タイプ) | 5g | 標準-MID | 140 | 8.7分 | 1.31 | 0.039 | 2.98 | 軽く叩いて粉砕して測定 |

応用編/ A.測定事例/3.代表的な測定結果(表)

| No. | 分類 | 試料名 | 試料 質量 | 測定 モード | 試料皿 温度 | 測定 時間 | 水分率 | | | 備考 |
|-----|------|--------------------|----------|------------------|-----------|----------|-------|--------|-------|----------------------------------|
| | | | | | | | 平均値 | 再現性 | CV 値 | |
| 75 | 食品B類 | ジャム | 1g | 標準-MID | 160 | 17.0分 | 33.96 | 0.109 | 0.32 | |
| 76 | 食品B類 | ハチミツ (加熱 120) | 1g | 標準-MID | 120 | 20.3分 | 17.76 | 0.282 | 1.59 | ガラス繊維シートの上に サンプルを載せて測定 |
| 77 | 食品B類 | ハチミツ (加熱 140) | 1g | 標準-MID | 140 | 14.5分 | 19.38 | 0.539 | 2.78 | ガラス繊維シートの上に サンプルを載せて測定 |
| 78 | 食品B類 | ハチミツ (加熱 160) | 1g | 標準-MID | 160 | 20.4分 | 22.92 | 1.599 | 6.98 | ガラス繊維シートの上に サンプルを載せて測定 |
| 79 | 食品B類 | 加糖れん乳 | 1g | 標準-MID | 140 | 11.9分 | 25.59 | 0.400 | 1.56 | ガラス繊維シートの上に サンプルを載せて測定 |
| 80 | 食品B類 | ミルク(液体、 植物性油脂) | 1g | 標準-MID | 200 | 4.5分 | 61.83 | 0.491 | 0.79 | ガラス繊維シート使用 |
| 81 | 食品B類 | ファットスプレッド | 1g | 標準-MID | 140 | 5.8分 | 28.67 | 0.060 | 0.21 | |
| 82 | 食品B類 | バター (固形 有塩) | 1g | 標準-MID | 140 | 4.1分 | 14.94 | 0.186 | 1.24 | |
| 83 | 食品B類 | 粉チーズ | 1g | 標準-MID | 160 | 8.1分 | 10.65 | 0.252 | 2.37 | |
| 84 | 食品B類 | 脱脂粉乳 | 2g | 標準-MID | 140 | 16.7分 | 6.49 | 0.255 | 3.93 | |
| 85 | 食品B類 | 調製粉乳 (育児用) | 2g | 標準-HI | 120 | 6.7分 | 3.29 | 0.015 | 0.46 | |
| 86 | 食品B類 | 牛乳 | 1g | 標準-MID | 140 | 6.7分 | 87.11 | 0.069 | 0.08 | ガラス繊維シート使用 |
| 87 | 食品B類 | ヨーグルト A | 1g | 標準-MID | 160 | 11.5分 | 81.17 | 0.383 | 0.47 | ガラス繊維シート使用 |
| 88 | 食品B類 | ヨーグルト B | 1g | 自動終了 (0.5%/分) | 180 | 5.4分 | 88.07 | 0.209 | 0.24 | 2つ折りのガラス繊維シートの間 に、つぶした試料を置き測定 |
| 89 | 食品B類 | 豆乳 | 1g | 標準-MID | 180 | 5.6分 | 90.11 | 0.142 | 0.16 | ガラス繊維シート使用 |
| 90 | 食品B類 | 茶葉(緑茶) | 5g | 標準-MID | 140 | 11.6分 | 5.53 | 0.023 | 0.42 | ハンドミキサーで粉砕して 測定 |
| 91 | 食品B類 | インスタントコーヒー A | 1g | 標準-MID | 120 | 7.1分 | 7.66 | 0.100 | 1.30 | |
| 92 | 食品B類 | インスタントコーヒー B | 4g | 標準-MID | 100 | 5.9分 | 2.06 | 0.055 | 12.67 | |
| 93 | 食品B類 | オレンジジュース (濃縮還元) | 1g | 標準-MID | 140 | 7.3分 | 89.48 | 0.209 | 0.23 | ガラス繊維シート使用 |
| 94 | 食品B類 | スポーツ飲料 (粉タイプ) | 5g | 標準-MID | 120 | 2.7分 | 0.408 | 0.0476 | 11.67 | |
| 95 | 食品B類 | スポーツ飲料 (ゼリータイプ) | 1g | 標準-MID | 140 | 17.5分 | 76.30 | 0.285 | 0.37 | ガラス繊維シート使用 |
| 96 | 食品B類 | 寒天粉 | 5g | 標準-MID | 180 | 8.5分 | 17.76 | 0.125 | 0.70 | |
| 97 | 食品B類 | ゼラチン(粉) | 5g | 標準-MID | 200 | 15.4分 | 16.03 | 0.223 | 1.39 | |

4. 薬品、工業製品、プラスチック、電機部品、ゴム、汚泥

| No. | 分類 | 試料名 | 試料 質量 | 測定 モード | 試料皿 温度 | 測定 時間 | 水分率 | | | 備考 |
|-----|--------|---|----------|--------------------|-----------|----------|-------|--------|-------|--|
| | | | | | | | 平均値 | 再現性 | CV 値 | |
| 98 | 薬品 | スキンケアクリーム (ペースト) | 1g | 標準-MID | 160 | 16.0 分 | 77.06 | 0.543 | 0.70 | 2つ折りのガラス繊維シートの間 につぶした試料を置き測定 |
| 99 | 薬品 | 酒石酸ナトリウム 二水和物 | 5g | 標準-MID | 160 | 6.8 分 | 15.74 | 0.010 | 0.06 | |
| 100 | 薬品 | セルロース | 5g | 標準-MID | 180 | 5.2 分 | 4.37 | 0.136 | 3.11 | |
| 101 | 薬品 | ステアリン酸 カルシウム | 5g | 標準-MID | 180 | 7.6 分 | 2.90 | 0.030 | 1.03 | 加熱時に強い匂い |
| 102 | 薬品 | 酸化亜鉛 | 5g | 標準-HI | 200 | 2.1 分 | 0.148 | 0.0084 | 5.68 | カールフィッシャー法で、加熱温度 200、試料 2g 5回測定 平均にお いて、水分率 0.080%、再現性 0.0099%、測定時間9.2分 |
| 103 | 薬品 | 酸化アルミニウム | 5g | 標準-HI | 200 | 2.4 分 | 0.098 | 0.0130 | 13.27 | |
| 104 | 薬品 | 酸化 マグネシウム | 2g | 標準-HI | 200 | 5.2 分 | 1.52 | 0.164 | 10.79 | |
| 105 | 薬品 | タルク | 5g | 標準-HI | 200 | 2.5 分 | 0.144 | 0.0114 | 7.92 | |
| 106 | 薬品 | 炭酸カルシウム | 5g | 標準-HI | 200 | 3.1 分 | 0.228 | 0.0205 | 8.99 | |
| 107 | 工業用品 | 炭 (粉体) | 1g | 標準-MID | 200 | 2.5 分 | 11.24 | 0.591 | 5.26 | |
| 108 | 工業用品 | 活性炭素 (粒子状 消臭剤用) | 5g | 標準-MID | 120 | 6.6 分 | 9.96 | 0.142 | 1.43 | |
| 109 | 工業用品 | シリカゲル (粒子状) | 5g | 標準-MID | 200 | 5.2 分 | 11.74 | 0.072 | 0.61 | 23 の室温中に1日間放置 |
| 110 | 工業用品 | シリカゲル (タブレット) | 3g | 標準-MID | 200 | 4.7 分 | 8.25 | 0.068 | 0.82 | 23 の室温中に1日間放置 |
| 111 | 工業用品 | プリンター (粉体 黒) | 5g | 標準-MID | 100 | 1.6 分 | 0.298 | 0.0130 | 4.36 | |
| 112 | プラスチック | PET ベレット (ポリエチレン テレフタレート) | 10g | 標準-HI | 180 | 6.8 分 | 0.298 | 0.0045 | 1.34 | カールフィッシャー法で、加熱温度 180、試料0.3g、5回測定 平均にお いて、水分率 0.307%、再現性 0.0065%、測定時間19.1分 |
| 113 | プラスチック | ABS 樹脂ベレット (アクリロニトリル-ブタ ジエン-スチレン 共重合体) | 10g | 自動終了 (0.005%/分) | 140 | 12.1 分 | 0.425 | 0.0093 | 2.19 | カールフィッシャー法で、加熱温度 140、試料0.2g 4回測定 平均に おいて、水分率 0.27%、再現性 0.0177%、測定時間15.7分 |
| 114 | プラスチック | PMMA 樹脂ベレット (ポリメチル メタクリレート) | 10g | 自動終了 (0.005%/分) | 100 | 19.4 分 | 0.488 | 0.0150 | 3.07 | 加熱時に強い匂い カールフィッシャー法で、加熱温度 100、試料0.2g 4回測定 平均に おいて、水分率 0.301%、再現性 0.0131%、測定時間30.4分 |

