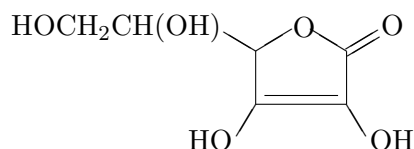


1 食品中のビタミン C の定量 (マイクロスケール実験)

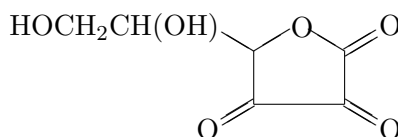
マイクロスケール化した酸化還元滴定によりビタミン C 入り清涼飲料水中のアスコルビン酸 (ビタミン C) の量を測定する。

1.1 理論

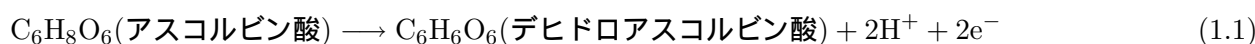
アスコルビン酸 (ビタミン C) は、非常に酸化されやすく、適当な酸化剤を用いれば、定量することが可能である。アスコルビン酸が酸化される ($=e^-$ を奪われる) と、デヒドロアスコルビン酸になる。



アスコルビン酸



デヒドロアスコルビン酸



一方、ヨウ素は、穏やかな酸化剤で



で記述されるように相手を酸化する ($=e^-$ を奪う)。従って、アスコルビン酸 (ビタミン C) とヨウ素は



の反応式で示される反応をする。つまり、アスコルビン酸 (ビタミン C) は同物質量 (mol) のヨウ素と反応する。

今、濃度が c mol/L のアスコルビン酸標準水溶液 v mL 用意して、これに濃度不明 (x mol/L) のヨウ素溶液を v_i mL 加えたとき、丁度過不足無く反応したとすると、式 (1.3) より

$$cv = xv_i \quad (1.4)$$

が得られるので、このヨウ素溶液の濃度は $x = \frac{cv}{v_i}$ mol/L となる。

一方、濃度 c' mol/L のアスコルビン酸を含む試料水 v' mL 用意して、これに濃度 $x (= \frac{cv}{v_i})$ mol/L のヨウ素溶液を v'_i mL 加えたとき、丁度過不足無く反応したとすると、やはり、式 (1.3) より

$$c'v' = xv'_i \quad \text{つまり、} \quad c'v' = \frac{cv}{v_i} \times v'_i$$

であるから、試料水中のアスコルビン酸の濃度は $c' = \frac{cv}{v_i} \times \frac{v'_i}{v'}$ となる。

この場合は、酸化還元反応を利用した滴定なので、酸化還元滴定と呼ばれる。

1.2 実験

酸化還元滴定は、一定量の体積のアスコルビン酸水溶液をコニカルビーカーに取り、これに一定濃度のヨウ素溶液をビュレットから滴下加えることで行う。尚、酸化剤と還元剤が丁度過不足なくした点 (当量点、終点) を知る為に、ヨウ素溶液に少量のデンプン水溶液を加えておく。当量点以前では、ビュレットから滴下されたヨウ素はアスコルビンで酸化されてしまうので、デンプンにより青 (紫) 色に発色しな

いが、当量点を僅かに越したところで微量のヨウ素が溶液中に残るので、デンプンにより青(紫)色に発色し、ここを終点とする。尚、理論上の当量点と終点は僅かに異なるが、通常は実験の誤差の範囲内に収まる。

今回の実験(マイクロスケール実験)では、滴定を行わせる容器をコニカルビーカーの代わりにスクリュュービンとし、ビュレットの代わりに先端チップ付きツベルクリン用 1mL シリンジ(0.01mL まで目盛りが刻まれている)を用いることにする。このように実験スケールを小さくすることで、必要な試薬の量を少なくすることができ(これは廃液の量も減らすことができるということでもある)、且つ実験時間も短縮することができると同時に、より安全に実験することができる。



