

HIRANUMA APPLICATION DATA	水分データAQVシリーズ	データNo	17	15/1/21
水分	糖類 – 容量滴定 グルコース、フルクトース、スクロース			

1. 測定の概要

AQV シリーズでは、カールフィッシャー容量滴定法を採用しています。

容量法では、カールフィッシャー試薬のヨウ素成分は滴定液に含まれており、水分量は滴定液の消費量をもとに求めます。



糖類の測定では、カールフィッシャー反応の一般溶媒であるメタノールに試料が難溶なため、糖類用の溶媒を用いる必要があります。平沼製の糖類水分測定溶媒 FM およびホルムアミドドライ F は糖類の測定に適しています。

本アプリケーションデータで使用した糖類水分測定溶媒 FM は、日本薬局方に記載されている水分測定用メタノール：水分測定用ホルムアミド混合溶媒 1：2 の混合比となっています。本溶媒は保管中にアンモニアが生成し、ブランク消去が安定しにくい、または時間を要するようになります。それを防ぐために、測定前に安息香酸もしくはサリチル酸を溶媒に加え、中和を行ってから測定を始める必要があります。

糖類水分測定溶媒 FM と別の比率でお使いいただく場合は、弊社販売のホルムアミドドライ F と一般水分測定溶媒 S を任意の割合で混合してご使用ください。こちらは、要時混合して調整すれば中和の必要性はありません。測定状況に応じて、お好みの溶媒をお選びください。

本アプリケーションデータでは、粉末状のグルコース、フルクトース、スクロースを直接滴定セルに投入して水分測定を行いました。

2. 装置構成および試薬

1) 装置構成

本体	:	平沼自動水分測定装置	AQV-2200
滴定セル	:	滴定セル(ドレインコックなし), p/n	D327511-1
採取器	:	粉末ロート(足外径 12mm 以下)	

2) 試薬

滴定液	:	アクアライト KF1
滴定溶媒	:	糖類水分測定溶媒 FM
中和剤	:	安息香酸 (試薬特級)

3. 測定手順

- ① 滴定セルふたの共栓を外して、糖類水分測定溶媒 FM 50mL と安息香酸 3g を加えます。図 3・1 に滴定溶媒の注入図、図 3・2 に中和剤の投入図を示します。
 - ② 滴定セル内のブランクを消去し、セル内を無水状態で安定させます。
 - ③ バイアル瓶などの試料を入れて保管している容器を天秤に載せて、風袋を消去します。
 - ④ 滴定セルふたの共栓を取り外して、図 3・2 のように粉末ロートを差し込み、薬さじを用いて試料を加えます。投入後は共栓を取り付けます。
 - ⑤ 測定を開始します。測定条件は図 4・1 に示します。
 - ⑥ 再度試料容器を正確に秤量し、秤量値を試料量として本体に入力します。
- * 薬さじやロートに試料が付着してしまう場合は、これらも風袋に含めます。



図 3・1 滴定溶媒の注入図

* 説明図はドレインコック付セルです

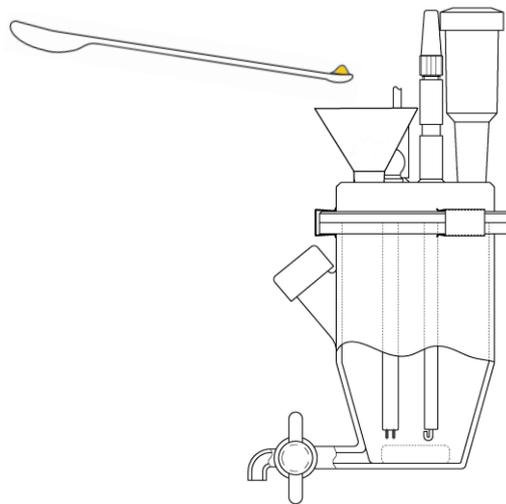


図 3・2 粉末ロートと薬さじによる試料および中和剤の投入図 (直接滴定法)

* 説明図はドレインコック付セルです

4. 測定条件例および測定結果

項目	
計算式	0:重量採取(S)
待ち時間	30 秒
最大滴加量	20 mL
最小滴加量	0.01 mL
S. タイマ	3 分
KF試薬力価	1.0868 mg/mL
KF Buret No.	1
KF吐出速度	12 mL/分
KF吸引速度	12 mL/分
BG自動補正	OFF
試料量入力	毎回入力
ブランク値	0 mL
水分量単位	AUTO
検出メソッド	電流法
ソルベント	FM
断続制御点	150 μ A
終点	200 μ A
オートインターバル	0 g

図 4・1 測定条件例

表 4・1 測定結果

試料名	滴定液/滴定溶媒	試料量 (g)	滴定値 (mL)	測定値 (mg)	水分量 (ppm)	統計計算結果
グルコース	アクアライトKF1	0.7383	1.41	1.532	2075.0	平均値 2076.0 ppm
	糖類水分測定溶媒FM	0.6805	1.27	1.380	2028.0	標準偏差 49.0 ppm
		0.4549	0.89	0.967	2126.0	変動係数 2.4 %
フルクトース	アクアライトKF1	0.6485	0.35	0.380	586.0	平均値 585.1 ppm
	糖類水分測定溶媒FM	0.7050	0.38	0.413	585.8	標準偏差 1.4 ppm
		0.5965	0.32	0.348	583.4	変動係数 0.2 %
スクロース	アクアライトKF1	0.4116	0.29	0.315	765.3	平均値 762.5 ppm
	糖類水分測定溶媒FM	0.6171	0.43	0.467	756.8	標準偏差 4.9 ppm
		0.7238	0.51	0.554	765.4	変動係数 0.6 %

5. 摘要

水分測定を行うときは下記の点に注意して測定を行ってください。

- ① ビュレットに充填した滴定液は測定前にパージ操作を行い、均一になった状態で使用してください。
- ② KF 滴定液は非水溶媒をベースにしているため、測定中はなるべく一定の室温で行ってください。
- ③ 固体試料の採取は速やかに行い、試料と外気が接触する時間を短くしてください。水分量が低い場合は同一の操作手順で空試験を行い、結果を測定条件のブランク値に入力します。

キーワード：糖類、グルコース、フルクトース、スクロース