

食用植物油の酸価測定手順書

独立行政法人 農林水産消費安全技術センター

1. 適用範囲

この手順書は、食用植物油の日本農林規格に規定する食用植物油に適用する。

2. 測定方法の概要

推定酸価に基づき採取した試料に中和した溶剤を加え、試料を完全に溶解する。これに指示薬を加えアルカリ溶液で滴定し、その滴定量から酸価を算出する。

3. 注意事項

- (a) エタノールは揮発しやすく、また引火性が高いので火気を避けること。また、有害なので、蒸気を吸入しないようにし、粘膜及び皮膚に付着しないようにする。
- (b) ジエチルエーテルは揮発しやすく、また引火性が非常に高く有毒なので、火気に注意し、扱う際には保護手袋、保護メガネ、有機ガス用マスク等を着用することとし、操作は防爆型のドラフト内で行うこと。また、ジエチルエーテルを扱う際には防爆型の電気機器、換気装置、照明機器等を使用することとし、静電気放電や火花等による引火・爆発事故を防止すること。
- (c) ジエチルエーテルは流しに捨てず、別の容器に回収し適切に処理すること。また消防法における指定数量が小さいため、廃液を含め保管数量に注意すること。
- (d) 0.1 mol/L 水酸化カリウムエタノール溶液は力価が変わりやすいので、必要に応じて力価を確認すること。

4. 試料等の取扱方法

試料は、常温で日光が当たらないように保存する。

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。

- (a) ガラス瓶等：測定試料を小分けするための容器⁽¹⁾。
- (b) 三角フラスコ：呼び容量 200 mL から 300 mL のもの。
- (c) 電子天びん：最小表示桁数が 0.1 mg のもの又はこれと同等以上のもの。ひょう量（正しく測定できる最大許容質量）が 200 g より大きいもの。
- (d) 全量ピペット：JIS R 3505 に規定する呼び容量 25 mL のもの。
- (e) ビュレット：JIS R 3505 に規定するクラス A 又はこれと同等のもの。滴定量に応じて呼び容量 1 mL ～ 10 mL のもの。
- (f) マグネチックスターラー：回転制御機能を有しているもの。
- (g) 回転子：長さ 2 cm 程度のもの。

(1) FAMICでは容量約10 mL又は20 mLのガラス製バイアルを用いた。

6. 試薬

6.1 滴定試薬

- (a) 0.1 mol/L 水酸化カリウムエタノール溶液：調製済みのもの⁽²⁾。JIS K 0070 に規定されている方法で調製しても構わない。
- (b) 0.1 mol/L 水酸化カリウム水溶液：調製済みのもの⁽²⁾。JIS K 8001 に規定されている 0.1 mol/L 水酸化ナトリウム溶液に準じた方法で調製しても構わない。

(2) 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。

6.2 指示薬

- (a) フェノールフタレイン指示薬（食用こめ油及び食用とうもろこし油以外の食用植物油脂の場合）：調製済みのもの。JIS K 0070 に規定されている方法で調製しても構わない。
- (b) アルカリブルー 6B 指示薬（食用こめ油及び食用とうもろこし油の場合）：調製済みのもの。JIS C 2101 に規定されている方法で調製しても構わない。

6.3 溶剤

- (a) エタノール：JIS K 8101 に規定する特級のものまたはこれと同等以上のもの。
- (b) ジエチルエーテル：JIS K 8103 に規定する特級のものまたはこれと同等以上のもの。
- (c) 混合溶剤：エタノールにジエチルエーテルを体積比で 1 : 1 の割合で混合したもの。使用直前に、7.2 で使用する指示薬を数滴加え滴定試薬を用い中和する。

6.4 二酸化炭素を含まない水

JIS K 0557 に規定されている A2 または A3 の水を約 15 分間沸騰⁽³⁾させ、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⁽⁴⁾冷却する。この水は用事調製する。なお、操作においても出来るだけ二酸化炭素をさえぎる。JIS K 8001 に規定されている方法で製造しても構わない。

(3) 突沸を防ぐため、ガラスビーズ等を入れるとよい。

(4) ガス洗浄瓶に水酸化カリウム溶液（250 g/L）をい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。