9mL スクリュービン と 先端チップ付きツベルクリン用 1mL シリンジ

1.2.1 器具

先端チップ付きツベルクリン用 1mL シリンジ(0.01mL 目盛; ビュレットの代用)、スクリュュービン(9mL; コニカルビーカーの代用)、1mL ホールピペット(or 連続分注ピペット)、純水入り洗ビン、廃液用 mL ビーカー、キムワイブ、ゴーグル

1.2.2 試薬

ヨウ素溶液(I_2 - KI 水溶液; 点眼ビン入り)、 4.00×10^{-3} mol/L アスコルビン酸(ビタミン C) 標準水溶液、0.5%デンプン水溶液(点眼ビン)、お茶(ペットボトル)、CC レモン(5 倍希釈)、レモン果汁、パイナップル果汁など適宜

1.2.3 操作

注意：ゴーグルを装着すること！注意：実験の途中では、決してシリンジを水道水や純水で洗浄してはいけない！

- (1) 4.0×10^{-3} mol/L のアスコルビン酸(ビタミン C) 水溶液を、1mL ホールピペットを使って正確に 1.00mL とり、スクリュュービンに入れて蓋をする(時間がない場合は、予め分注ピペットでスクリュュービンに 1mL をとっておいたものを使う)。
- (2) ヨウ素溶液を、ツベルクリン用 1mL シリンジに吸い上げ、シリンジを垂直に立て、溶液の目盛りを読む(0.01mL まで読み取る)。
- (3) アスコルビン酸水溶液の入ったスクリュュービンに 0.5%デンプン水溶液を 1 滴加える。

- (4) アスコルビン酸水溶液の入ったスクリュービンに、シリンジから少しずつデンプン入りヨウ素溶液を滴下する。溶液を滴下した時は、スクリュービンを振って、両水溶液をきちんと混合させる（この操作を滴定という）。最初は、ヨウ素溶液を加えても、反応によってヨウ素溶液の色は消える筈である（ヨウ素が還元されてヨウ化物イオンになる為である）。加えたヨウ素液の色が消えにくくなったら、1滴ずつヨウ素液を加えていく。ヨウ素液の色が微かに残った点を終点とし、再びシリンジを鉛直に立て、溶液の目盛りを読む（0.01mLまで読み取る）。
- (5) スクリュービン内の溶液は流しに捨て、ビンも蓋も水道水で洗った後、純水で濯いだ後、所定の場所に返却する。
- (6) 以上の操作を3回繰り返す（時間がない場合は2回で終わる）。
- (7) 次に各種飲料水を、1mLホールピペットを使って正確に1.00mL量り取り、スクリュービンに入れて蓋をする（時間がない場合は、予め分注ピペットでスクリュービンに1mLをとっておいたものを使う）。
- (8) 試料水溶液の入ったスクリュービンに0.5%デンプン水溶液を1滴加える。
- (9) ヨウ素溶液を、ツベルクリン用1mLシリンジに吸い上げ、シリンジを垂直に立て、溶液の目盛りを読む（0.01mLまで読み取る）。
- (10) 測定したい飲料水1.00mLの入った、シリンジから少しずつデンプン入りヨウ素溶液を滴下する。溶液を滴下した時は、スクリュービンを振って、両水溶液をきちんと混合させる。最初は、ヨウ素溶液を加えても、反応によってヨウ素溶液の色は消える筈である（ヨウ素が還元されてヨウ化物イオンになる為である）。加えたヨウ素液の色が消えにくくなったら、1滴ずつヨウ素液を加えていく。ヨウ素液の色が微かに残った点を終点とし、再びシリンジを鉛直に立て、溶液の目盛りを読む（0.01mLまで読み取る）。
- (11) スクリュービン内の溶液は流しに捨て、ビンも蓋も水道水で洗ってから、純水で濯いだ後、所定の場所に返却する。
- (12) 飲料水を変えて、同様の滴定実験を行ってみる。
- (13) 全ての実験が終了したならば、ヨウ素溶液の入った容器を所定の場所に戻し、シリンジからチップとピストンを外し、水道水で洗浄してから、純水で濯いだ後、所定の場所に返却する。

