

風味調味料の食塩分測定方法（モール法）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、ろ過した後、指示薬としてクロム酸カリウム溶液を加え、0.05mol/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) クロム酸カリウムを取り扱う際には、皮膚に付いたり粉塵を吸入しないようゴーグル型保護眼鏡、不浸透性保護手袋、防塵マスク等を着用し、取扱い後は手、顔等を洗い、うがいをする。
- (b) 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。
- (c) 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。
- (d) クロム酸カリウム溶液、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) クロム酸カリウム：JIS K 8312に規定する特級のもの又はこれに準ずるもの。
- (c) 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。
- (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. 器具及び装置

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、ディスポ秤量皿、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できるもの。
- (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 10mL 及び 25 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) 三角フラスコ：呼び容量 200 mL のもの。
- (h) ビュレット：呼び容量 25 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で茶褐色のもの。

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 °C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 °C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 2%クロム酸カリウム溶液（滴定用指示薬）

クロム酸カリウム 2 g を水に溶かし、全量フラスコで 100 mL とする。

6.2 0.05mol/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 8.5 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)の必要量をるつぼに入れて 600 °Cで 40 分加熱した後、デシケーターに入れて放冷する。その中から 1 ~ 1.25g を 0.1mg まで量りとり、水で溶解して 250mL とする。この溶液 25mL を全量ピペットで三角フラスコ(200 mL)に正確にとり、指示薬として 2%クロム酸カリウム溶液 1mL を加え、①で調製した 0.1mol/L 硝酸銀溶液で滴定する。終点は、液の色がわずかに赤褐色になる点とする。

(2) JIS K8001もしくは日本薬局方に準じて実施してもよい。

(c) 計算

$$0.05 \text{ mol/L 硝酸銀溶液のファクター} = \frac{1000 \times a}{V \times n \times M} \times \frac{A}{100} \times \frac{25}{250}$$

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 0.05 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 (= 0.05 mol/L)

M : 塩化ナトリウムの式量 (= 58.44)

7. 測定手順

7.1 サンプルング

- (a) 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。
- (b) 測定用試料約 5 g 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

- (a) 量りとった測定用試料を全量フラスコ (500 mL) 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。
- (b) 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

- (a) 食塩分測定用試料溶液 10 mL を全量ピペットで三角フラスコ (200 mL) にとり、メスシリンダーで量りとった水 50 mL を加える。
- (b) 2 %クロム酸カリウム溶液 1 mL を指示薬として加える。
- (c) ビュレットを用い、0.05 mol/L 硝酸銀溶液で滴定する。試料溶液が微橙色を呈する点を終点とする。
- (d) 試料溶液に替えて水 10 mL を用いて同様に操作し空試験とする。

8. 計算

次の式により食塩分を算出する⁽³⁾。

$$\text{食塩分 (\%)} = 0.002922 \times \frac{(T - B) \times F}{W} \times \frac{500}{10} \times 100$$

T : 終点までの滴定に要した 0.05 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)

0.002922 : 0.05 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)

(3) 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 (モール法)

(1) 参加試験室数 : 13

(2) マテリアル数 : 5

(3) 濃度 : 29.3 ~ 44.1 %

(4) 併行標準偏差 (S_p) : 0.13 ~ 0.49

(5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.23 ~ 0.98

(6) 併行相対標準偏差 (RSD_p) : 0.41 ~ 1.66 %

(7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 0.72 ~ 3.33 %