

油脂**たん白加水分解物のホルモール窒素**

電位差自動滴定装置

Automatic Potentiometric Titrator

酸塩基滴定

規格

1.概要

たん白加水分解物(HAP)のホルモール窒素を0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液でpH=8.5まで滴定した後、中性ホルムアルデヒド溶液を加えて再び0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液でpH=8.5まで滴定する方法で測定しました。

0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液の第二終点滴定量から第一終点滴定量を差引いた値からホルモール窒素を算出します。

2.参考文献

- 1) 国税庁所定分析法注解

3.測定上の注意点

- 1) 中性ホルムアルデヒド溶液は、使用する直前に調製してください。
- 2) 薬品の取扱いには十分注意してください。

4.分析終了後の処置

電極は純水で洗浄した後、電極の先端が乾燥しないように純水につけて保管してください。

5.装置構成

本体 : 電位差自動滴定装置 (標準プリアンプファイア STD-)

電極 : 標準付 複合ガラス電極

標準付 温度補償電極

6.試薬

滴定液 : 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液 (f=1.004)

試薬 : 純水,

中性ホルムアルデヒド溶液 (ホルムアルデヒド液(JIS K 8872)50mLを0.1mol/L水酸化ナトリウム溶液でpH8.5まで中和し、水を加えて100mLとしたもの)

7.分析手順

—前処理—

1) 試料5.0mLに純水を加えて正しく250mLに希釈し、試料溶液を調製します。

—測定—

1) 50mLトルビーカーに試料溶液25.0mLを採取します。

2) 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液にてpH=8.5まで滴定を行います。

3) 中性ホルムアルデヒド溶液20.0mLを加えます。

4) 0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液にてpH=8.5まで滴定を行い、ホルモール窒素を求めます。

8.計算式

ホルモール窒素(W/V%) = (EP2 - EP1) × TF × C1 × K1 / (SIZE × C2)

EP1 : 第一終点滴定量(mL)

EP2 : 第二終点滴定量(mL)

TF : 滴定液のファクタ(1.004)

C1 : 濃度換算係数(0.0014mg/mL)

K1 : 単位換算係数(100)

SIZE : 試料採取量(mL)

C2 : 希釈倍率(0.1)

9.測定例

—測定環境—

室温： 22 °C	湿度： 24 %	天気： 晴れ
-----------	----------	--------

-滴定パラメータ-

Model : AT-510	<Calculation>の続き
Method No. : 50(Combine)	Temp.Comp. : Off
Number of Method : 2	<Constant>
No.1 Method No. : 20	C1(mg/mL) : 0.0014
No.2 Method No. : 21	C2(mg/mL) : 0.1
	K1 : 100
Method No. : 20	Method No. : 21
<Auto Titration>	Method Type : Dose& Titr.
<Titration>	<Dose>
Form : Level Stop	Mode : Volume Stop
APB No. : 1	APB No. : 2
Unit No. : 1	Unit No. : 2
Detector No. : 1	Volume : 20.0mL
Unit : pH	Cut-off Time : 0s
Max.Volume : 20.0mL	Dispense Speed : 1s/mL
Wait Time : 0s	Wait Time : 0s
Direction : Auto	<Titration>
<Control>	Form : Level Stop
End Point No. : 1	APB No. : 1
1st Level : 8.5pH	Unit No. : 1
Over Titr.Vol. : 0mL	Detector No. : 1
Gain : 1	Unit : pH
Data samp.Pot. : 4.0mV	Max.Volume : 20.0mL
Data samp.Vol. : 0.5mL	Wait Time : 60s
Control Speed : Medium	Direction : Auto
<Calculation>	<Control>
Calc.Type : Sample	End Point No. : 1
Conc.1 : Set	1st Level : 8.5pH
CO1=EP1	Over Titr.Vol. : 0mL
Unit : ml	Gain : 1
EP No. : 1	Data samp.Pot. : 4.0mV
	Data samp.Vol. : 0.5mL
Conc.2 : Set	Control Speed : Medium
CO2=(EP2-EP1)	
*TF*C1*K1/(SIZE*C2)	
Unit :	
EP No. : 2	

-滴定曲線-

```

*** R e s u l t ***
Sample No. : 00-01
Date : 2000/02/28 10:52

<Combine Data>
Method No. Detect No.
  20         1
  21         2

Method No. : 50
Method Name: Combine 50

[2nd Combine]
Method No. : 21
<Auto Titration>
Method Name: Auto Titration

<Constant>
C1(mg/mL) : 0.0014
C2(mg/mL) : 0.1
K1         : 100

Titr.Time : 00:03:20
Size      : 5.0mL

  2 End Point Detect

Conc-1    1.1181ml
Conc-2    1.0152

End Point-1
Volume   : 1.1181mL
Potential : 8.50pH
End Point-2
Volume   : 4.7330mL
Potential : 8.50pH

  5.00 [pH] 9.00
  0.000

[ml]

```

(上記測定パラメータと滴定曲線は AT-510 の場合です)

《Combine:コンバインド滴定》

Number of Method:連結するメソッド数 / No.x Method No.:連結するメソッド番号

《Titration:滴定パラメータ》

Form:滴定様式 / APB No.:滴定電動ビュレットの装置番号 / Unit No.:滴定に使用する APB Unit File の番号

Detector No.:滴定に使用する検出器番号 / Max Volume.:最大滴定量 / Wait Time:滴定前の遅延時間

Direction.:滴定方向

《Control:制御パラメータ》

End Point No.:終点検出数 / 1st Level:第一終点電位 / Over Titr.Vol.:滴定過剰量 / Gain:検出信号の感度

Data samp.Pot.:検出信号をサンプリングする電位変化量 / Data samp.Vol.:検出信号をサンプリングする滴定量

Control Speed:制御速度モード

《Result:計算結果パラメータ》

Calc.Type:計算式の種類 / Conc.x:計算式 x の設定(計算式の入力) / Unit:結果の単位

EP No.:計算を実行する終点番号 / Temp.Comp.:滴定液の温度補償機能 / C1(mg/mL):濃度換算係数

C2:希釈倍率 / K1:単位換算係数

—測定結果—

n	採取量 (mL)	滴定量(mL) (EP2-EP1)	ホルモール窒素 (W/V%)
1	5.0	3.6149	1.0162
2	5.0	3.5888	1.0089
3	5.0	3.6155	1.0164

ホルモール窒素の統計計算結果	
平均値	1.0138 W/V%
標準偏差	0.0043 W/V%
相対標準偏差	0.4215 %

* 上記結果は同一サンプルを3回測定した結果です。

* 赤のアンダラインのデータは 3/4 ページの測定結果のデータであることを示しています。

10.まとめ

たん白加水分解物は、「うま味」調味料の原料として使われているアミノ酸混合物です。食品衛生法上の食品添加物には該当しませんが、JAS法によって表示が義務づけられています。

ホルモール窒素とは本法で滴定されるアミノ酸に含まれる窒素量で、試料中のアミノ酸量の指標となります。

本測定では相対標準偏差0.4%と良好な繰返し性が得られています。

電位差自動滴定装置を使用することにより安定した測定が可能になります。