

シート No.

GT-310-FO-026

食品・飼料

## 清酒の総酸(遊離酸)・アミノ酸分析

— 1/4

関連規格：国税庁所定分析法 清酒 総酸(遊離酸) アミノ酸

## 測定概要

清酒の分析項目には、①総酸(遊離酸)、②アミノ酸があります。

- ① 総酸は酸の含有量の多少を示す指標で、清酒ではほとんどの酸が有機酸(コハク酸、リンゴ酸、乳酸等)です。これらは旨味や酸味のもとになり、総量を相対的にあらわす数値として酸度があります。
- ② アミノ酸はコクや旨味のもとになり、含有量を相対的にあらわす数値としてアミノ酸度があります。

測定方法は、所定の pH を終点とする方法と、指示薬の色の変化で終点を判別する方法があります。

本シートでは pH を終点とする方法に従い、清酒の総酸とアミノ酸を連続して測定しました。相対標準偏差 1 %未満と良好な結果が得られました。

## 測定原理

## 【総酸】

試料 10 mL を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で所定の pH まで中和し、その消費量を酸度とする。

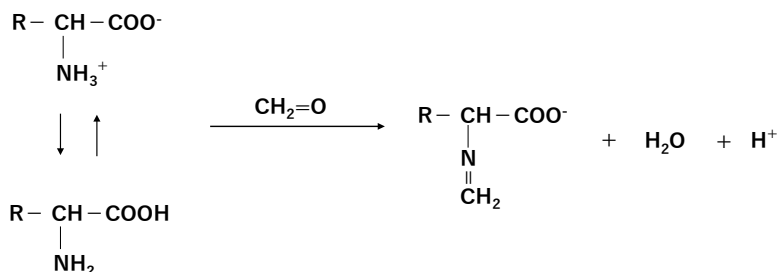
滴定はガラス電極により pH を記録しながら行う。pH 7.2 を終点とし、終点まで滴下した 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の量を酸度とし、酸度よりコハク酸換算の濃度を求める。

## 【アミノ酸】

アミノ酸は両性電解質で、水溶液中で直接、酸またはアルカリで滴定することができない。そのため、中性ホルマリンを加えアミノ基をブロックし、アミノ基の分だけ下がった pH を水酸化ナトリウムで滴定する(ホルモール法)。

測定は総酸で滴定した試料(pH 7.2 付近)に 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液を加え pH 8.2 に調整し、中性ホルマリン溶液 5 mL を加えた後、再度 pH 8.2 になるまで滴定する。滴定に要した 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の量をアミノ酸度とし、アミノ酸度よりグリシン換算のアミノ酸の濃度を求める。

## 【アミノ酸と中性ホルマリンの反応式】



## 装置構成

自動滴定装置 GT-310

電極 ミクロ複合ガラス電極 105\* (内部液: 3.3 M 塩化カリウム溶液)

\*ピーカーのサイズが小さく液量が少ないため、使用しています。

シート No.

GT-310-FO-026 清酒の総酸(遊離酸)・アミノ酸分析

2/4

## 使用試薬

- [ 滴定試薬 ] ■ 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 (容量分析用)
- [ 試薬 ] ■ 中性ホルマリン溶液・・・ホルムアルデヒド液(特級) 50 mL をとり、フェノールフタレイン指示薬を数滴加えた(今回は 100  $\mu$ L)。GT-310BRT の手動操作を使用して 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で淡桃色を呈するまで中和し、100 mL メスフラスコへ移し、純水で定容した。

## 測定結果

分析項目	試料採取量 (mL)	滴定量 (mL)	酸度	平均値	コハク酸換算 の平均値 (g/100 mL)	相対標準偏差 (%)
総酸	10	1.3958	1.4	1.4	0.082	0.2
		1.3917	1.4			
		1.3965	1.4			

分析項目	試料採取量 (mL)	滴定量 (mL)	アミノ酸度	平均値	グリシン換算 の平均値 (g/100 mL)	相対標準偏差 (%)
アミノ酸	10	1.6608	1.7	1.7	0.12	0.2
		1.6603	1.7			
		1.6553	1.7			

## 実験手順

## 【総酸】

1. 試料 10 mL をホールピペットで 20 mL ビーカーへ分取した。
2. 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で pH 7.2 まで滴定した。

## 【アミノ酸】

3. 手順 2 で滴定した試料を 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で pH 8.2 まで調整した\*<sup>1</sup>。
4. 中性ホルマリン溶液 5 mL をホールピペットで加えた\*<sup>2</sup>。
5. 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で pH 8.2 まで滴定した。

\*1: 連結滴定と電位調整を使用して、手順 2 の滴定終了直後に自動で pH 8.2 まで調整しました。

連結滴定: 複数のパラメーターを連続して実施します。今回は「清酒の総酸(手順 2)」と「pH 調整(手順 3)」のパラメーターを組み合わせ、pH 7.2 まで滴定後、pH 8.2 まで調整しました。

電位調整: pH 調整等に使用するパラメーターで、設定した pH や電位まで試薬を滴下します。今回は手順 3 で使用しました。

\*2: GT-310BRT の追加と、プリセット容量を使用して手順 4 の中性ホルマリン溶液を自動で添加できます。さらに、自動化の場合「清酒の総酸(手順 2)」、「pH 調整(手順 3)」、「清酒のアミノ酸(手順 4、5)」のパラメーターを組み合わせた連結滴定により、総酸分析からアミノ酸分析を連続して行えます。

プリセット容量: 指定した GT ビュレットから設定した量を滴定前に添加します。「清酒のアミノ酸」のパラメーターに設定することで、滴定前に中性ホルマリン溶液を添加します。

シート No.

