

## 有機酸

## アスコルビン酸とアスコルビン酸ナトリウムの分別定量

## 1. 測定の概要

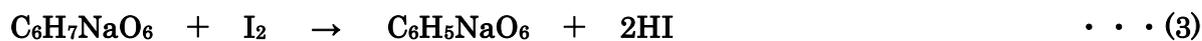
アスコルビン酸は、酸としての働きの他に強い還元剤としての働きを有します。一方、アスコルビン酸ナトリウムは、酸としての働きはありませんが、アスコルビン酸と同様に還元剤としての働きを有します。アスコルビン酸の定量法は、JIS K 9502 および日本薬局方に規定されています。アスコルビン酸の定量法には、中和滴定法とヨウ素滴定法があります。

本稿では、まず、水酸化ナトリウム標準液を用いてアスコルビン酸を中和滴定して測定します(式(1))。次に、ヨウ素標準液を用いて、総アスコルビン酸量(アスコルビン酸とアスコルビン酸ナトリウム)を酸化還元滴定して測定(式(2)および(3))し、総アスコルビン酸量からアスコルビン酸を減算してアスコルビン酸ナトリウムを分別定量する例についてご紹介します。

(1) 中和滴定の反応式



(2) 酸化還元滴定の反応式



## 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 : ビュレットおよびビュレットヘッド 各1台  
電極 : ガラス比較複合電極 GR-501B IE-1 へ接続  
白金電極 PT-301 IE-2 へ接続

(2) 試薬

滴定液 : 0.1mol/L 水酸化ナトリウム標準液  
0.05mol/L ヨウ素標準液  
添加液 : 2%メタリン酸溶液 50mL

### 3. 測定手順

#### (1) アスコルビン酸の測定

- ① 試料約 0.4g を 100mL ビーカに採取し、精確に秤量します。
- ② 純水を約 40mL 加えます。
- ③ 電極を浸漬し、0.1mol/L 水酸化ナトリウム標準液で滴定を行ないます。

#### (2) アスコルビン酸ナトリウムの測定

- ① 試料約 0.4g を 100mL ビーカに採取し、精確に秤量します。
- ② 2%メタリン酸溶液 50mL を加えます。
- ③ 0.05mol/L ヨウ素標準液(オプションのビュレットおよびビュレットヘッドを使用)で滴定を行ないます。

### 4. 測定条件例および測定結果

#### 滴定条件例

#### (1) アスコルビン酸の測定

コンディションNo.	1	コンスタントNo.	1	制御モードNo.	4
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0.4036 g	山越タイム	0 秒
ビュレットNo.	1	B:ブランクmL	0.0000 mL	滴加係数	9
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	1.0040	待ち時間	3 秒
スタートタイム	5 秒	K:係数1	176.130	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
反応タイム	0 秒	結果単位	mg/g	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	(D-B)*K*F*M/S		0.05 mL
検出感度	200	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0.2 mL	自動入力先パラメータ	無し		
最大滴加mL	20 mL				

## (2) アスコルビン酸ナトリウムの測定

コンディションNo.	2	メソッド	変曲点検出	コンスタントNo.	2	制御モードNo.	20
ピュレットNo.	2	試料量	0.4042 g	S:試料量	0.4042 g	山越タイマ	0 秒
アンブNo.	2	B:ブランクmL	0.0000 mL	B:ブランクmL	0.0000 mL	滴加係数	2
表示単位	mV	M:滴定液濃度	0.0500 mol/L	M:滴定液濃度	0.0500 mol/L	滴加感度	0 mV
スタートタイマ	30 秒	F:ファクタ	1.0010	F:ファクタ	1.0010	待ち時間	3 秒
連続滴加 mL	7 mL	K:係数1	176.130	K:係数1	176.130	待ち感度	3 mV
反応タイマ	30 秒	L:係数2	0.000	L:係数2	0.000	ピュレット速度	2
検出開始 mL	0.5 mL	結果単位	mg/g	結果単位	mg/g	最小滴加量	40
検出感度	500	計算式	(D-B)*K*F*M/S	計算式	(D-B)*K*F*M/S		0.05 mL
過滴加 mL	0.2 mL	小数点以下桁数	4	小数点以下桁数	4		
最大滴加mL	20 mL	自動入力先パラメータ	無し	自動入力先パラメータ	無し		
コンディションNo.	3	メソッド	計算	コンスタントNo.	3		
		S:試料量	0.4042 g	S:試料量	0.4042 g		
		B:ブランクmL	0.0000 mL	B:ブランクmL	0.0000 mL		
		M:滴定液濃度	0.0000 mol/L	M:滴定液濃度	0.0000 mol/L		
		F:ファクタ	0.0000	F:ファクタ	0.0000		
		K:係数1	116.920 ※1	K:係数1	116.920 ※1		
		L:係数2	1.125 ※2	L:係数2	1.125 ※2		
		結果単位	mg/g	結果単位	mg/g		
		計算式	(CA-K)*L	計算式	(CA-K)*L		
		小数点以下桁数	4	小数点以下桁数	4		
		自動入力先パラメータ	無し	自動入力先パラメータ	無し		