応用編/ A.測定事例/3.代表的な測定結果(表)

| No. | 分類 | 試料名 | 試料 質量 | 測定 モード | 試料皿 温度 | 測定 時間 | 水分率 | | | 備考 |
|-----|------|--|----------|-----------|-----------|----------|-------|--------|------|---|
| | | | | | | | 平均値 | 再現性 | CV 値 | |
| 115 | 電機部品 | CPU (100Pin プラスチックQFP, 14×20mm) | 10g | 標準-HI | 120 | 1.7分 | 0.064 | 0.0055 | 8.59 | 湿度 80%RH 温度 30 の 恒温槽に 2 日間放置後、測 定 |
| 116 | ゴム | タイヤ粉砕物 | 5g | 標準-MID | 200 | 4.3分 | 22.30 | 0.080 | 0.36 | 細かく粉砕して測定 |
| 117 | 汚泥 | 汚泥 (し尿 液体) | 1g | 標準-MID | 140 | 5.7分 | 99.14 | 0.233 | 0.24 | ガラス繊維シート使用 加熱時 においが強い |
| 118 | 汚泥 | 汚泥ケーキ (し尿 脱水済 ペースト) | 5g | 標準-MID | 200 | 16.3分 | 86.64 | 0.560 | 0.65 | 加熱時 においが強い |

B. データ解析について

応用編/ B.データ解析/1.WinCT-Moisture

1. Windows データ通信ソフトウェア WinCT-Moisture について

MS、MX、MF、MLでは、RS232C を介して Windows データ通信ソフトウェア“ WinCT-Moisture ” を使うことにより、測定したデータを簡単にパーソナルコンピュータ(PC)に取り込み、保存やデータ解析などをすることができます。WinCT-Moisture (CD-ROM)はMS、MX には標準で付属されております。また別売品としてもアクセサリ番号 AX-MX-42 として用意しております。

Windows データ通信ソフトウェア WinCT-Moisture は以下の 4 種類のソフトウェアと代表的な試料の測定データ(約 100 例)を収録しています。

(1) データ通信ソフトウェア

- RsFig … 水分率測定過程および結果のグラフソフトウェア
- RsTemp … 試料の加熱温度自動判定ソフトウェア
- RsCom … データ送受信ソフトウェア
- RsKey … データ転送ソフトウェア

| ソフトウェア | 内容 |
|--------|--|
| RsFig | RS-232C を介して MS、MX、MF および ML から受信したデータをリアルタイムにグラフ化することができます。測定中の水分率の変化過程を確認することができ、水分率の変化がなくなる過程(収束過程)を把握することができます。 また、グラフを重ねて描くこともできますので、加熱温度の異なる条件で繰り返し測定した場合、同じグラフに測定過程を重ね描きすることができます。測定されたデータは CSV ファイルに保存できます。 このように、水分率測定の測定条件を検討する際に有用なソフトウェアです。 |
| RsTemp | RS-232C を介して MS、MX、MF および ML の加熱温度を自動的に 100 から 200 まで 20 きざみで 5 分毎に変化させ、試料の水分率測定に適した加熱温度を自動的に判定するソフトウェアです。約 30 分間で加熱温度の自動判定をすることができます(必要により、これら加熱パターンの各設定は変更可能です)。 また、動作中(測定中)の水分率(M)と水分率の変化量(dM/dt)をリアルタイムにグラフで表示します。測定されたデータは CSV ファイルに保存できます。 このように、RsTemp は試料の最適な加熱温度を検討する上で非常に便利なソフトウェアです。 * 特許出願中 |
| RsCom | RS-232C を介して MS、MX、MF および ML とコンピュータとの間でデータの送受信を行うことができます。MS、MX、MF および ML を制御する際に有用なソフトウェアです。記録されたデータはテキストファイルに保存できます。水分計からの GLP 出力データも受信できます。 |
| RsKey | RS-232C を介して MS、MX、MF および ML から出力されたデータを市販のアプリケーションソフトウェア(Microsoft Excel など)へ転送することができます。他のアプリケーションソフトウェアでデータを編集する際に有用です。 MS、MX、MF および ML から出力されたデータをアプリケーションへあたかもキーボードから入力したように自動入力することができます。表計算(Excel)やテキストエディタ(Word、メモ帳)、ほか幅広いアプリケーションの種類に転送できます。水分計からの GLP 出力データも受信できます。 |

