

<b>HIRANUMA APPLICATION DATA</b>	水分データAQVシリーズ	データNo	19	18/11/28
<b>水分</b>	<b>糖類－容量滴定</b> <b>水標準品による滴定液の標定</b> <b>グラニュー糖の水分測定</b>			

## 1. 測定の概要

平沼 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。



本アプリケーションデータでは、グラニュー糖の水分を測定しています。グラニュー糖はメタノールに溶解しにくいいため、滴定溶媒には溶解性の高いメタノールとホルムアミドの混合溶媒を使用しています。さらに試料を溶解しやすくするため、滴定セルには温水を流すための外筒を備えたものを使用して、滴定溶媒を 45 °C に加温しました。

グラニュー糖に含まれ得る水分は数 100 ppm 程度であることが多いため、滴定液は低力価のアクアライト KF1(力価 1 mg/mL)を使用しました。低力価の滴定液の標定において標準物質に純水を使用すると、純水の添加量が 10～20 mg と少ないため正確な添加および秤量が困難になります。そのため、標準物質にはアンプル入りで水分 1 %の標準液である水標準品力価 10 を使用しました。

参考文献：JIS K0113 電位差、電流、電量、カールフィッシャー滴定法通則

## 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-2200A
滴定セル	:	冷却槽付滴定セル(ドレンコックなし), p/n	D327526-1
採取器	:	粉末ロート(足外径 12 mm 以下)	
注射器	:	ガラス製	10 mL

### 2) 平沼カールフィッシャー試薬・アクアライトシリーズ

滴定液	:	アクアライト	KF1
水分測定用メタノール	:	一般水分測定溶媒	S
水分測定用ホルムアミド	:	ホルムアミドドライ	F
滴定溶媒	:	一般水分測定溶媒 S/ホルムアミドドライ F	容量比(1:2)混液
標準物質	:	水・標準品	力価 10 (試験成績書記載値 10.00 mg/g)

### 3) その他

循環式恒温水槽	:	市販品 (45 °C の温水を循環できるもの)
---------	---	-------------------------

### 3. 測定手順

#### 1) 力価標定

- ① 滴定セルの共栓を外して滴定溶媒 50 mL を加えます。図 3・1 に注入図を示します。
- ② 循環式恒温水槽を用いて滴定セルの外筒に 45 °C 温水を循環させ、滴定溶媒を加温します。
- ③ 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。
- ④ 水標準品力価 10 のアンプルを開封して、内容物を注射器に採取します。アンプルの開封時はけが防止のため、水標準品に同梱されている取扱説明書の記載に従って取り扱ってください。図 3・2 に示すように梱包箱を使用してアンプルを立てると、採取作業が行いやすくなります。
- ⑤ 滴定セルの試料注入用ゴム栓より注射器を用いて試料を加えます。図 3・3 に注射器による試料の注入図を示します。
- ⑥ 測定を開始します。測定条件は図 4・1 に示します。
- ⑦ 注射器を正確に秤量し、秤量値を試料量として本体に入力します。

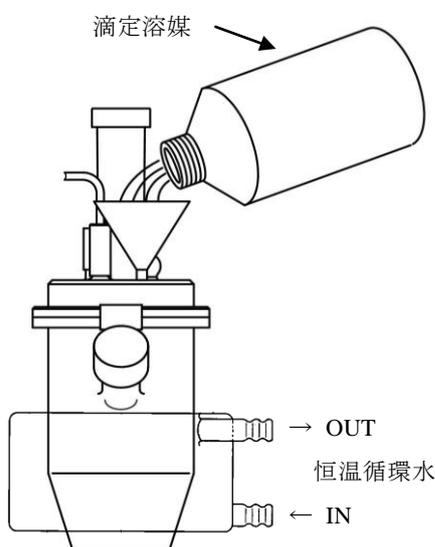
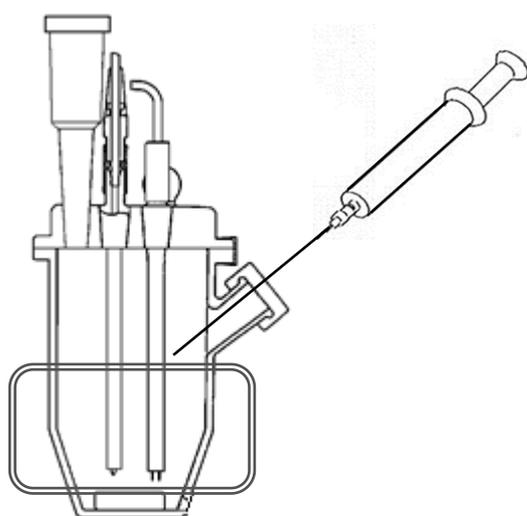


図 3・1 滴定溶媒の注入図



図 3・2 水・標準品 力価 10 と梱包箱



注意点

- ① 試料注入のときに注射針を滴定溶媒の液面に付けないようにします。
- ② 注射針の針先は以下の図のように下に向けて試料を注入します。



- ③ 注射針を滴定セルから抜くときは、少し空気を吸い込み試料注入用ゴム栓に試料が付着しないようにします。

図 3・3 注射器による試料の注入図

## 2) 試料の測定

- ① 滴定セルの共栓を外して滴定溶媒 50 mL を加えます。図 3・1 に注入図を示します。
  - ② 滴定セルの外筒に 45 °C の温水を循環させ、滴定溶媒を加温します。
  - ③ 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。
  - ④ 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。
  - ⑤ 滴定セルふたの共栓を取り外して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。図 3・4 に粉末ロートと薬さじによる試料の投入図を示します。
  - ⑥ 測定を開始します。測定条件は図 4・1 に示します。
  - ⑦ 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。

