



Application Note AN-K-075

オープン法カールフィッシャー滴定 によるレバウディオサイドM水分測定

Simplified rebaudioside M moisture determination via
volumetric Karl Fischer titration paired with an oven system

ステビアやその誘導体などの天然甘味料は、砂糖をより健康的な代替品に置き換える消費者が増えていることから、世界の甘味料市場でますます重要な位置を占めています。ステビアの誘導体は、グラニュー糖よりもはるかに甘みが強く、これらの化合物の甘さは50~300倍と推定されています。この甘みに加えて、ヒトの体内ではステビオール配糖体を代謝できないこと(つまり、食事に摂取カロリーを加えな

いゼロカロリーであること)から、砂糖の代替品として非常に魅力的です。

ステビア原料の水分含量は、その保存期間や安定性を論じる上で重要な要素です。ステビア誘導体であるレバウディオサイドMの水分含量を、オープン装置と容量法カールフィッシャー(KF)滴定を組み合わせることで、この原料の水分含量を定量する再現性の高い手法が得られました。

サンプルとサンプル前処理

この検討にはレバウディオサイドMの粉末を使用し

ました。サンプル前処理は必要ありません。

実験

分析には、容量法用のダブルPtリング電極(6.00346.100)を使用しました。試験は、874 Oven Sample Processor(2.874.0120)と852 Titrando(2.852.0060)を組み合わせで実施しました。
約0.2 gのサンプルを874 Oven Sample

Processor用の6 mLバイアルに秤量し、ラックに設置しました。オーブンの温度を100 ° Cに設定し、気化した水分を70 mL/minの窒素ガス流量で容量法滴定容器へ送りました。サンプル由来の水分は、Hydranal Comp 5試薬で滴定しました。

結果

結果は図1、図2、表1に記録されています。

温度勾配試験を実施した結果、レバウディオサイドMサンプルに最適な温度条件は約80~210° Cの範囲であることがわかりました(図2)。サンプルから滴定容器へ水分が確実に送られるようにしつつ、温度によるサンプルへの影響の可能性を最小限に抑えるため、100 ° Cの温度を選択しました。本法の頑健性を示すため、サンプルは3回繰り返して分析しました。

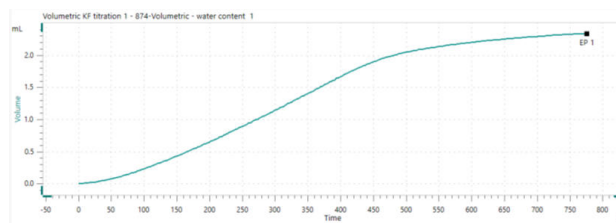


図 1. レバウディオサイドMの容量法KF滴定曲線の例

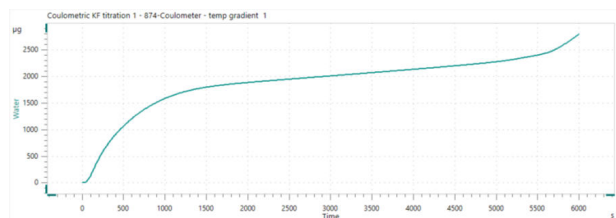


図 2. レバウディオサイドM粉末の温度勾配試験における最適な操作温度範囲

表1. 874 Oven Sample Processorと容量法KFを組み合わせて水分含量を評価した、すべてのレバウディオサイドMサンプル(n = 3)の結果

結果1 (%w/w)	結果2 (%w/w)	結果3 (%w/w)	平均 (%w/w)	%RSD
4.42	4.61	4.60	4.54	2.32
4.31	4.44	4.55	4.43	2.66
9.11	9.32	8.96	9.13	1.96

まとめ

ステビア誘導体などの天然の低カロリー甘味料は、人々が砂糖に代わるより健康的な選択肢を選ぶようになったことで、人気が高まっています。標準化された具体的な手法の確立に取り組むことは、甘味料業界の発展、効果的な品質評価、そしてレバウディオサイドMをはじめとするステビオール配糖体の安定性の評価を支える一助となります。

このアプリケーションノートでは、カールフィッ

シャー滴定によるステビア粉末の分析の基礎を紹介します。オープン装置と容量法カールフィッシャー分析を組み合わせることで、ステビア粉末とその誘導体を評価する、正確で再現性の高い手法が得られます。本法は874 Oven Sample Processorに対応しているため、自動化によってサンプル処理能力が向上し、オペレーターが他の重要な作業を並行して行う時間をさらに確保できます。

CONTACT

メトロームジャパン株式会社
143-0006 東京都大田区平和島6-1-1
null 東京流通センター アネックス9階

metrohm.jp@metrohm.jp

構成



874 Oven Sample Processor

874 Oven Sample Processor はカール フィッシャー滴定のサンプルの加熱自動前処理に使用されます。気化法は特に、高温下においてはじめて水分が気化するサンプルや、難溶性のサンプル、カールフィッシャー試薬に反応するサンプルに適しています。



852 Titrandotouch Control2

クーロメーター(2液型電極、Touch Control、801 Stirrer、完全な容量滴定セル付き)。

トレースレベル (水の絶対量 $10 \mu\text{g}$ ~ 10mg) の水分測定において、クーロメトリーは液体、固体、気体中での水分測定に理想的なメソッドです。更にクーロメトリーは絶対メソッドなので、試薬ファクター測定の必要がありません。

クーロメトリーで推奨される測定範囲: 水の絶対量 $10 \mu\text{g}$ ~ 200mg

852 Titrandotouchでは電量滴定の他に容量滴定によるカールフィッシャー滴定も可能です。

OMNISソフトウェア、*tiamo*ソフトウェアもしくはTouch Controlを適用。GMP/GLP基準およびFDA基準21 CFR Part 11の要件を満たしています (必要な場合)。



Pt

2つの溶融プラチナリングによって従来のプラチナピン電極 (6.0338.100) よりも頑丈で、かつ洗浄しやすくなったカールフィッシャー滴定用の指示電極。