(2) 水分率測定サンプル集

Moisture_data.html

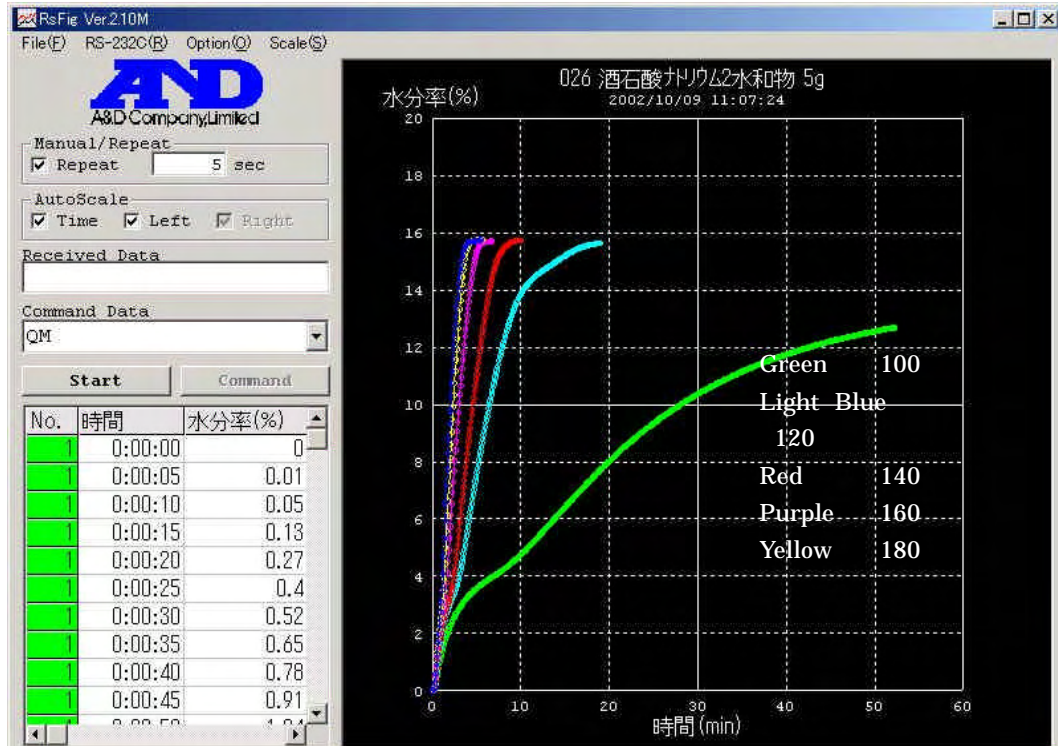
WinCT-Moisture (CD-ROM) 中の¥Japanese¥Moisture_data.html に、118 例の試料について、MX-50 で測定した水分率測定データが収録されています。各試料の一般的な水分率測定データとその測定条件など、MX-50 を使った水分測定の一般的な測定ノウハウを記載しておりますので 参考としてご覧ください。

また、この水分率測定サンプルデータ集は、本書 Q&A Sales Handbook 中の“ 応用編/A.測定事例について/3.代表的な測定結果(表)” に全文転記して掲載しております。

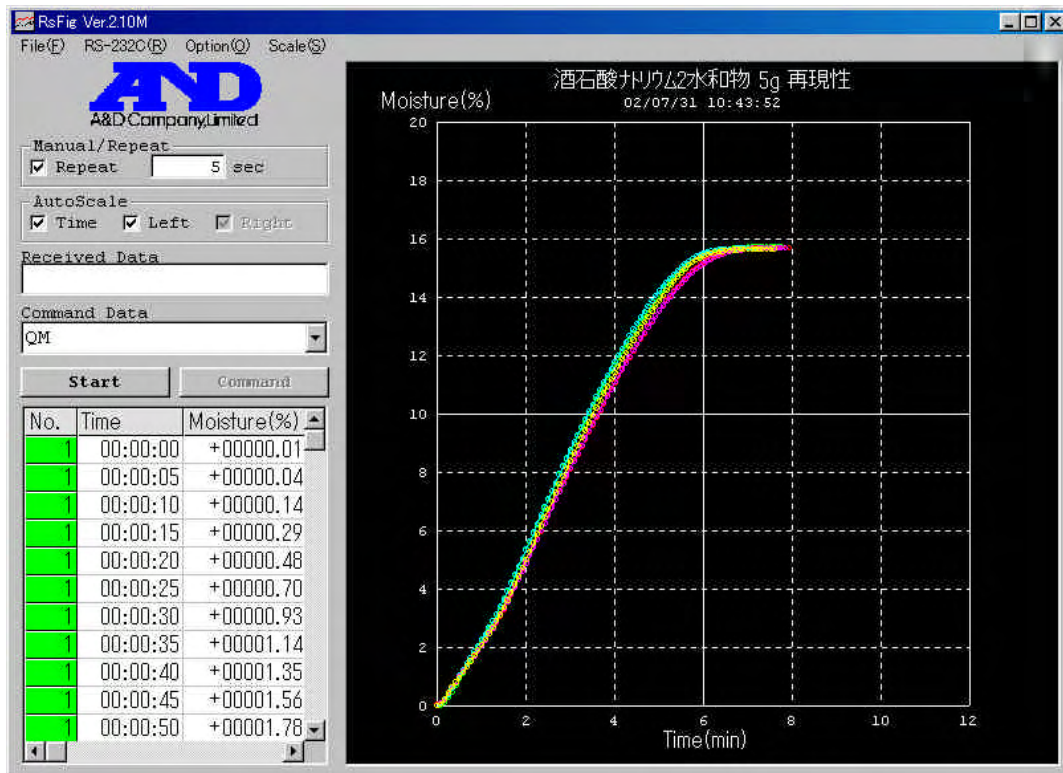
2. RsFig による表示例

応用編/ B.データ解析/2.RsFig

RsFig は水分率測定過程や測定結果 (CSV ファイル) を読み込み、下図のようにグラフに表示するソフトウェアです。横軸は測定開始からの経過時間 (分)、縦軸は水分率 (%) で、加熱による水の蒸散の結果、試料の質量が減少してゆきますがその質量の減少を水分率に計算して表示します。水分率の変化がなくなった時点 (グラフが平坦になった時点) の水分率が試料の水分率となります。また下図のように、一つの画面 (紙面) に測定結果を重ねて描くことができます。