6.5 力価標定用試薬

0.1 mol/L 塩酸：調製済みのもの⁽²⁾。JIS K 8001 に規定されている方法で調製しても構わない。

7. 測定手順

7.1 滴定試薬の力価標定

三角フラスコに 0.1 mol/L 塩酸 25 mL を全量ピペットで取り、二酸化炭素を含まない

水 50 mL を加え、指示薬としてフェノールフタレイン指示薬を数滴加え、50 mL ビュレットを使用して 0.1 mol/L 水酸化カリウムエタノール溶液（または 0.1 mol/L 水酸化カリウム水溶液）により滴定する。滴定の終点の判断は、薄い赤色が 30 秒間持続した時点とする。

7.2 試料測定手順

- (a) 三角フラスコに、表 1「推定酸価における試料採取量」に基づき試料を採取し、その値を 0.1 mg の単位まで記録する。
- (b) 混合溶剤 50 ～ 100 mL を加え、よく振り混ぜて試料を完全に溶解する。
- (c) 試料に応じた指示薬を数滴加え、滴定試薬により滴定する。滴定の終点の判断は、指示薬にフェノールフタレイン指示薬を用いた場合は、薄い赤色が 30 秒間持続した時点とする。アルカリブルー 6B 指示薬を用いた場合は、液の色が紫がかった青から紫がかった赤に変化し、その色が 10 秒間持続した時点とする。なお、滴定においてマグネチックスターラー及び回転子を使用してもよい。なお、滴定試薬に 0.1 mol/L 水酸化カリウム水溶液を用いる場合、滴定量が多くなると試験液が二層に分離することがある。この場合は、混合溶剤を増やす。それでもなお試験液が分離する場合は、試料採取量を減らす。

表 1 推定酸価における試料採取量

推定酸価	試料採取量 (g)
0 - 1	20
1 - 4	10
4 - 15	2.5
15 - 75	0.5
75 以上	0.2

8. 計算

8.1 滴定溶液の力価

滴定溶液の力価標定で測定した結果について、滴定溶液の力価を算出する⁽⁵⁾。

$$\text{滴定試薬の力価 } F_1 = \frac{25 \times F_2}{V_1}$$

F_2 : 0.5 mol/L 塩酸水溶液の力価

V_1 : 滴定に要した滴定試薬の量 (mL)

(5) 小数第5位を四捨五入し、小数第4位まで算出する。

8.2 食用植物油の酸価

7.2 試料測定手順で測定した結果について、酸価を算出する⁽⁶⁾。

$$\text{酸価} = \frac{5.611 \times V_2 \times F_1}{S}$$

V_2 : 滴定に要した滴定試薬の量 (mL)

F_1 : 滴定試薬の力価

S : 試料重量 (g)

- (6) 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。酸価は、規格基準値の2桁下を四捨五入して、規格基準値の1桁下まで算出する。

9. JIS規格引用

- JIS R 3505 : 1994 ガラス製体積計
JIS K 0070 : 1992 化学製品の酸価、けん化価、エステル価、よう素価、水酸基価及び不けん化物の試験方法
JIS C 2101 : 1999 電気絶縁油試験方法
JIS K 8101 : 2006 エタノール (99.5) (試薬)
JIS K 8103 : 2013 ジエチルエーテル (試薬)
JIS K 0557 : 1998 用水・排水の試験に用いる水
JIS K 8001 : 2009 試薬試験方法通則

食用植物油脂の酸価の単一試験室における試験結果

○ 滴定試薬に 0.1mol/L KOH エタノール溶液を使用したもの

- (1) マテリアル数 : 7
- (2) 酸価 : 0.02919 ~ 4.184
- (3) 併行標準偏差 (S_r) : 0.00041 ~ 0.014
- (4) 併行相対標準偏差 (RSD_r) : 0.20 % ~ 3.5 %

○ 滴定試薬に 0.1mol/L KOH 水溶液を使用したもの

- (1) マテリアル数 : 7
- (2) 酸価 : 0.02954 ~ 4.190
- (3) 併行標準偏差 (S_r) : 0.00024 ~ 0.016
- (4) 併行相対標準偏差 (RSD_r) : 0.37 % ~ 2.0 %

履歴

年月日	改訂内容等
2013/06/14	共同試験のデータが記載されている ISO 660 : 2009 の「試料採取量とアルカリ濃度表」を基にして、滴定に用いるアルカリ溶液の拡張について単一試験室で検討した結果を、妥当性確認調査検討・評価委員会で評価し、測定方法の妥当性が確認された。
2014/08/29	食用植物油の日本農林規格の酸価測定方法が改正された。 （「推定酸価に対応する試料採取量」表の変更。滴定試薬の拡張。手順を詳細に記載。）
2014/09/08	手順書 2014 公表。

ISO 660:2009 Animal and vegetable fats and oils. Determination of acid value and acidity