

食品

グレープフルーツジュースの酸(クエン酸)と
アミノ態窒素の連続測定

1. 測定の概要

グレープフルーツジュース中の酸（クエン酸）とアミノ態窒素を連続して滴定して各成分を定量する例をご紹介します。

酸の測定は、「果実飲料の日本農林規格(平成 24 年 7 月 17 日農林水産省告示第 1690 号)」（JAS）に記載の酸度の測定方法に基づいて測定します。アミノ態窒素の測定は、バンスライク法の簡便法であるホルモル法により測定します。

本法は、まず試料溶液を pH8.1 となるまで(1)式に従って水酸化ナトリウム標準液で滴定して酸（クエン酸）を測定します。引き続き pH 調整のため pH8.4 まで水酸化ナトリウムを滴加します。ここで中性ホルムアルデヒド溶液を加え、(2)式のように試料中のアミノ酸とホルマリンを反応させ、生成したカルボン酸を(3)式に従って水酸化ナトリウムで pH8.4 まで滴定してアミノ態窒素を測定します。測定フローを図 1 に示します。

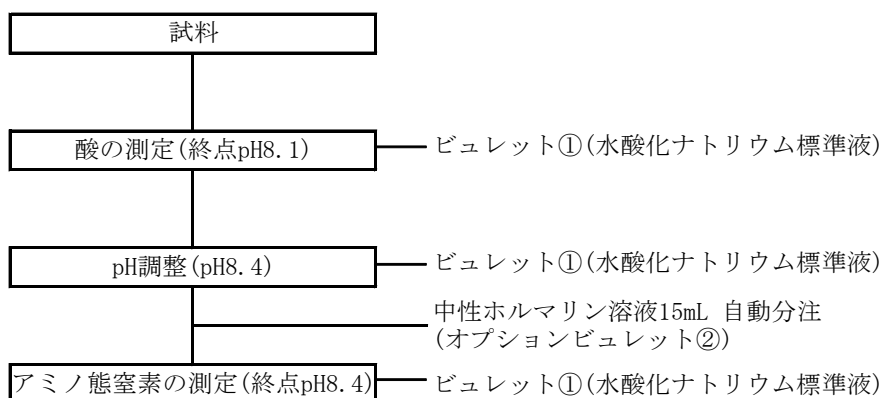
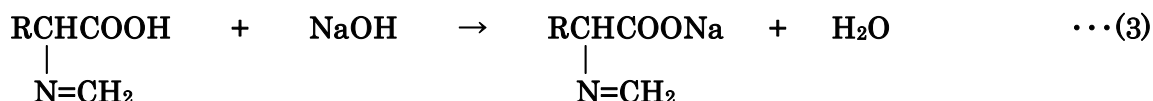
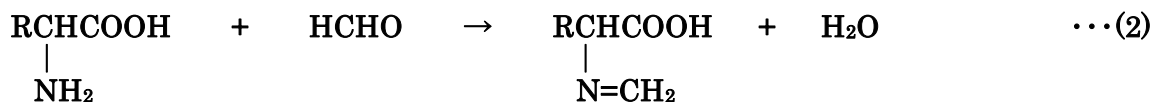
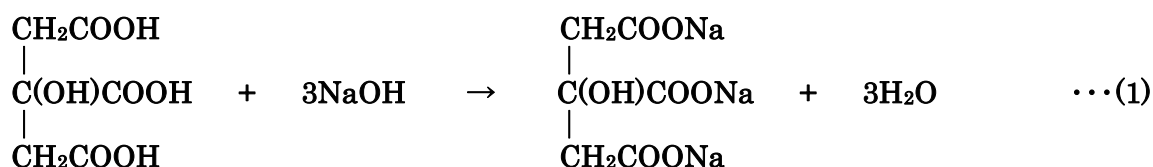


図 1 測定フロー

2. 装置構成および試薬

(1) 装置構成

本体	: 平沼自動滴定装置	COM シリーズ
オプション	: ビュレット	1 台
電極	: ガラス電極	GE-101B
	比較電極	RE-201
	サーミスタ電極	TE-403 または TE-401