※1 K (係数 1) には中和滴定によるアスコルビン酸の測定値を入力します。

※2 L (係数 2) はアスコルビン酸をアスコルビン酸ナトリウムに換算する係数です。

( $C_6H_7NaO_6$  (198.11) /  $C_6H_8O_6$  (176.13))

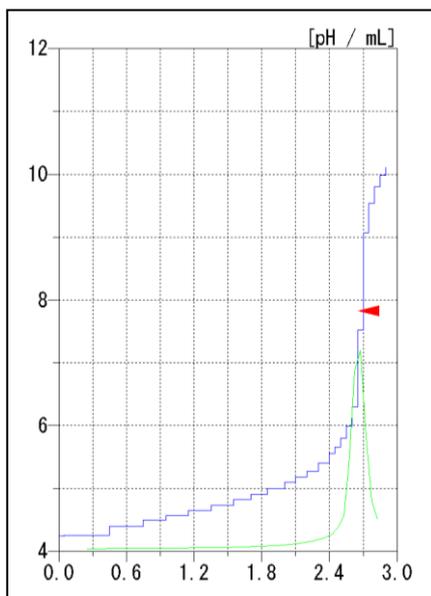
## 測定結果

## アスコルビン酸の測定結果

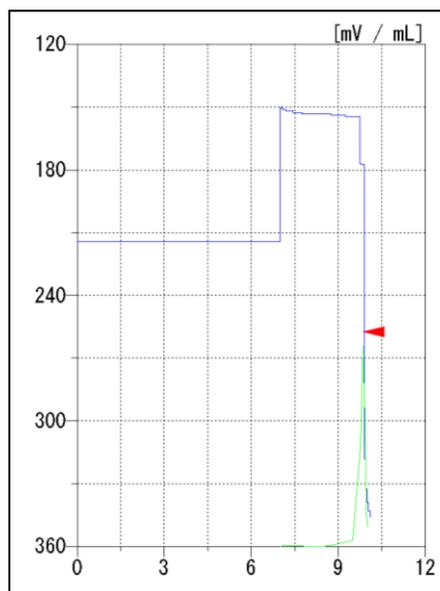
測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)	アスコルビン酸 (mg/g)	統計計算結果	
1	0.4036	2.671	117.028	平均値	<b>116.92</b> mg/g
2	0.4021	2.659	116.931	標準偏差	0.12 mg/g
3	0.4055	2.678	116.796	変動係数	0.10 %

## アスコルビン酸ナトリウムの測定結果

測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)	総アスコルビン酸 (mg/g)	アスコルビン酸ナトリウム (mg/g)	統計計算結果	
1	0.4042	9.858	215.001	110.341	平均値	<b>110.70</b> mg/g
2	0.4056	9.922	215.671	111.095	標準偏差	0.38 mg/g
3	0.4064	9.925	215.275	110.649	変動係数	0.34 %



アスコルビン酸の測定



アスコルビン酸ナトリウムの測定

### 滴定曲線例

## 5. 摘要

アスコルビン酸の各種定量法について

本稿では、アスコルビン酸の定量法としてヨウ素滴定法を用いましたが、その他のアスコルビン酸の定量法として、インドフェノール法があります。この測定法は、メタリン酸中においてインドフェノール標準液によって青色から赤色に変色する点を終点とするものです。インドフェノール法の特長として、果汁などのアスコルビン酸の定量において、ヨウ素滴定法に比較して選択性が高いと言われています。

キーワード：アスコルビン酸とアスコルビン酸ナトリウムの分別定量、中和滴定、酸化還元滴定、ヨウ素滴定