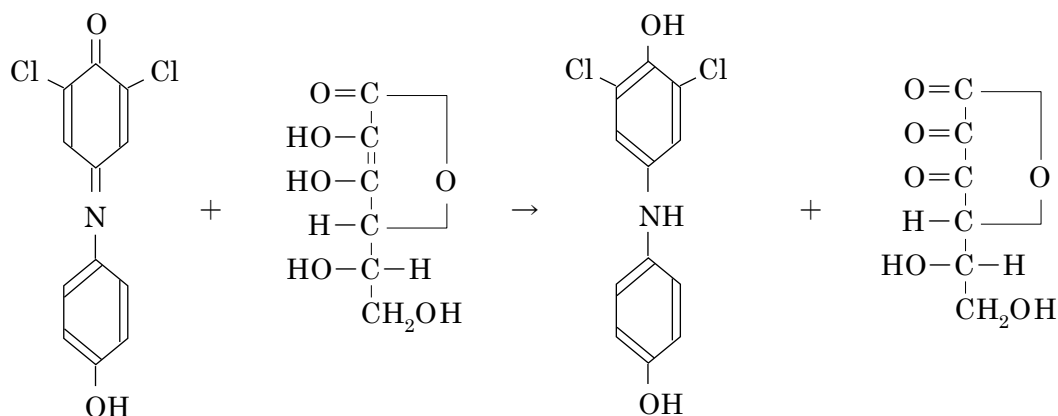


食品

清涼飲料水のビタミンCの測定(インドフェノール法)

1. 測定の概要

清涼飲料水にはビタミンC(アスコルビン酸)が含まれているものが多くあります。ビタミンCは、その効用自体を目的として含まれているのはもちろんのこと、酸化防止剤として添加されている場合もあります。ビタミンCの分析法には、ヨウ素滴定法とインドフェノール法がありますが、本稿ではインドフェノール法をご紹介します。本法は、メタリン酸/酢酸溶液で酸性としたのちインドフェノール標準液で滴定する方法です。終点の検出法としては滴定終点においてインドフェノールが過剰となった時、溶液が無色から赤紫色に変色する時点を、光度滴定用測定ユニットを用いて透過率を測定する方法となります。なお、インドフェノール法を用いた測定の公定法として、日本薬局方の「アスコルビン酸散」があります。本稿は日本薬局方の測定法を参考として清涼飲料水に応用した例をご紹介します。



インドフェノール

還元型ビタミンC

ロイコインドフェノール

酸化型ビタミンC

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 (光度滴定用測定ユニット Mタイプ)
使用フィルタ 530nm

(2) 試薬

滴定液 : インドフェノール標準液

2,6-ジクロロフェノールインドフェノールナトリウム二水和物 50mg を炭酸水素ナトリウム 50mg を溶解した純水 200mL に溶解させたのち、ろ紙 (No.5C 150mm) でろ過して調製したもの。

標定液 : アスコルビン酸標準液 (インドフェノール標準液標定用)

(L(+)-アスコルビン酸標準品 50mg を精秤し、メスフラスコに入れ、メタリン酸・酢酸溶液を加えて 100mL に調製したもの。

添加剤 : メタリン酸・酢酸溶液

メタリン酸 30g に酢酸 80mL および純水 800mL を加えて溶解し、純水を加えて 1L に調製したもの。

3. 測定手順

(1) インドフェノール標準液の標定

- ① アスコルビン酸標準液をホールピペットで 1mL 採取し、100mL トールビーカーに入れます。
- ② メタリン酸・酢酸溶液を 60mL 加えます。
- ③ 光度プローブを浸漬し、インドフェノール標準液で滴定を行ないます。

(2) 試料のビタミン C の測定

- ① 試料をホールピペットで 2mL 採取し、100mL トールビーカーに入れます。
- ② メタリン酸・酢酸溶液を 60mL 加えます。
- ③ 光度プローブを浸漬し、インドフェノール標準液で滴定を行ないます。

