

醸造酢の食塩分測定方法（モール法）手順書

1. 適用範囲

この測定方法は、日本農林規格ににおける醸造酢に適用する。

2. 測定方法の概要

試料を炭酸ナトリウムで中和し、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、塩化銀の沈殿を生成させ、クロム酸銀の沈殿が生ずるまでに要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) クロム酸カリウム溶液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. 試薬等

試験に用いる水及び試薬は、次のとおりとする。

4.1 測定に使用する試薬等

- (a) 水：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 K 8008 に規定する A2 以上の品質を有するもの。
- (b) 炭酸ナトリウム：JIS K 8625 に規定する特級、又はこれと同等以上のもの。
- (c) クロム酸カリウム：JIS K 8312 に規定する特級、又はこれと同等以上のもの。
- (d) 硝酸銀：JIS K 8550 に規定する特級、又はこれと同等以上のもの。

4.2 滴定溶液の標定する場合に追加する試薬

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。

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。

5.1 測定に用いる器具

- (a) 全量ピペット：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。
- (b) ビュレット：呼び容量 25 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。

- (c) 磁製蒸発皿⁽¹⁾
- (d) 三角フラスコ：呼び容量 200 mL
- (e) ガラス棒
- (f) 磁製蒸発皿用固定具⁽²⁾

(1) 丸底型で、容量 100～180 mL 程度のものが使いやすい。

(2) フラスコ台など。

5.2 滴定用溶液を標定する場合に追加する器具及び装置

- (a) 電子天びん：0.1mgをはかることができるもの。
- (b) るつぼ：白金又は磁器のもの。
- (c) 電気マッフル炉：600℃に設定でき、温度調節精度が±2℃のもの。
- (d) 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 Z 0701 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、その色に変色したときには約 130℃で加熱して再生する。

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よい。また、同一組成の市販品を使用してもよい。

6.1 0.25 mol/L炭酸ナトリウム溶液（中和用溶液）

炭酸ナトリウム 26.5 g を水に溶かし、1 L とする。

6.2 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、100 ml とする。

6.3 0.1 mol/L硝酸銀溶液（滴定用溶液）⁽³⁾

(a) 調製方法

硝酸銀 17 g をはかりとり、水 1 L を加えて溶かした後、遮光した気密容器に入れて暗所に保存する⁽⁴⁾。

(b) 標定

塩化ナトリウム（標準物質）の必要量をるつぼにとり、約 600℃の電気マッフル炉中で約 60 分間加熱した後、デシケーターに入れて放冷する。その約 0.08 g を 0.1 mg まで量りとり、200 mL 三角フラスコに移し、水 50 mL を加えて溶かす。

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。

(c) 計算

$$0.1 \text{ mol/L 硝酸銀溶液のファクター} = \frac{W}{0.005844 \times A} \times \frac{Q}{100}$$

W : 塩化ナトリウムの秤取量(g)

Q : 塩化ナトリウムの純度(%)

A : 0.1 mol/L 硝酸銀溶液の滴定量(mL)

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質量(g)

(3) 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。

(4) 溶液の調製中や保存中に塩化物が混入しないよう注意する。

7. 測定手順

7.1 試料採取

試料を全量ピペットで正確に 3～10 mL 採取し、磁製蒸発皿又は 200 mL 三角フラスコ⁽⁵⁾に入れ、0.25 mol/L 炭酸ナトリウム溶液⁽⁶⁾で中和⁽⁷⁾する。

(5) 磁製蒸発皿を用いることを推奨する。三角フラスコを用いると、滴定の際に試料が泡立ち、終点判定が難しくなることがある。

(6) モール法で終点を示すクロム酸銀の呈色は、酸性条件下では発現しないため、試料のpHを6.5～10.0の間に調整する必要がある。中和に要する液量は、試料を10 mL採取した場合、試料の酸度(%)に5又は6を乗じた量(mL)となる。例えば、試料の酸度が4.5%であれば、 $4.5 \times 5 = 22.5 \text{ mL}$ となる。

(7) この操作に用いる器具はメスシリンダーやオートビュレット等で十分である。また、(6)の例で試験液のpHは十分に6.5～10.0になるが、必要に応じ、pH試験紙等により確認してもよい。

7.2 滴定

7.1の試験液に指示薬として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⁽⁸⁾。終点は、液の色が微橙色又はわずかに赤褐色になる点とする⁽⁹⁾。

(8) 磁製蒸発皿を用いる場合は、蒸発皿をフラスコ台等で固定し、ガラス棒で攪拌しながら滴定する。この際、液面の端に硝酸銀溶液を滴下すると変色点の変化が見やすくなる。

(9) 試料の色や試料中に含まれるアミノ酸等が液色の変化に影響するので注意する。

8. 計算⁽¹¹⁾

以下の式により、醸造酢の食塩分を計算する。

$$\text{食塩分 (\%)} = 0.005844 \times \frac{A \times F}{W} \times 100$$

A : 本試験における 0.1 mol/L 硝酸銀溶液の滴定量(mL)

F : 0.1 mol/L 硝酸銀溶液のファクター

W : 試料採取量(mL)

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質量(g)

(11) 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

市販の製品をよくふりませ、そのままを試料とする。

共同試験結果

醸造酢の食塩分（モール法）

- (1) 参加試験室数 : 12
- (2) マテリアル数 : 5
- (3) 濃度 : 0.03~2.50%
- (4) 併行標準偏差 (S_p) : 0.0017~0.0074
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.0033~0.018
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_p) : 0.30~5.9%
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 0.70~11%