酒石酸ナトリウム二水和物において、100 から 200 まで 20 ごとの加熱温度で測定した結果



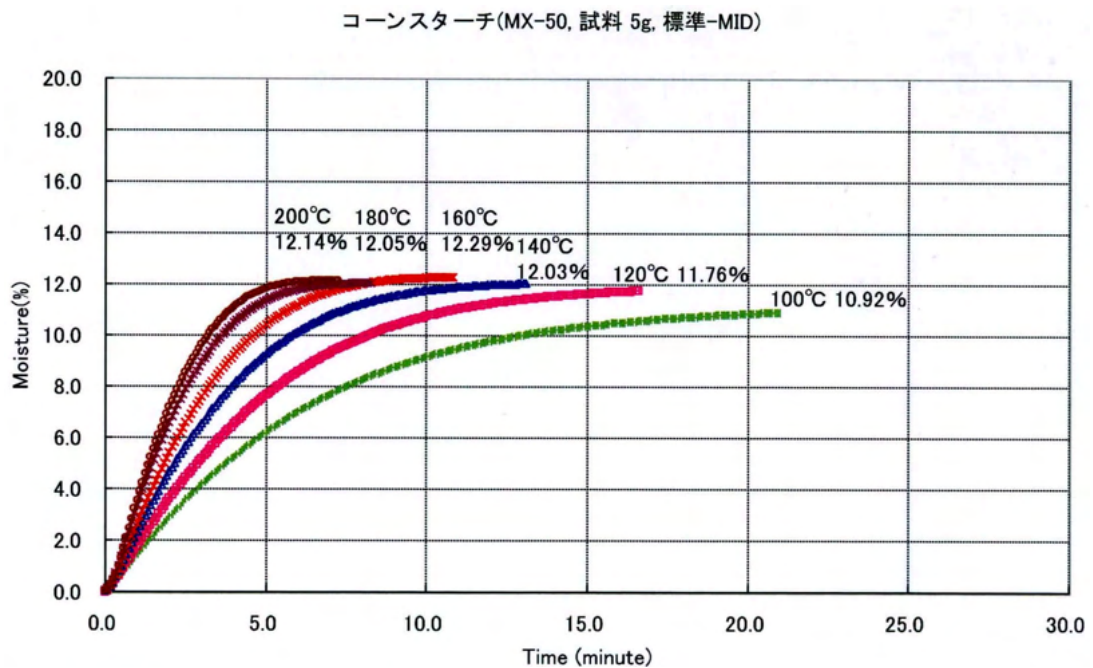
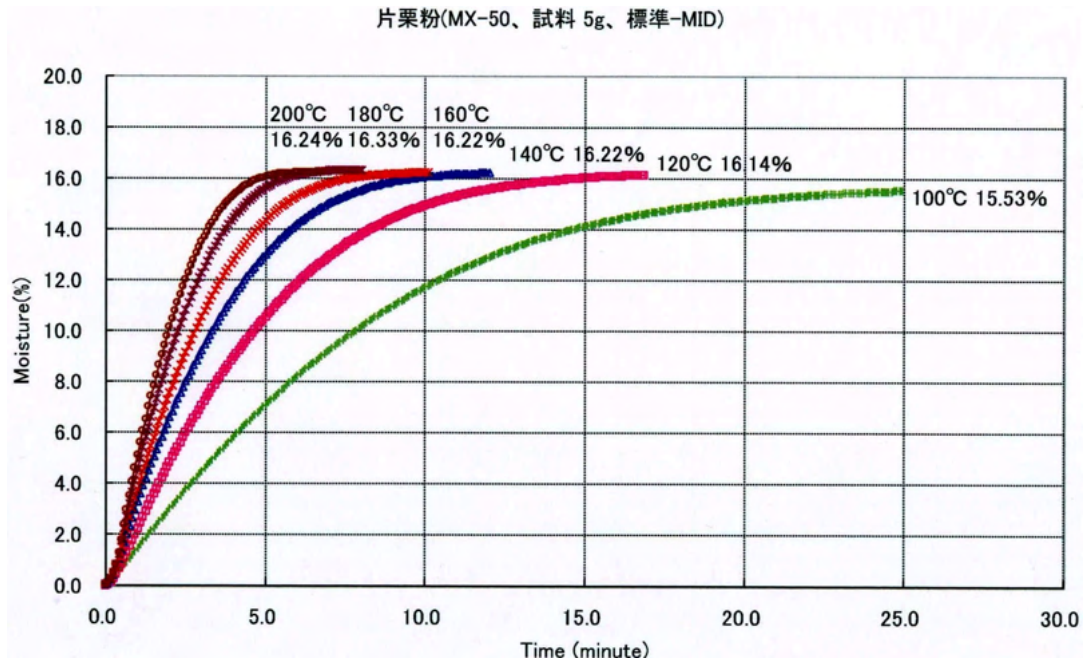
酒石酸ナトリウム二水和物において、同じ 160 の加熱温度で 5 回測定した結果、5 回の水分率測定曲線はほぼ重畳して重なっており、再現性が良いことが示されます。

*以下、RsFigを用いていくつかの測定例を示します。(EXCELでデータを加工)

1. 試料の耐熱温度が高く、加熱温度を変えても最終的に得られる水分率がほぼ一定である測定例

この様な試料は、できる限り高温の加熱温度で測定することにより、短時間で測定が終了します。

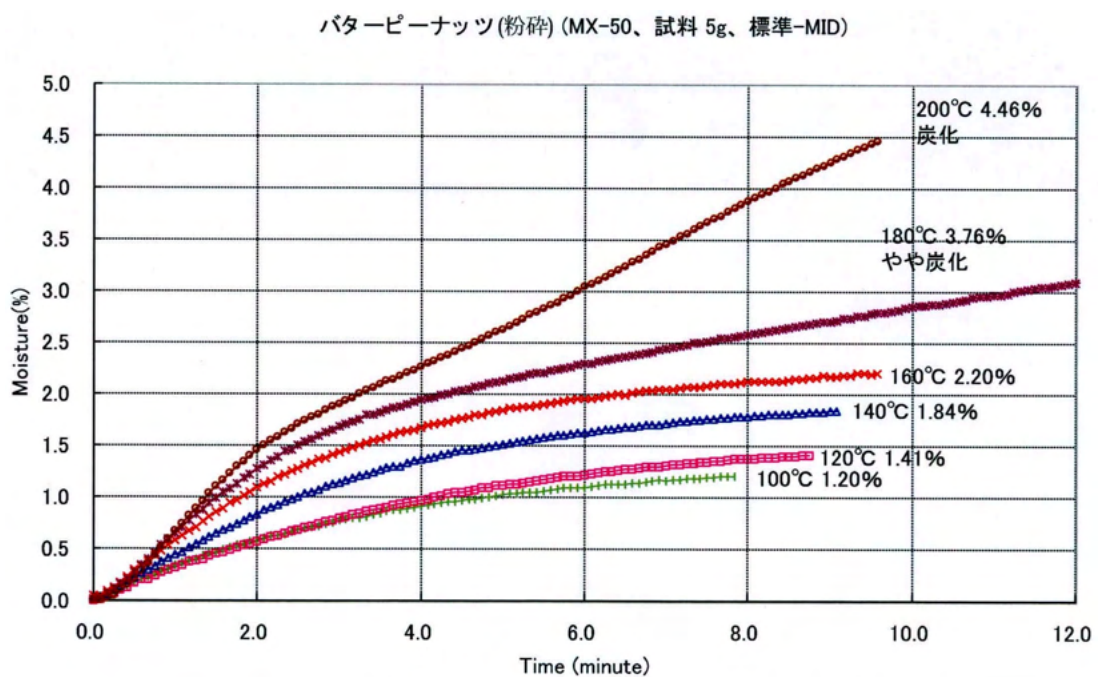
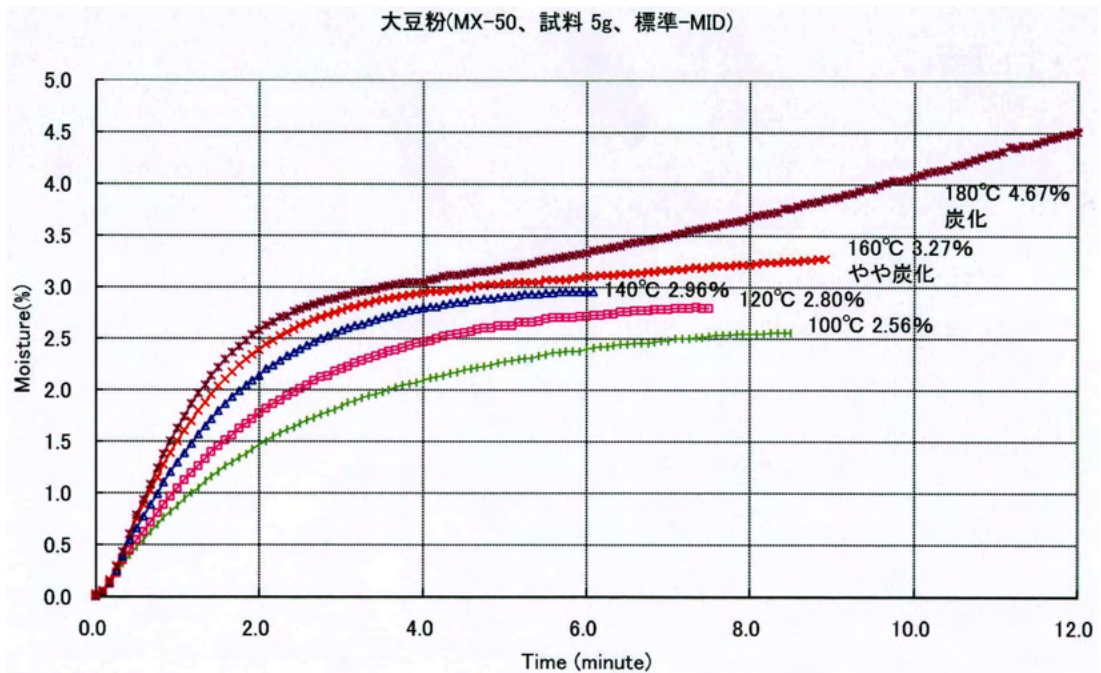
下の例のほか、前例の酒石酸ナトリウム二水和物や、ハンドソープ、洗濯のり、薄力粉、ミルク(植物性油脂)、寒天粉などもこのような測定経過となります。



