

醸造酢の食塩分測定方法（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醸造酢に適用する。

2. 測定方法の概要

試料を水で希釈し、電位差滴定装置を用いて 0.1 mol/L 硝酸銀溶液で滴定し、塩化銀の沈殿を生成させ、滴定終点（電位変化率が最大となる点）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) 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

4.1 試験に用いる試薬等

試験に用いる水及び試薬は、次のとおりとする。

- (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) 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 滴定溶液を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 測定に用いる器具及び装置

- (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) ビーカー：呼び容量 100 mL 又は 200 mL。
- (c) 攪拌子
- (d) 電位差滴定装置⁽¹⁾：下記のビュレット及び電極が付属された自動電位差測定装置を用いる。
 - ① ビュレット：呼び容量 20 mL。
 - ② 電極：次の(ア)又は(イ)による。
 - (ア) 指示電極に銀電極を用い、参照電極に銀-塩化銀電極を用いる。
 - (イ) 複合型銀電極を用いる。

(e) マグネチックスターラー

- (1) ビュレット部分、滴定用溶液の貯留ボトルなど硝酸銀溶液が入る部分には褐色のものを用いるか、黒い紙等で遮光する。

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：0.1 mg 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 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 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℃出加熱して再生する。

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 0.1 mol/L硝酸銀溶液（滴定用溶液）⁽²⁾

(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解する⁽³⁾。

(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、600℃の電気マッフル炉で約 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、ビーカーに移し、電極が浸る高さまで水を加えて溶かす。

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 (a) で調製した 0.1 mol/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。

(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)

- (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。

- (3) 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。
- (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。

7. 測定手順

試料を全量ピペットで正確に 3 ～ 10 mL 採取し、ビーカーに入れ、電極が浸る高さまで水を加える。

ビーカーを電位差滴定装置⁽⁵⁾に装着し、攪拌しながら 0.1 mol/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⁽⁶⁾。

(5) あらかじめ、ビュレット及び溶液ラインのパーズを数回行っておく。ただし、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。

(6) 終点を検出できないときには、滴定量 = 0 mLとみなす。

8. 計算⁽⁷⁾

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

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)

(7) 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ぜ、そのままを試料とする。

共同試験結果

醸造酢の食塩分（電位差滴定法）

(1) 参加試験室数：11

(2) マテリアル数：7

(3) 濃度：0.02～2.50%

- (4) 併行標準偏差 (S_p) : 0.00028~0.0093
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.00050~0.010
- (6) 併行相對標準偏差 (RSD_p) : 0.14~1.2%
- (7) 室間再現相對標準偏差 (RSD_R) : 0.19~2.2%