

りんごストレートピュアジュースの酸度測定方法手順書

1. 適用範囲

この測定方法は、日本農林規格におけるりんごストレートピュアジュースに適用する。

2. 測定方法の概要

試料を、0.05mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定し、 $\text{pH}8.1 \pm 0.2$ となるまでに消費した水酸化ナトリウム溶液の量からリンゴ酸を換算値とし酸度を算出する。

3. 注意事項

- (a) 水酸化ナトリウム及びその溶液を取り扱う際には、目に入らないように保護メガネを着用すること。皮膚に付着した場合は、すぐに洗い流すこと。
- (b) 水酸化ナトリウム溶液は流しに捨てず、別の容器に回収し適切に処理すること。

4. 試薬等

試験に用いる水及び試薬は、次のとおりとする。

- (a) 水：イオン交換法によって精製した水又は逆浸透膜法、蒸留法、イオン交換法などを組み合わせた方法によって精製したもので、JIS K 8008に規定するA2以上の品質を有するもの。
- (b) 水酸化ナトリウム：JIS K 8576に規定する特級のもの又はこれと同等以上のもの。
- (c) エタノール(95)：JIS K 8102に規定するもの。
- (d) 中性りん酸塩pH標準液($\text{pH}6.86$)⁽¹⁾：JCSSに基づき供給されているもの⁽²⁾又はそれに準ずるもの。
- (e) ほう酸塩pH標準液($\text{pH}9.18$)⁽¹⁾：JCSSに基づき供給されているもの⁽²⁾又はそれに準ずるもの。
- (f) アミド硫酸(標準物質)⁽³⁾：JIS K 8005に規定する容量分析用標準物質。
- (g) ブロモチモールブルー⁽⁴⁾：JIS K 8842に規定するもの。

(1) pH標準液は、長期間の保存によってpH値が変化することがある。特にほう酸塩pH標準液は、二酸化炭素を吸収してpH値が低下しやすいので注意すること。

(2) JCSSに基づき供給されているpH標準液には第1種と第2種のものがあるが、第2種のものでよい。

(3) 滴定用溶液(0.05 mol/L水酸化ナトリウム水溶液)を標定する場合に用いる。

(4) 滴定用溶液(0.01 mol/L水酸化ナトリウム水溶液)を標定する場合に用いる。

5. 器具及び装置

試験に用いる器具及び装置は、次のとおりとする。

5.1 測定に用いる器具及び装置

- (a) 電子天びん：0.01gの桁まで量ることができるもの。水酸化ナトリウム溶液の標定

を行う場合は、0.0001 g (0.1 mg) の桁まで量ることができるもの。

- (b) メスシリンダー：呼び容量 100 mL
- (c) ビーカー：呼び容量 100 ~ 200 mL
- (d) ビュレット (ビュレットによる手滴定の場合)：呼び容量 25 mL。JIS R 3505 に規定するクラス A 又はそれ以上のグレードのもの。
- (e) 水素イオン指数 (pH) 計 (ビュレットによる手滴定の場合)：JIS Z 8802 に規定するもの。
- (f) pH 測定電極付き自動滴定装置 (自動滴定装置による滴定の場合)：pH 測定用電極 (JIS Z 8805 に規定するガラス電極と比較電極、又はこれらの複合電極) を備え、あらかじめ設定した pH に達したときを終点として決定できるもの。
- (g) マグネチックスターラー
- (h) 攪拌子

5.2 滴定溶液を標定する場合に追加する器具及び装置

- (a) 減圧デシケーター：JIS K 8001 に規定するもの。すなわち、乾燥剤として JIS Z 0701 に規定するシリカゲル (A 形 1 種) ⁽⁵⁾ を入れたデシケーターの内圧を 2.0 kPa (15 mmHg) 以下に保つことができるものを用いる。シリカゲルは塩化コバルト (II) で着色したものとし、その色に変色した時には約 130 °C で加熱して再生する。
- (b) 全量フラスコ：呼び容量 250 mL。
- (c) 全量ピペット：呼び容量 25 mL
- (d) 三角フラスコ：呼び容量 200 ~ 300 mL

(5) 硫酸を乾燥剤としてもよい。

6. 試薬の調製

試薬の調製は、次のとおり行う。なお、各溶液の作製量は必要に応じて変更してもよい。また、同一組成の市販品を使用してもよい。

6.1 二酸化炭素を含まない水

4. (a) の水をフラスコに入れ、約 15 分間煮沸して溶存気体及び炭酸を除去した後、空気中の二酸化炭素を遮断して放冷する ⁽⁶⁾。この水は用時調製する。なお、操作においても出来るだけ二酸化炭素をさえぎる。

(6) ガス洗浄瓶に水酸化カリウム溶液 (250 g/L) を入れたものを連結する、ソーダ石灰管を連結する、時計皿を乗せる等。

6.2 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 (滴定用溶液) ⁽⁷⁾

1 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液を調製し、これを希釈して 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液とする。また、これ以外の調製方法 ⁽⁸⁾ でも同一濃度となるものであれば用いてよい。

(a) 1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の調製

水酸化ナトリウム 165 g をポリエチレン気密容器に量りとり、冷却しながら二酸化

炭素を含まない水 150 mL を加えて溶かした後、二酸化炭素を遮り 4～5 日間放置する。その上澄み液 54 mL をポリエチレン気密容器にとり、二酸化炭素を含まない水を加えて 1 L とする。