2.加熱温度が高くなると、ある温度から水分率測定曲線の勾配(傾き)が急に増加する測定例

このような試料は、一度安定した水分率が安定した後に、水分率測定曲線の勾配が再度急に増加し始める手前の加熱温度で測定することをお勧めいたします。

一度平坦になった水分率変化曲線が、再度傾きを持つ場合、水以外の成分(脂質、添加物、有機物)の蒸散が考えられます。このような場合、加熱温度が高すぎると、測定値の信頼性や再現性、精度などが低下する可能性があります。



3.加熱温度を変化させても水分率測定 of 安定加熱条件が見つからない測定例

このような試料は加熱乾燥式水分計では測定しにくいものです。

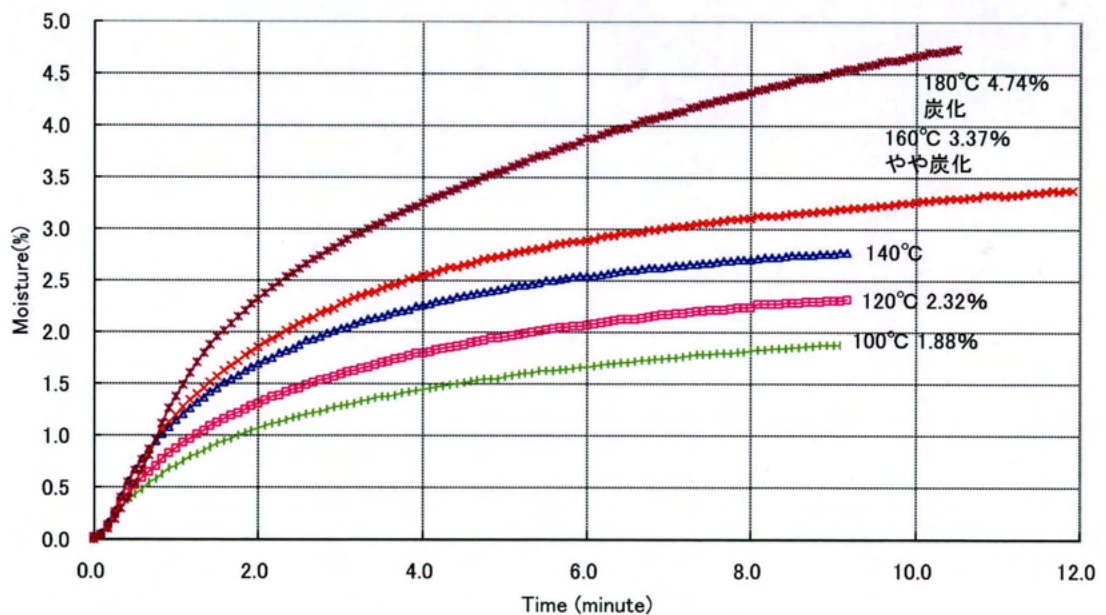
原因として、試料に揮発性の油分(脂質など)が多いため、試料の色が黒かったり、色が濃いため表面の炭化が起こりやすいためと考えられます。

しかし、加熱温度と測定終了条件(水分率の時間変化値である条件以下になったら測定終了)を設定し、毎回同一の測定条件(試料質量、加熱温度、測定終了条件)で測定すれば、試料の水分率を測定し評価することは十分可能です。