1.2.4 結果

○ ヨウ素溶液の濃度の測定実験

	最初の目盛 (mL)	終点での目盛 (mL)	滴下したヨウ素液の体積 (mL)
1回目			
2回目			
3回目			
平均値	*****	*****	$v_i =$

アスコルビン酸標準水溶液の濃度は、 $c=4.00 \times 10^{-3}$ mol/L で、その体積は 1.00 mL であり、滴下したヨウ素液の体積の平均値は $v_i =$ mL であるから、式 (1.4) より、今回の滴定に用いたヨウ素溶液濃度は、 $x = \frac{c \times 1.00}{v_i} =$ mol/L となる。

○ 試料水中のアスコルビン酸の定量実験

試料名	最初の目盛 (mL)	終点での目盛 (mL)	滴下したヨウ素液の体積 (mL)

式 (1.4) より、試料を酸化するのに要したヨウ素液の体積を v'_i とすると、試料水中のアスコルビン酸の濃度は $c' = x \times v'_i$ となる。

試料水の密度を 1.0g/cm^3 とすると、試料水 1L の質量は 1000g である。この中に含まれるアスコルビン酸の物質量を $n\text{ mol}$ とすると、アスコルビン酸の分子量は 176 であるから、その質量は $176n\text{ g}$ となる。よって、試料水中のアスコルビン酸 (ビタミン C) の質量百分率は

$$\frac{176n}{1000} \times 100\%$$

となる。

試料名	アスコルビン酸の濃度 (mol/L)	アスコルビン酸の%

1.2.5 考察

実験結果 (2011.8.26 実施)

○ ヨウ素溶液の濃度の測定実験

	最初の目盛 (mL)	終点での目盛 (mL)	滴下したヨウ素液の体積 (mL)
1 回目	0.93	0.20	0.73
2 回目	0.98	0.24	0.74
3 回目	0.98	0.25	0.73
平均値	*****	*****	$v_i = 0.733$

アスコルビン酸標準水溶液の濃度は、 $c=4.00 \times 10^{-3}$ mol/L で、その体積は 1.00 mL であり、滴下したヨウ素液の体積の平均値は $v_i=0.733$ mL であるから、式 (1.4) より、今回の滴定に用いたヨウ素溶液濃度は、 $x = \frac{c \times 1.00}{v_i} = 5.46 \times 10^{-3}$ mol/L となる。

○ 試料水中のアスコルビン酸の定量実験

試料名 = しずおかべにふうき (ペットボトル緑茶)

回数	最初の目盛 (mL)	終点での目盛 (mL)	滴下したヨウ素液の体積 (mL)
1	0.96	0.75	0.21
2	0.76	0.54	0.22
2	0.71	0.50	0.21

平均値 (v'_i) = 0.213 mL

式 (1.4) より、試料を酸化するのに要したヨウ素液の体積を v'_i とすると、試料水中のアスコルビン酸の濃度は $c' = x \times v'_i$ となる。

試料水の密度を 1.0g/cm^3 とすると、試料水 1L の質量は 1000g である。この中に含まれるアスコルビン酸の物質量を n mol とすると、アスコルビン酸の分子量は 176 であるから、その質量は $176n$ g となる。よって、試料水中のアスコルビン酸 (ビタミン C) の質量百分率は

$$\frac{176n}{1000} \times 100 \%$$

となる。

よって、しずおかべにふうき (ペットボトル緑茶) 中のアスコルビン酸の濃度 = 1.16×10^{-3} mol/L で、アスコルビン酸の質量百分率 = $2.0 \times 10^{-2} \%$ (1L 中 0.20g (2.0×10^{-2} mg) 1mL 中 0.20mg)

因みに、麒麟「生茶」のアスコルビン酸 (ビタミン C) の含有量は、1L 中に 200mg とされ、飲料の種類は違っているが、今回の実験結果とほぼ一致しているのは、ペットボトル緑茶に於けるビタミン C の含有量は業界標準値があるのかも知れない。