(b) 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の調製

1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 50 mL をポリエチレン気密容器にとり、二酸化炭素を含まない水を加えて 1 L とする。

(c) 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液の標定

- ① アミド硫酸の必要量をめのう乳鉢で軽く砕いた後、減圧デシケーターに入れ、デシケーター内圧を 2.0 kPa (15 mmHg) 以下で約 48 時間乾燥する。
- ② その 1.0～1.2 g を 0.1 mg の桁まで正確に量りとり、全量フラスコ (250 mL) に移し、二酸化炭素を含まない水を加えて溶かし、さらに二酸化炭素を含まない水を標線まで加える。
- ③ この溶液 25 mL を全量ピペットを用いて、三角フラスコに正確にとり、指示薬としてプロモチモールブルー溶液 2～3 滴を加え、ビュレット (25 mL) を用いて、==== で調製した 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点は、液の色が黄色から緑色を経て青色に変化していくので、青色になる一歩手前の薄青色になった時点とする。
- ④ 空試験は、③の操作をアミド硫酸溶液の代わりに二酸化炭素を含まない水 25 mL を用いて同様に行う。
- ⑤ 次式により、力価を計算する。

$$\text{0.05 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液のファクター} = \frac{25 \times \frac{W \times Q}{1.2136}}{A - B}$$

W : アミド硫酸の秤取量 (g)

Q : アミド硫酸の純度 (%)

A : 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の滴定量 (mL)

B : 空試験の滴定量 (mL)

1.2136 : 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL に相当するアミド硫酸の重量 (g)

(7) 市販品を使用する場合はファクターが3桁以上求められているものを使用する。

(8) 調製例 : ファクターが3桁以上求められている市販の 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液 10 mL を全量フラスコ 100 mL に正確にはかりとり、二酸化炭素を含まない水を標線まで加えて混合した後、ポリエチレン気密容器に入れる。この場合、ファクターは 0.5 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液のファクターをそのまま用いる。

6.3 プロモチモールブルー溶液 (標定用指示薬)

プロモチモールブルー 0.1 g をエタノール (95) 50 mL に溶かし、水を加えて 100 mL とする。

7. 測定手順

7.1 ビュレットによる手動滴定を行う場合

(a) 試料採取

試料 10 g をビーカー（100～200 mL）に 0.01 g の桁まで量りとり、メスシリンダーを用いて水 100 mL を加える。

(b) 水素イオン指数（pH）計の校正

使用前にあらかじめ水素イオン指数（pH）計の電源を入れておき、電極は水で繰り返し 3 回以上洗い、柔らかい紙や脱脂綿等でぬぐっておく。中性りん酸塩 pH 標準液とほう酸塩 pH 標準液を用いて、装置の操作方法に従って 2 点校正を行う。

(c) 滴定

- ① ビーカーに攪拌子を投入し、マグネティックスターラーにセットして pH 計に接続した電極を液中に挿入する。
- ② マグネティックスターラーで攪拌しながら、ビュレット（25 mL）を用いて 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液で滴定する。終点は pH8.1 ± 0.2 とし、pH8.1 ± 0.2 の範囲である時間が 30 秒以上で続いたときとする。
- ③ 空試験は、試料溶液 10 g の代わりに水 10 g を用いて同様に行う。

7.2 pH測定電極付き自動滴定装置による自動滴定を行う場合

(a) 試料採取

試料 10 g をビーカー（100～200 mL）に 0.01 g の桁まで量りとり、電極が浸る程度の水を加える。

(b) pH測定電極付き自動滴定装置の校正

使用前にあらかじめ電位差滴定装置の電源を入れておき、電極は水で繰り返し 3 回以上洗い、柔らかい紙や脱脂綿等でぬぐっておく。中性りん酸塩 pH 標準液とほう酸塩 pH 標準液を用いて、装置の操作方法に従って 2 点校正を行う。

(c) 電位差滴定装置の設定

電位差滴定装置の説明書に従い、滴定の終点を pH8.1 に設定する。

(d) 滴定

- ① 滴定開始前に装置に付随しているビュレット及び溶液ラインのパーズを数回行う。
- ② ビーカーに攪拌子を投入し、自動滴定装置にセットし、滴定を開始する。終点に到達したら滴定量を記録する。
- ③ 空試験は、試料溶液 10 g の代わりに水 10 g を用いて同様に行う。

8. 計算⁽⁹⁾

以下の式により、りんごジュースの酸度[%]を計算する。なお、算出する酸度はリンゴ酸換算値とする。

$$\text{酸度\% (リンゴ酸)} = 0.00335 \times \frac{(A - B) \times F}{W} \times 100$$

- A : 本試験における 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の滴定量 (mL)
B : 空試験における 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の滴定量 (mL)
F : 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液の力価
W : 試料重量 (g)
0.00335 : 0.05 mol/L 水酸化ナトリウム溶液 1 mL に相当するリンゴ酸の重量 (g)

(9) 計算はパソコンや電卓を用いて行う。計算途中では数値を丸めないこと。

試験用試料の調製

市販の製品をよく振りまぜ、そのままを試料とする。

共同試験結果

りんごストレートピュアジュースの酸度

- (1) 参加試験室数 : 10
- (2) マテリアル数 : 5
- (3) 濃度 : 0.225 ~ 0.765 %
- (4) 併行標準偏差 (S_p) : 0.001 ~ 0.002
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.003 ~ 0.008
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_p) : 0.20 ~ 0.52 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 0.81 ~ 2.2 %