

# ウスターソース類の食塩分測定方法（モール法）手順書

## 1. 適用範囲

この手順書は、日本農林規格に定めるウスターソース類及びその周辺製品に適用する。

## 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、0.1 mol/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メガネ、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、うがいをすること。クロム酸カリウム溶液も有害なので皮膚に付着させない等、取扱いには注意すること。
- (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) クロム酸カリウム及び硝酸銀溶液は流しに捨てず、別の容器に回収し適切に処理すること。

## 4. 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。

### 4.1 測定に用いる器具及び装置

- (a) 電子天びん：1 mg の桁まで量ることができるもの。滴定用溶液の標定を行う場合は0.1 mg の桁まで量ることができるもの。
- (b) 全量フラスコ：呼び容量 50 mL。JIS R 3505 に規定するクラス A 又はそれ以上のグレードのもの。
- (c) 褐色ガラス瓶：試薬調製の際に用いる。
- (d) メスシリンダー：呼び容量 100 mL 又は 1000 mL。試薬調製の際に用いる。
- (e) 全量ピペット：呼び容量 10 mL。JIS R 3505 に規定するクラス A 又はそれ以上のグレードのもの。
- (f) ろ紙：JIS P 3801 に規定する定性分析用 2 種に該当するもの<sup>(1)</sup>で、直径 110 ～ 150 mm のもの。
- (g) 漏斗：直径 60 ～ 100 mm のもので、(f)のろ紙と組み合わせることができる大きさのもの。
- (h) ビュレット：呼び容量 10 mL。JIS R 3505 に規定するクラス A 又はそれ以上のグレードで、茶褐色のもの。

- (i) 滴定容器：①と②のどちらかを用いる。
- ① 磁器蒸発皿：丸底型で呼び容量 80 ～ 170 mL のもの。
  - ② 三角フラスコ：呼び容量 50 ～ 100 mL。
- (j) 攪拌器具：(i)で「① 磁器蒸発皿」を使用する場合は、①又は②及び③を使用する。
- ① ガラス棒
  - ② 攪拌子
  - ③ マグネチックスターラー

(1) ADVANTECの定性ろ紙No. 2や、Whatmanの定性ろ紙グレード2などがこれに該当する。

#### 4.2 滴定用溶液を標定する場合に追加する器具及び装置

- (a) るつぼ：白金製または磁器製のもの。
- (b) 電気マuffle炉：600 °Cまで加熱できるもの。
- (c) デシケーター：JIS K 8001 に規定するもの。すなわち、乾燥剤として JIS Z 0701 に規定するシリカゲル（A型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、その色に変色したときは約 130 °Cで加熱して再生する。
- (d) 全量フラスコ：呼び容量 250 mL。JIS R 3505 に規定するクラスA又はそれ以上のグレードのもの。
- (e) 全量ピペット：呼び容量 15 mL。JIS R 3505 に規定するクラス A 又はそれ以上のグレードのもの。

### 5. 水及び試薬

試験に用いる水及び試薬は、次のとおりとする。なお、(e)の塩化ナトリウム（標準物質）は、滴定用溶液を標定する場合に用いる。

- (a) 水：イオン交換法によって精製した水又は逆浸透膜法、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 K 8008 に規定する 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と同等以上のもの。
- (c) 硝酸銀：JIS K 8550 に規定する特級のもの又はこれと同等以上のもの。
- (d) 炭酸ナトリウム：JIS K 8625 に規定する特級のもの又はこれと同等以上のもの。
- (e) 塩化ナトリウム（標準物質）：JIS K 8005 に規定する容量分析用標準物質。

### 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 を量りとり、メスシリンダーで水 100 mL を加えて溶解する。

#### 6.2 0.1 mol/L硝酸銀溶液（滴定用溶液）

小数第3位までファクターが求められている市販品を用いてもよい。その場合は、標定は行わずに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 1000 mL 褐色ガラス瓶に量りとり、メスシリンダーで水 1000 mL を加えて溶解する<sup>(2)</sup>。