※ガラス電極および比較電極の代わりに、ガラス比較複合電極も使用可能です。
ガラス比較複合電極としては以下のようなものがあります。

- ・GR-501B(固定スリーブ型)、GR-511B(可動スリーブ型)

(2) 試薬

滴定液	: 0.1mol/L 水酸化ナトリウム標準液
添加液	: 中性ホルマリン溶液 15mL
調製方法	: ホルマリンを 1mol/L または 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液を加えて pH8.4 に調整したもの。

3. 測定手順

(1) pH 校正

中性りん酸塩 pH 標準液(pH6.86)およびほう酸塩 pH 標準液(pH9.18)による pH 校正を行ってください。

(2) 酸度の測定

- ① 試料約 5g をビーカ 200mL に採取し、質量を正確に秤量します。
- ② 純水を加えて液量を約 100mL とします。
- ③ 電極を浸漬して滴定を開始し、0.1mol/L 水酸化ナトリウム標準液で pH8.1 まで滴定します。
- ④ 引き続き pH8.4 となるまで、0.1mol/L 水酸化ナトリウム標準液を滴加します。
- ⑤ 中性ホルマリン溶液 15mL を自動分注します(オプションのビュレット)。
- ⑥ 0.1mol/L 水酸化ナトリウム標準液で pH8.4 まで滴定します。
- ⑦ ①から③までの操作で空試験(試料採取なし)を行って、ブランクを求めます。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

ブランクの測定

コンディションNo.	1	コンスタントNo.	1	制御モードNo.	14
メソッド	設定点検出	S:試料量	0.0000 g	山越タイマ	0 秒
ビュレットNo.	1	B:ブランクmL	0.0000 mL	滴加係数	0
アンプNo.	1	M:滴定液濃度	0.1000 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.0050	待ち時間	3 秒
スタートタイマ	10 秒	K:係数1	0.000	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数2	0.000	ビュレット速度	2
滴定方向	↑	結果単位	mL	最小滴加量	8
検出開始 mL	0 mL	計算式			0.01 mL
終点pH	8.1 pH		D		
過滴加 mL	0 mL	小数点以下桁数	3		
最大滴加mL	1 mL	自動入力先パラメータ	無し		

試料の測定

① 水酸化ナトリウム標準液による酸(クエン酸)の滴定

コンディションNo.	2	コンスタントNo.	2	制御モードNo.	20
メソッド	設定点検出	S:試料量	0.0000 g	山越タイム	0 秒
ピュレットNo.	1	B:ブランクmL	0.0160 mL	滴加係数	5
アンプNo.	1	M:滴定液濃度	0.1000 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.0050	待ち時間	3 秒
スタートタイム	10 秒	K:係数1	64.000	待ち感度	3 mV
連続滴加 pH	6.5 pH	L:係数2	0.000	ピュレット速度	4
滴定方向	↑	結果単位	%	最小滴加量	40
反応タイム	15 秒	計算式			
検出開始 pH	0 pH		(D-B)*K*F*M/(S*10)		0.05 mL
終点pH	8.1 pH	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0 mL	自動入力先パラメータ	無し		
最大滴加mL	20 mL				

② 水酸化ナトリウム標準液により pH8.4 まで滴定

コンディションNo.	3	コンスタントNo.	3	制御モードNo.	21
メソッド	設定点検出	S:試料量	0.0000 g	山越タイム	0 秒
ピュレットNo.	1	B:ブランクmL	0.0000 mL	滴加係数	0
アンプNo.	1	M:滴定液濃度	0.1000 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.0050	待ち時間	3 秒
スタートタイム	0 秒	K:係数1	0.000	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数2	0.000	ピュレット速度	2
滴定方向	↑	結果単位	mL	最小滴加量	20
検出開始 mL	0 mL	計算式			0.025 mL
終点pH	8.4 pH		D		
過滴加 mL	0 mL	小数点以下桁数	3		
最大滴加mL	20 mL	自動入力先パラメータ	無し		