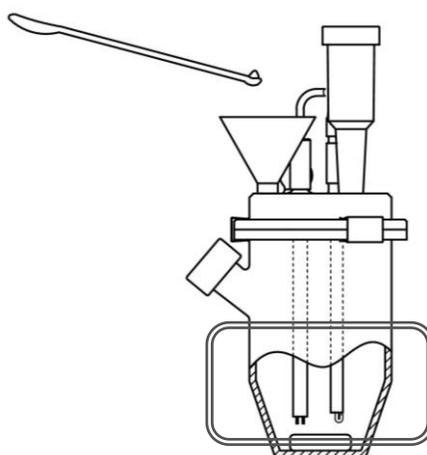


図 3・4 粉末ロートと薬さじによる試料の投入図

## 4. 測定条件例および測定結果

項目		項目	
計算式	8:K F 試薬の力価標定 (標準物質使用)	計算式	0:重量採取 (S)
待ち時間	30 秒	待ち時間	30 秒
最大滴加量	20 mL	最大滴加量	20 mL
最小滴加量	0.01 mL	最小滴加量	0.0 mL
S. タイマ	0 分	S. タイマ	10 分
KF Buret No.	1	K 試薬力価	1.0853 g/mL
標準物質の水分	1.000 %	KF Buret No.	1
KF吐出速度	24 mL/分	K 吐出速度	24 mL/分
KF吸引速度	24 mL/分	K 吸引速度	24 mL/分
BG自動補正	ON	B 自動補正	ON
試料量入力	毎回入力	試料量入力	毎回入力
ブランク値	0 mL	ブランク値	0 mL
検出メソッド	電位差法	水分量単位	AUTO
ソルベント	S,O,CE	検出メソッド	電位差法
断続制御点	150 mV	ソルベント	S,O,CE
終点	4	断続制御点	150 mV
オートインターバル	0 g	終点	4
力価自動入力	OFF	オートインターバル	0 g

図 4・1 測定条件例 (左：力価標定、右：試料測定)

表 4・1 滴定液の力価標定結果

試料名	測定数	試料量 (g)	BG (mL)	滴定値 (mL)	力価 (mg/mL)	統計計算結果	
水標準品 力価10	1	0.8749	0.020	8.13	1.0788	平均値	1.0853 mg/mL
	2	1.0943	0.036	10.11	1.0863	標準偏差	0.0051 mg/mL
	3	1.0697	0.052	9.87	1.0895	変動係数	0.47 %
	4	1.0814	0.054	9.97	1.0906		
	5	1.0263	0.050	9.54	1.0815		

表 4・2 試料の水分測定結果

試料名	測定数	試料量 (g)	BG (mL)	滴定値 (mL)	測定値 (mg)	水分量 (ppm)	統計計算結果	
グラニュー糖	1	3.1130	0.096	0.81	0.775	249.0	平均値	239.2 ppm
	2	3.1342	0.130	0.81	0.738	235.5	標準偏差	9.2 ppm
	3	3.1568	0.119	0.82	0.761	241.1	変動係数	3.86 %
	4	6.2303	0.121	1.48	1.475	236.7		
	5	6.2351	0.132	1.56	1.550	248.6		
	6	6.2127	0.136	1.42	1.394	224.4		

## 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 メタノールとホルムアミドの混液は長期間の保管によりアンモニアが発生し、ブランク消去の安定化に時間を要するようになります。このような現象が見られた場合は、滴定溶媒 50 mL に対して安息香酸約 3 g または純水 20~30 mg 程度を添加すると、ブランク消去が速やかに行われます。また滴定溶媒は使用時に混合して調製することをお勧めします。
- ② グラニュー糖の測定においては、測定条件の S-Timer に試料の溶解時間として 10 分を設定しました。繰り返し測定を行うことによって試料が溶けにくくなった場合、新しい溶媒に交換を行ってください。本報においては試料測定 3 回毎に滴定溶媒を新しいものに交換しました。
- ③ 本報の測定においては、測定条件の(BG 自動補正)を ON に設定しています。この機能により、試料測定中に無水状態を維持するために消費された KF 滴定液の容量(バックグラウンド水分)による、試料の水分測定結果へ影響を補正しています。詳細理由は以下の通りです。  
本報の測定では通常の測定よりも無水化が安定しにくい実験条件となっており、ブランク消去において KF 滴定液が約 0.01 mL/分ほど消費されます。これは次の実験条件に起因します。  
(i)低力価の KF 滴定液, (ii)ホルムアミド含有滴定溶媒, (iii)滴定溶媒の加温  
試料の測定に 10 分程度要することから、測定中に無水状態を維持するために消費される KF 滴定液の容量は約 0.1 mL となります。試料の測定によって消費される KF 滴定液は約 1 mL であり、バックグラウンド水分による測定結果へ影響が大きいと、補正が必要となります。
- ④ 水標準品のアンプルを開封して注射器に採取する前に、器具に付着している水分による吸湿を防ぐため、注射器の共洗いを実施してください。アンプルからの採取作業に時間を要する場合や、KF 電量法向けの水分濃度がより低い水標準品を使用する場合、開封したアンプルに速やかにセプタムを被せると、採取作業中のアンプル内容物の吸湿を抑えることができます。アンプルに取り付けるセプタムには、滴定セル用消耗品の”試料注入用ゴム栓(P/N)E327150-A”がアンプルにフィットするため好適です(図 5・1)。



図 5・1 開封したアンプルへの試料注入用ゴム栓の取付

キーワード：糖類，グラニュー糖，ホルムアミド，水標準品，加温