#### (b) 標定<sup>(3)</sup>

塩化ナトリウム（標準物質）をろつぽに入れ、600 °C で約 60 分間加熱し、デシケーターに入れて放冷する。その塩化ナトリウム約 0.8 ~ 0.9 g を 0.1 mg の桁まで正確に量りとり、全量フラスコ(250 mL)に移し、水を加えて溶かし、さらに水を標線まで加える。この溶液 15 mL を全量ピペットを用いて磁器蒸発皿に正確に量りとり、指示薬として 2 % クロム酸カリウム溶液 1 mL を加え、(a) で調製した 0.1 mol/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。空試験として、塩化ナトリウム水溶液の代わりに水を用いて同様に滴定を行う。

#### (c) 計算

$$0.1 \text{ mol/L 硝酸銀溶液のファクター} = \frac{1000 \times a}{V \times n \times M} \times \frac{A}{100} \times \frac{15}{250}$$

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 : 58.44 (塩化ナトリウムの式量)

### 6.3 0.05 mol/L 炭酸ナトリウム溶液 (中和用)

炭酸ナトリウム 0.53 g を量りとり、メスシリンダーで水 100 mL を加えて溶解する。

(2) 密栓して暗所に保管する。なお、調製中や保存中に塩化物が混入しないよう注意する。

(3) JIS又は日本薬局方に規定する方法で標定してもよい。

## 7. 測定手順

### 7.1 試料溶液の調製

(a) 試料 2 g<sup>(4)</sup> を 50 mL 全量フラスコに 1 mg の桁まで量りとり、水を加えて定容する。

(b) (a) をろ紙 (定性分析用 2 種) を用いてろ過し<sup>(5)</sup>、ろ液を試料溶液とする。

(4) 全量フラスコの上部に試料が付いた場合は、重さを読み取る前にキムワイプ等でふき取る。

(5) ろ液は 50 mL 程度のビーカー等で受ける。

## 7.2 滴定

- (a) 試料溶液 10 mL を全量ピペットを用いて、磁器蒸発皿又は三角フラスコにとり、0.05 mol/L 炭酸ナトリウム溶液で中和する<sup>(6)</sup>。
- (b) 指示薬として 2 %クロム酸カリウム溶液 1 mL を加え、0.1 mol/L 硝酸銀溶液で滴定する<sup>(7)</sup>。滴定値は 0.01 mL まで記録する。終点は、液の色がわずかに赤褐色になる点とする。
- (c) 空試験として、試料溶液の代わりに水を用いて同様に滴定を行う。1 滴で明らかに終点を超える色を呈した場合は、空試験滴定値は 0 mL とする。

(6) モール法で終点を示すクロム酸銀の沈殿は、酸性条件下では発現しないため、試験液の pH を 7~10 に調整する必要がある。今回はろ液 10 mL に 0.05 mol/L 炭酸ナトリウム溶液 1.5 mL を加えること。

(7) 磁器蒸発皿を用い、ガラス棒で攪拌しながら滴定する際は、蒸発皿をフラスコ台等で固定すると操作が容易になる。また、マグネチックスターラーを用いて攪拌してもよい。

## 8. 計算<sup>(8)</sup>

$$\text{食塩分 (\%)} = (T - B) \times \frac{A \times F \times M}{1000} \times \frac{50}{10} \times \frac{1}{W} \times 100$$

T：試験液の滴定に要した硝酸銀溶液の体積 (mL)

B<sup>(9)</sup>：空試験の滴定に要した硝酸銀溶液の体積 (mL)

A：滴定に要した硝酸銀溶液の濃度 (0.1 mol/L)

F：硝酸銀溶液のファクター

M：58.44 (塩化ナトリウムの式量)

W：試料採取量 (g)

(8) 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。

(9) 空試験で 1 滴で明らかに終点を超える色を呈した場合は、滴定値を 0 とする。

## 試験用試料の調製

市販の製品をスターラーでかき混ぜたもの、もしくは目的の食塩分とするために食塩を加えてスターラーでかき混ぜたものを試料とした。

## 共同試験結果

### ウスターソース類の食塩分 (モール法)

- (1) 参加試験室数 : 12
- (2) マテリアル数 : 6
- (3) 濃度 : 3.862 ~ 11.952 %
- (4) 併行標準偏差 ( $S_r$ ) : 0.029 ~ 0.051
- (5) 室間再現標準偏差 ( $S_R$ ) : 0.070 ~ 0.096
- (6) 併行相対標準偏差 ( $RSD_r$ ) : 0.32 ~ 1.3 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 ( $RSD_R$ ) : 0.79 ~ 1.8 %