さらに、ガラス繊維シートを試料の上面に載せて、試料表面の炭化を防ぐことで高温の加熱が可能となり、測定時間の短縮や測定精度の向上に効果がある場合があります。

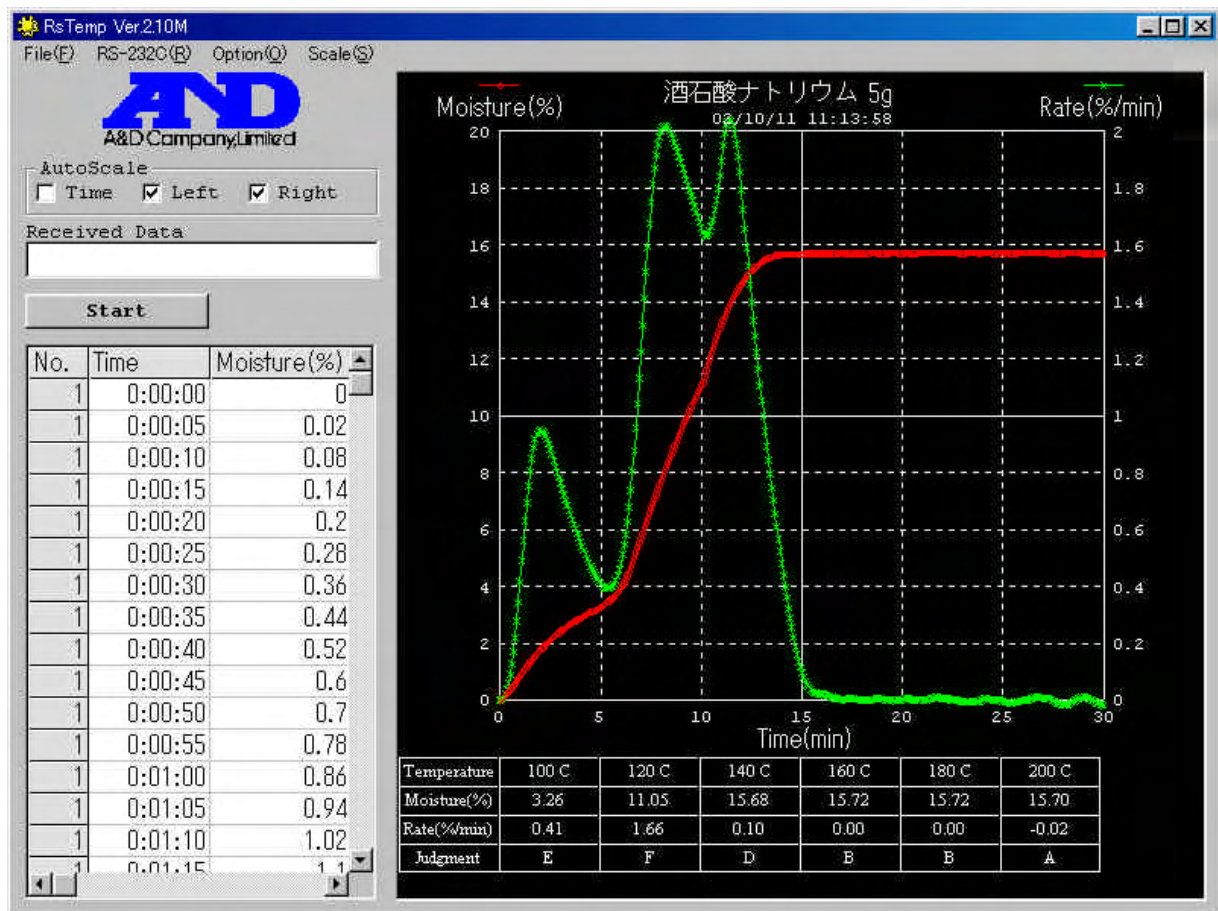
このような試料は下のコーヒー豆のほかに、緑茶などが挙げられます。

コーヒー豆(粉碎)(MX-50、試料 5g、標準-MID)



3. RsTemp による加熱温度の自動判定

応用編/ B.データ解析/3.RsTemp



RsTemp はMS、MX、MF、MLを用いて試料の水分率を測定する時の適切な加熱温度を自動的に判定する、『加熱温度判定ソフトウェア』です。

上の図は酒石酸ナトリウム二水和物を試料としてRsTempで測定した例を示しています。横軸は経過時間で、測定開始から0～5分間は100の加熱温度、5～10分間は120、10～15分間は140、15～20分間は160、20～25分間は180、25～30分間は200、と自動的に5分おきに20の間隔で加熱温度を上昇させながら水分率を測定します(測定開始温度=100、1ステップ当りの上昇温度=20、1ステップの測定時間=5分)。

図中の赤い曲線は、水分率の変化でその数値は左縦軸の値をとります。加熱温度の変化によってその勾配(傾き)が変化していることが分かります。

図中の緑色の曲線は、水分率変化曲線(赤色)の1分間当りの勾配(%/min)をプロットしたもので、その数値は右縦軸の値をとります。言い換えれば、水分率を $M(t)$ とすると、赤色の水分率曲線(関数)を時間 t で一次微分した曲線(関数) $dM(t)/dt$ が緑色の曲線となります。(各加熱温度区間で温度 T は一定)

また“測定開始温度”、“1ステップ当りの上昇温度”、“1ステップの測定時間”は変更が可能です。各設定項目の変更方法および制限等については、RsTempの取扱説明(RsTemp_ReadMe)をご覧ください。

このようにして測定、計算された結果がグラフの下に表で示されます。表の上から、

Temperature 加熱設定温度で、これは自動的に設定されます

Moisture(%) 水分率

Rate(%/min) 1分間当りの水分率の変化量

そして、**Judgment** が水分率測定に適した加熱温度を判定した結果で、アルファベット順にA,B,C,D,E,Fで判定し、判定Aの加熱温度がこの試料での水分率測定に最も適した加熱温度であることを判定します。

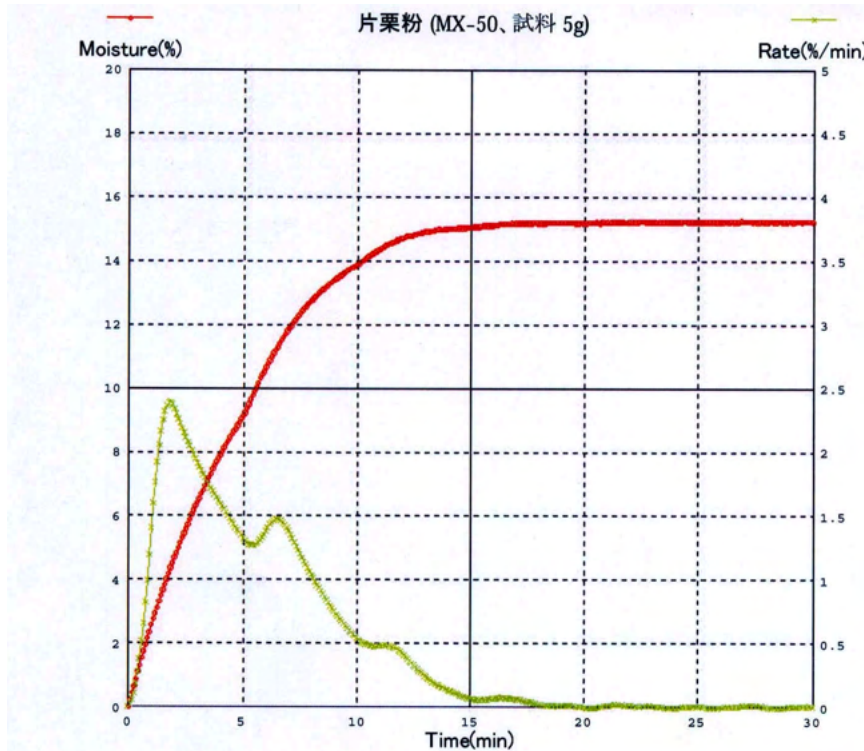
この加熱温度の判定は、加熱温度を変化させた測定結果から、それぞれの温度での水分率の安定度(水分率曲線の勾配、または1次微分値Rate(%/min))を評価して判定を行っています。

RsTempは測定、計算された結果から試料に適した加熱温度を判定するものですが、試料の加熱温度を決める際に重要なことはこれ以外に試験研究者の目視や嗅覚などによる試料の状態を経過観察、つまり、溶ける、焦げる、におう、分解などの試料の性状を観察して、これらを含めて最終的に最適な加熱温度を決めることが大切です。

*以下、RsTempを用いていくつかの加熱温度判定例を示します。(プリント出力形式)