GT-310-FO-026

清酒の総酸(遊離酸)・アミノ酸分析

3/4

## 計 算 式

$$\text{酸度} = A1 \times f$$

$$\text{コハク酸 (g/100 mL)} = C1 \times X1$$

- A1 : 終点までの 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)  
 f : 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター (=0.9969)\*  
 X1 : 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL に相当するコハク酸の質量を示す換算係数 (=0.059 g/100 mL)  
 C1 : 酸度

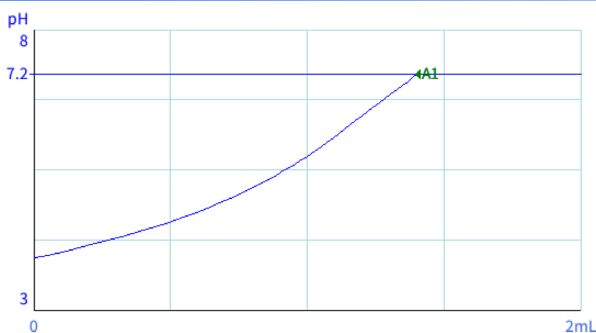
$$\text{アミノ酸度} = A1 \times f$$

$$\text{アミノ酸 (g/100 mL)} = C1 \times X1$$

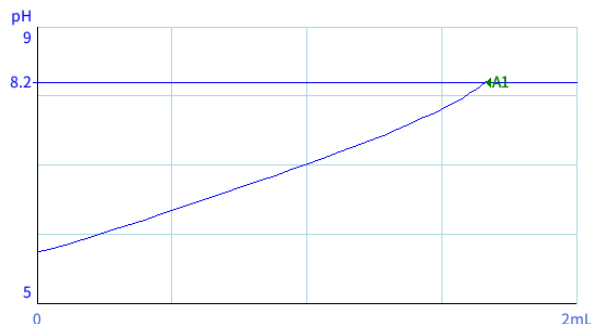
- A1 : 終点までの 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の消費量 (mL)  
 f : 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液のファクター (=0.9969)\*  
 X1 : 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL に相当するグリシンの質量を示す換算係数 (=0.075 g/100 mL)  
 C1 : アミノ酸度

\*:ファクターは国税庁所定分析法を参考に行った(アプリケーションシート GT-310-FO-013)

## 測 定 データ



サンプル名	: 清酒		
パラメーター名	: 清酒の総酸		
滴定量	: 1.3958 mL	7.2000	pH
測定開始	: 0.000 mL	3.9483	pH
測定終了	: 1.406 mL	7.2335	pH
測定時間	: 2分47秒		



サンプル名	: 清酒		
パラメーター名	: 清酒のアミノ酸		
滴定量	: 1.6608 mL	8.2000	pH
測定開始	: 0.000 mL	5.7608	pH
測定終了	: 1.676 mL	8.2337	pH
測定時間	: 2分26秒		

シート No.

GT-310-FO-026

清酒の総酸(遊離酸)・アミノ酸分析

4/4

## 滴定条件

■ 下記に記載のないパラメーターは初期設定の数値を使用しています。

清酒の総酸 / 清酒のアミノ酸		pH 調整	
スターラー回転速度	: 3.0* <sup>1</sup> / 3.5* <sup>1</sup>	スターラー回転速度	: 3.0* <sup>1</sup>
測定方法	: 一般滴定	測定方法	: 電位調整
検出器	: pH	検出器	: pH
滴定前待ち時間	: 30 s	滴下制御方法	: 設定
滴下制御方法	: 設定 [細かい* <sup>2</sup> ]	最大滴下量	: 100 μL
最大滴下量	: 200 μL	最小滴下量	: 10 μL
最小滴下量	: 10 μL	ゲイン	: 10
ゲイン	: 10	滴下周期	: 5 s
安定判断速度	: 設定 [速い* <sup>2</sup> ]	終点電位	: 8.2 pH
安定判断基準電位差	: 0.1 pH	最大滴定量	: 5 mL
安定判断時間	: 3 s		
終点 1	: 設定電位		
終点 1 基準電位	: 7.2 / 8.2 pH		
最大滴定量	: 5 mL		
過剰滴定量	: 0 mL		

\*1: 測定中に溶液の飛散が見られたら速度を調整してください。今回はφ4×10の回転子を使用しました。

\*2: 設定以外のパラメーターも使用できます。

## その他

- 測定に使用する薬品のラベル表示や安全データシートを必ず確認し、充分注意して取扱ってください。
- 試薬の取扱い時には保護めがねや手袋などの保護具を着用ください。
- 定期的に電極の内部液の交換を行ってください。
- 測定前に pH 校正を行ってください。
- 測定では電極の液絡部を溶液に浸漬させる必要がありますが、規格の溶液が少ない関係で、電極を下げすぎるとビーカーや攪拌子と接触する可能性があるためご注意ください。電極ホルダーストッパーを使用すると便利です。
- 規格には、必要に応じて試料採取量を増量して測定し、検体 10 mL 相当に換算してもよい旨が記載されています。増量する際には採取量に合わせて、ビーカーやパラメーター(最大滴定量)を変更してください。