4. 測定条件例および測定結果

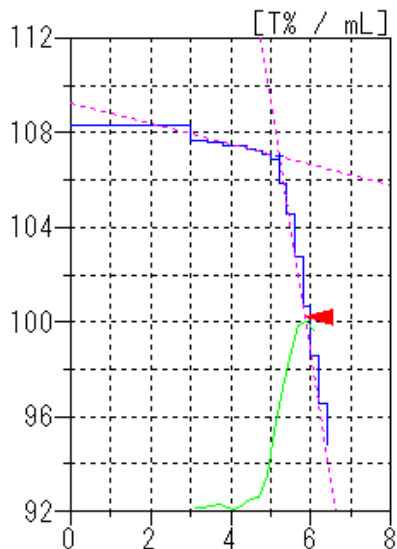
滴定条件例

インドフェノール標準液の標定

コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	20
メソッド	F交点検出	S:試料量	0.0503 g	山越タイム	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	0
アンプ No.	2	M:滴定液濃度	0 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	T%	F:ファクタ	0	待ち時間	15 秒
スタートタイム	5 秒	K:係数 1	0	待ち感度	15 mV
連続滴加 mL	3 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	4
反応タイム	15 秒	結果単位	mg/mL	最小滴加量	160
検出開始 mL	0.5 mL	計算式	S*10/D		
検出感度	100	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0.5 mL	滴定液名			
最大滴加 mL	10 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

試料の測定

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	F交点検出	S:試料量	2 mL	山越タイム	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	0
アンプ No.	2	M:滴定液濃度	0 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	T%	F:ファクタ	0.0965	待ち時間	15 秒
スタートタイム	5 秒	K:係数 1	0	待ち感度	15 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	4
反応タイム	15 秒	結果単位	mg/mL	最小滴加量	160
検出開始 mL	0 mL	計算式	D*F/S		
検出感度	100	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0.5 mL	滴定液名			
最大滴加 mL	20 mL	電極名			
		自動入力先パラメータ	無し		

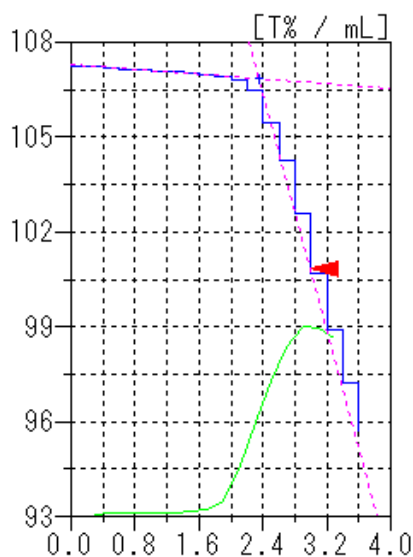


標定の滴定曲線例

インドフェノール標準液の標定結果

測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)	標定値 (mg/mL)
1		5.224	0.0963
2	0.0503※	5.200	0.0967
3		5.217	0.0964
		平均値	: 0.0965 mg/mL
統計計算		標準偏差	: 0.0002 mg/mL
		変動係数	: 0.22 %

※アスコルビン酸標準液 100mL 調製時に採取した量を示しました。



試料の滴定曲線例

試料の測定結果

測定回数	試料量 (mL)	滴定値 (mL)	濃度 (mg/mL)
1		2.343	0.1130
2	2	2.337	0.1128
3		2.335	0.1127
		平均値	: 0.1128 mg/mL
統計計算		標準偏差	: 0.0002 mg/mL
		変動係数	: 0.14 %

5. 摘要

測定精度を改善するには、下記の点に注意して測定するとよい結果が得られます。

- ① 一回の滴加量を小さくすると、滴加毎に透過率が次第に戻る傾向を示し、滴定が進行しない場合があります。この対策として一回の滴加量を大きく設定する一方、反応の待ち時間を十分にとること、および待ち感度を少し大きめに設定することによって、滴定がスムーズに進行するようになります。また、交点検出法を採用しているため滴定近傍における滴加量が大きくなっても、滴定結果に対する影響は緩和されます。
- ② 本法は光度滴定法のため、グレープジュースのように赤または紫色系統に着色している試料には適用できないことがあります。ただし、試料採取量が小さい場合は希釈されることによって着色による影響が軽減されるため、測定が可能な場合もあります。

キーワード：ビタミンC、インドフェノール法、光度滴定

※装置のオプション構成によっては、測定できない場合があります。