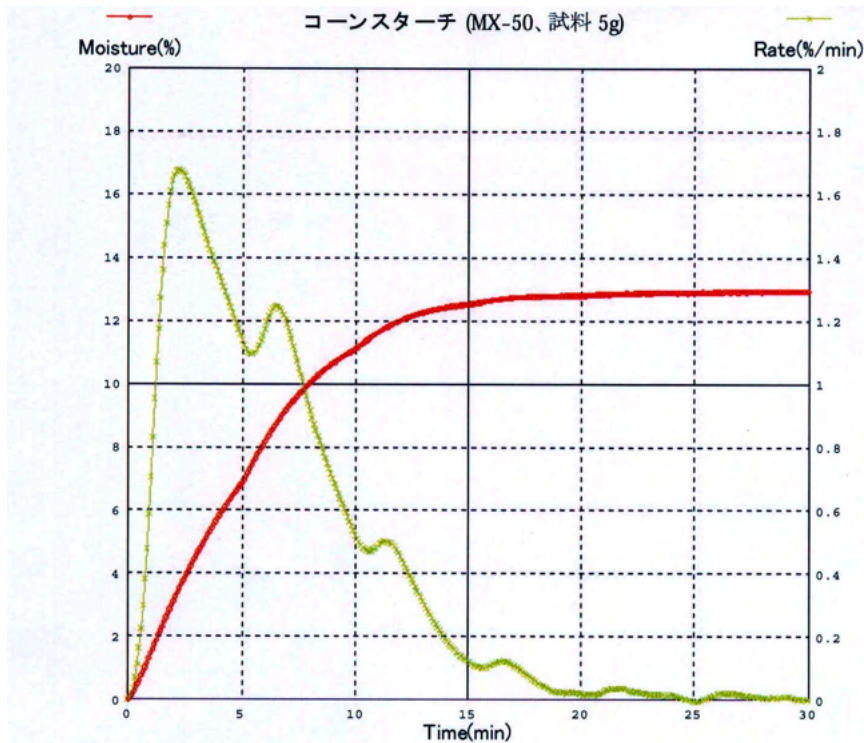
応用編/ B.データ解析/3.RsTemp

1.試料の耐熱温度が高く、加熱温度を変えても最終的に得られる水分率がほぼ一定である測定例



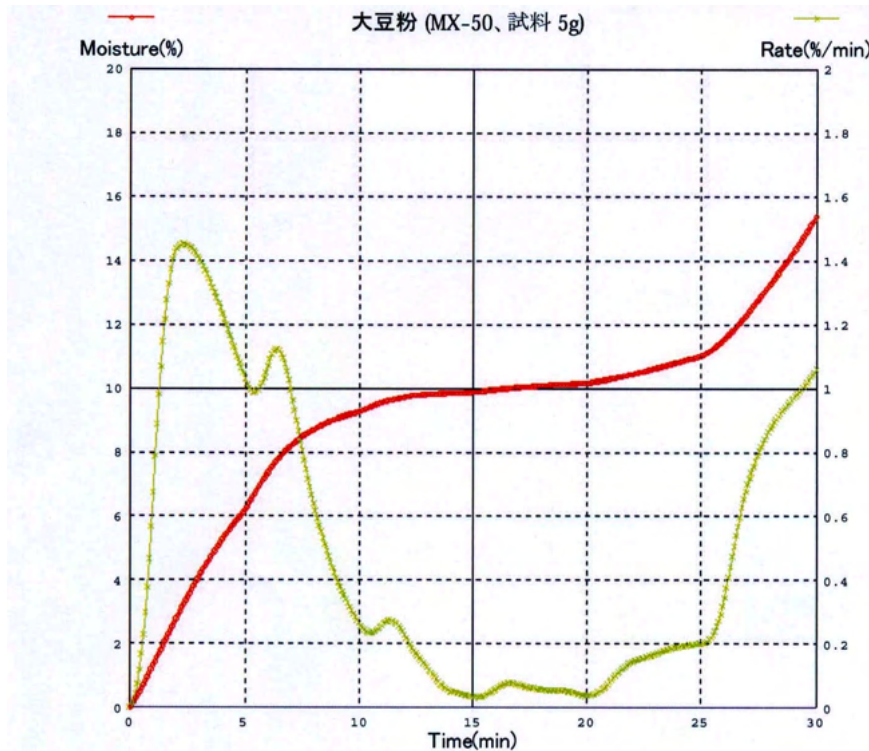
上図は片栗粉、下図はコーンスターチを試料として測定した結果です。
 Rate(%/min)が高温領域で安定して低値を示していることが分かります。
 この様な試料は、できる限り高温の加熱温度で測定することにより、短時間で測定が終了します。
 下の例のほかに、前例の酒石酸ナトリウム二水和物や、ハンドソープ、洗濯のり、薄力粉、ミルク(植物性油脂)、寒天粉などもこのような測定経過となります。

| Temperature | 100 C | 120 C | 140 C | 160 C | 180 C | 200 C |
|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Moisture(%) | 9.11 | 13.88 | 15.05 | 15.20 | 15.22 | 15.22 |
| Rate(%/min) | 1.33 | 0.54 | 0.07 | 0.00 | 0.01 | 0.00 |
| Judgment | F | E | D | A | C | A |



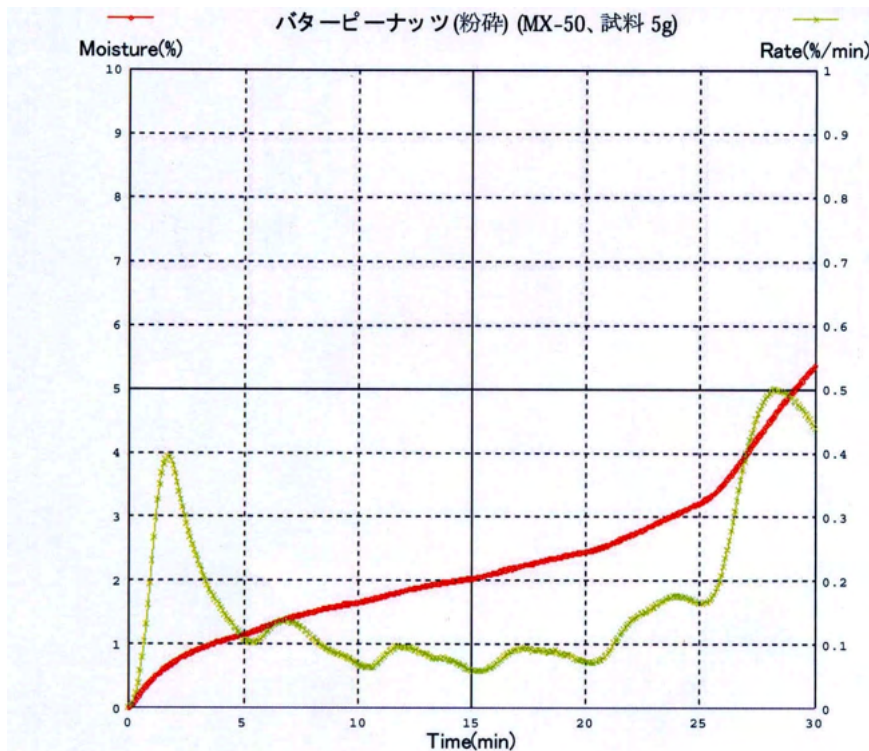
| Temperature | 100 C | 120 C | 140 C | 160 C | 180 C | 200 C |
|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Moisture(%) | 6.87 | 11.10 | 12.51 | 12.79 | 12.88 | 12.93 |
| Rate(%/min) | 1.14 | 0.52 | 0.12 | 0.02 | -0.01 | 0.00 |
| Judgment | F | E | D | C | A | B |

