

風味調味料の食塩分測定方法（電位差滴定法）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風味調味料に適用する。

2. 測定方法の概要

試料に水を加え、ろ過して、硝酸酸性にした後、電位差滴定装置を用いて 0.1mol/L 硝酸銀溶液で滴定し、滴定終点までに消費した硝酸銀溶液の量から塩化ナトリウム含有量を算出する。

3. 注意事項

- (a) 硝酸銀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) 硝酸を取り扱う際には、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。また、調製する際は発熱するので、冷却しながら行うこと。
- (c) 硝酸銀溶液及び硝酸は流しに捨てず、別の容器に回収し適切に処理すること。

4. 試薬等

4.1 測定に使用する試薬等

- (a) 水：蒸留法もしくはイオン交換法によって精製した水又は逆浸透法、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 K8008 に規定される A2 以上の品質を有するもの。
- (b) 硝酸：JIS K8541 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (c) ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノラウレート（別名「ツィーン20」又は「ポリソルベート20」。以下「ツィーン20」という。）
- (d) 硝酸銀：JIS K8550 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。

4.2 滴定溶液の標定に使用する試薬

塩化ナトリウム（標準物質）：JIS K8005に規定される容量分析用標準物質。

5. 器具及び機器等

5.1 測定に使用するもの

- (a) 電子天びん：0.1 mgまで量りとることのできるもの。
- (b) 秤量器具：秤量皿、デイスボ秤量皿、漏斗付き秤量皿など。
- (c) 全量フラスコ：呼び容量 100 mL 及び 500 mL 容。JIS R3505 に規定されているクラス A 又は同等以上のもの
- (d) 漏斗：500 mL 全量フラスコと組み合わせることが出来るもの。

- (e) ろ紙：JIS P3801に規定される定量分析用5種Bに該当するもの。
- (f) 全量ピペット：呼び容量1 mL及び10 mL。JIS R 3505に規定されるクラスA又はそれ以上のグレードのもの。
- (g) ビーカー：呼び容量100 mL又は200 mLのもの。
- (h) メスシリンダー
- (i) 攪拌子：(g)のビーカーに適した大きさのもの。
- (j) 電位差滴定装置：下記のビュレット及び電極が付属された自動電位差滴定装置を用いる。
 - ① ビュレット：容量20 mL
 - ② 電極：塩化物測定に適した指示電極及び参照電極又はこれらの複合型銀電極
- (k) マグネチックスターラー

5.2 滴定溶液を標定する場合に追加するもの

- (a) るつぼ：白金又は磁器のもの。
- (b) マッフル炉：600℃まで加熱できるもの。
- (c) デシケーター：JIS K8001に規定するもの。すなわち、乾燥剤としてJIS Z0701に規定するシリカゲル(A形1種)を入れたデシケーターを用いる。シリカゲルは塩化コバルト(II)で着色したものとし、その色が変色したときには約130℃で加熱して再生する。
- (d) 全量フラスコ：呼び容量250 mL容。JIS R3505に規定されているクラスA又は同等以上のもの。

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。

6.1 希硝酸

硝酸10 mLを水で希釈して1 Lとしたもの。

6.2 1%ツィーン20水溶液

全量フラスコ(100 mL)にツィーン20を1 mL量りとり、水を加えて100 mLとする。

6.3 0.1 mol/L硝酸銀溶液

ファクターが求められている市販品を用いてもよい。その場合標定は行わず、試薬瓶に記載されているファクターを用いてもよい。

(a) 調製

硝酸銀17 gを水1 Lに溶解する⁽¹⁾。

(1) 硝酸銀溶液は、遮光した気密容器に入れて暗所に保存する。なお、溶液の調整中や保存中に塩化物が混入しないように注意する。

(b) 標定⁽²⁾

塩化ナトリウム(標準物質)の必要量をろつぽに入れて 600 °Cで 40 分加熱した後、デシケータに入れて放冷する。その中から 1 ~ 1.25 gを 0.1 mg まで量りとり、水で溶解して 250 mLとする。この溶液 25 mL を全量ピペットでビーカー (100 ~ 200 mL)にとり、電極が浸るま高さまで水を加える。ビーカーに攪拌子を入れ、電位差滴定装置⁽³⁾に装着し、装置の説明書に従い、攪拌しながら①で調製した 0.1mol/L 硝酸銀溶液で滴定する。滴定量は装置に表示された値を丸めずに記録する。

(2) JIS K8001もしくは日本薬局方に準じて実施してもよい。

(3) 装置の説明書に従い、あらかじめビュレット及び溶液ラインのパーズを数回以上行っておく。溶液を新しいものに変更した際は10回以上パーズを行う。

(c) 計算

$$0.1 \text{ mol/L 硝酸銀溶液のファクター} = \frac{1000 \times a}{V \times n \times M} \times \frac{A}{100} \times \frac{25}{250}$$

a : 塩化ナトリウム秤量値 (g)

A : 塩化ナトリウムの純度 (%)

V : 滴定に要した 0.1 mol/L 硝酸銀溶液の体積 (mL)

n : 滴定に使用した硝酸銀溶液の濃度 (= 0.1 mol / L)

M : 塩化ナトリウムの式量 (= 58.44)

7. 測定手順

7.1 サンプリング

- 電子天びんに秤量皿等の秤量器具をのせ、天びんの指示値をゼロにする。
- 測定用試料約 5g を正確に量りとり、その重量を 0.1 mg まで測定し、記録する。

7.2 定容

- 量りとった測定用試料を全量フラスコ (500mL) に移し、秤量皿等の秤量器具上に残った測定用試料を水でフラスコ内に洗いこむ。
- 水を標線まで加えて定容とする。

7.3 ろ過

定容した溶液の必要量をろ紙を用いてろ過し、ろ液を食塩分測定用試料溶液とする。

7.4 滴定

- 食塩分測定用試料溶液 10 mL を全量ピペットでビーカー (100mL) にとり、メスシリンダーで量りとった希硝酸 50 mL を加える。
- 1%ツィーン 20 水溶液 1 mL を全量ピペットを用いて加える。
- ビーカーに攪拌子を入れ、電位差滴定装置⁽⁴⁾に装着し、装置の説明書に従い、攪拌しながら 0.1 mol/L 硝酸銀溶液で滴定する。

- (d) 滴定量は装置に表示された値を丸めずに記録する。
- (e) 試料溶液に替えて水 10mL を用いて同様に操作し空試験とする。空試験において終点が検出されない場合には、その滴定値は 0 mL とする。

(4) 装置の説明書に従い、あらかじめビュレット及び溶液ラインのパーズを数回以上行っておく。溶液を新しいものに変更した際は10回以上パーズを行う。

8. 計算

次の式により食塩分を算出する⁽⁵⁾。

$$\text{食塩分 (\%)} = 0.005844 \times \frac{(T - B) \times F}{W} \times \frac{500}{10} \times 100$$

T：終点までの滴定に要した 0.1 mol/L 硝酸銀溶液の体積 (mL)

B：空試験値 (mL)

F：0.1 mol/L 硝酸銀溶液のファクター

W：試料の測定重量 (g)

0.005844：0.1 mol/L 硝酸銀溶液 1 mL に相当する塩化ナトリウムの重量 (g)

(5) 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

風味調味料の食塩分（電位差滴定法）

- (1) 参加試験室数：10
- (2) マテリアル数：5
- (3) 濃度：28.6 ~ 43.7 %
- (4) 併行標準偏差 (S_p)：0.09 ~ 0.62
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R)：0.12 ~ 0.63
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_p)：0.27 ~ 2.16 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R)：0.36 ~ 2.21 %