③ 中性ホルマリン溶液の分注

コンディションNo.	4
メソッド	分注
ピュレットNo.	2
スタートタイム	0 秒
分注量	15 mL

④ 水酸化ナトリウム標準液によるアミノ態窒素の滴定

コンディションNo.	5	コンスタントNo.	5	制御モードNo.	5
メソッド	設定点検出	S:試料量	0.0000 g	山越タイム	0 秒
ピュレットNo.	1	B:ブランクmL	0.0000 mL	滴加係数	5
アンプNo.	1	M:滴定液濃度	0.1000 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	pH	F:ファクタ	1.0050	待ち時間	3 秒
スタートタイム	30 秒	K:係数1	14.000	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	6.0 pH	L:係数2	0.000	ピュレット速度	2
滴定方向	↑	結果単位	mg/100	最小滴加量	40
反応タイム	15 秒	計算式			
検出開始 mL	6.5 pH		(D-B)*K*M*F/(S*10)*1000		0.05 mL
検出感度	8.4 pH	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.1 mL	自動入力先パラメータ	無し		
最大滴加mL	20 mL				

測定結果

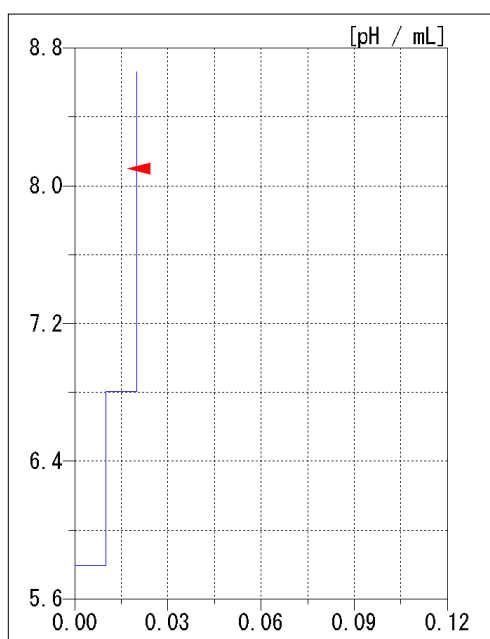
酸のブランクの測定

測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)
1	—	0.015
2	—	0.017
3	—	0.017
平均値 (ブランク)		0.016 mL

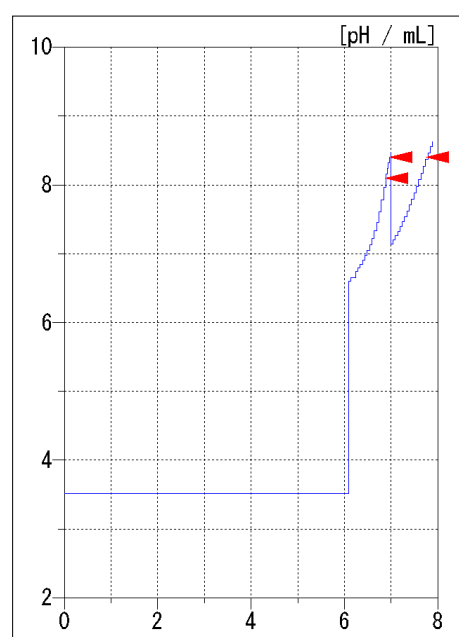
試料の測定結果

測定回数	酸(クエン酸)			アミノ態窒素	
	試料量 (g)	滴定値 (mL)	濃度 (%)	滴定値 (mL)	濃度 (mg/100g)
1	4.6181	6.799	0.945	0.785	23.917
2	4.7046	6.922	0.944	0.796	23.806
3	4.6569	6.874	0.947	0.791	23.899
平均値		0.945 %	平均値	23.874 mg/100g	
標準偏差		0.002 %	標準偏差	0.060 mg/100g	
変動係数		0.162 %	変動係数	0.250 %	

滴定曲線例



酸のブランクの測定



試料の測定

5. 概要

本法はバンスライク法の簡便法として活用されていますが、使用にあたっては各公定分析法への摘要可否を調査して使用ください。

類似分析法として、タウリンの定量（日本薬局方 16 改正）があります。

キーワード：グレープフルーツジュース、アミノ態窒素、クエン酸、バンスライク法、ホルモル法、ホルムアルデヒド