2.加熱温度が高くなると、ある温度から水分率測定曲線の勾配(傾き)が急に増加する測定例



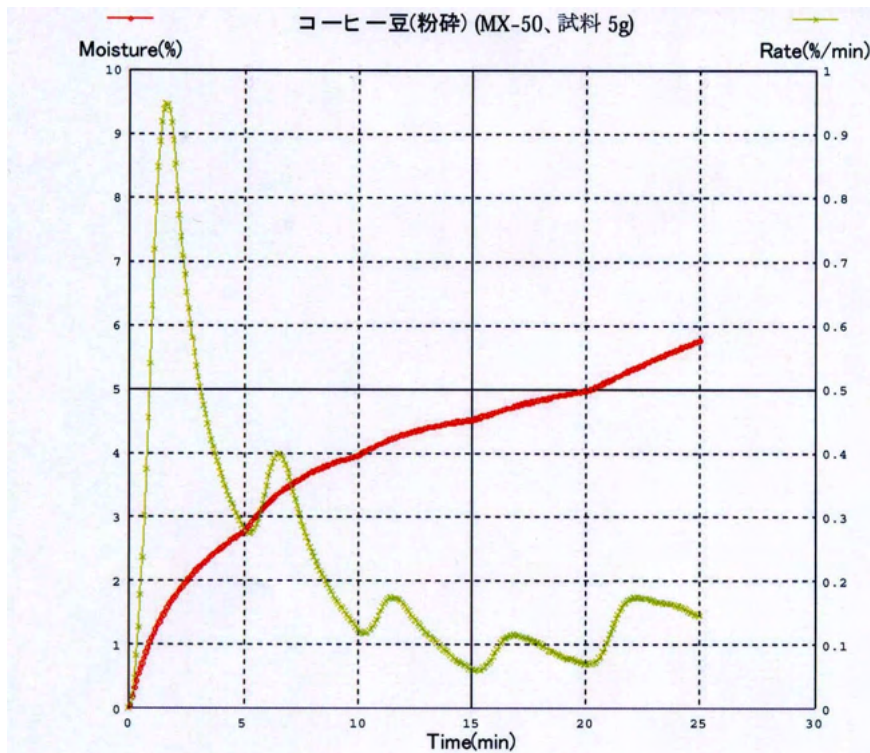
上図は大豆粉、下図はバターピーナッツを試料として測定した結果です。
 測定を開始してから Rate(%/min)が増加そして減少傾向を示し、一度低値をとり再び増加し始めます。180 以上で再度増加し始めることは、水以外の成分(脂質、有機物、添加物など)が蒸散し始めることや、試料の炭化が始まることなどが原因と考えられます。
 このような試料は加熱温度が高すぎると、測定値の信頼性や再現性、精度などが低下する場合があります。
 Rate(%/min)が再上昇し始める前の加熱温度で水分率の測定をお勧めいたします。

| Temperature | 100 C | 120 C | 140 C | 160 C | 180 C | 200 C |
|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Moisture(%) | 6.19 | 9.25 | 9.88 | 10.17 | 11.02 | 15.39 |
| Rate(%/min) | 1.03 | 0.27 | 0.04 | 0.04 | 0.20 | 1.06 |
| Judgment | E | D | A | A | C | F |



| Temperature | 100 C | 120 C | 140 C | 160 C | 180 C | 200 C |
|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Moisture(%) | 1.14 | 1.64 | 2.03 | 2.45 | 3.21 | 5.37 |
| Rate(%/min) | 0.11 | 0.07 | 0.06 | 0.07 | 0.17 | 0.44 |
| Judgment | D | B | A | B | E | F |

3.加熱温度を変化させても水分率測定 of 安定加熱条件が見つからない測定例



この図はコーヒー豆を試料として測定した結果です。

水分率曲線 (赤) は平坦に安定しませんが、その微分曲線 (緑) は測定開始後、増加そして減少傾向を示し、180 以上で再び増加に転じる傾向が分かります。このような試料は温度を高く設定すると、水につついて水以外の成分が連続的に蒸散したり、炭化が始まるものと考えられます。

しかし、Rate (%/min) が比較的低い値を示す温度で加熱すれば、比較的安定した水分率測定ができることが推測されます。

このような試料は加熱乾燥式水分計では測定しにくいものです。

ただし、加熱温度と測定終了条件 (水分率の時間変化値である条件以下になったら測定終了) を設定し、毎回同 の測定条件 (試料質量、加熱温度、測定終了条件) で測定すれば、試料の水分率を測定し評価することは十分に可能です。

さらに、ガラス繊維シートを試料の上面に載せ、試料表面の炭化を防ぐことで高温の加熱が可能となり、測定時間の短縮や測定精度の向上に効果がある場合があります。

このような試料は下のコーヒー豆のほか、緑茶などが挙げられます。

| Temperature | 100 C | 120 C | 140 C | 160 C | 180 C | 200 C |
|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Moisture(%) | 2.76 | 3.95 | 4.51 | 4.97 | 5.76 | |
| Rate(%/min) | 0.28 | 0.12 | 0.06 | 0.07 | 0.15 | |
| Judgment | E | C | A | B | D | |

メンテナンス編

A. ハロゲンランプについて

| No. | Question | Answer |
|-----|---------------------|---|
| 1 | ハロゲンランプの寿命はどの位ですか？ | 約 5000 時間です。 例えば、毎日 8 時間使用すると約 2 年間ご使用になれます。 |
| 2 | ハロゲンランプは自分で交換できますか？ | お客様で交換できます。 エ・アンド・デイ加熱乾燥式水分計 MS、MX、MF、ML 専用のハロゲンランプ(型番 AX-MX-34-120V)をご購入のうえ、製品の取扱説明書をお読みになって交換してください。 |

B. 清掃について

| | | |
|---|---|---|
| 1 | ハロゲンランプの下にある耐熱ガラス(ハウジング)が汚れると水分測定に影響するのですか？ | 汚れると、ハロゲンランプからの熱伝達(効率)が悪くなり、均一な熱放射ができなくなる場合があり、結果的に測定時間が長くなったり、再現性が悪くなる可能性があります。 MS、MX、MF、ML では容易に汚れを清掃することができます。耐熱ガラスが汚れた場合はなるべく早めに下記のように清掃してください。 耐熱ガラス(SRA ユニット)の取り外しは、2 本のネジを外すことで容易にできます。ガラス温度が常温まで十分に冷めていることを確認して取り外し、水洗いもしくは中性洗剤を利用し洗ってください。有機溶剤や化学ぞうきんは使用しないでください。 (耐熱ガラスの取り外しは、取扱説明書の『保守』『ハロゲンランプの交換方法』を参照してください) |
|---|---|---|