

乾燥スープの食塩分測定方法（電位差滴定法）手順書

1. 適用範囲

この手順書は、日本農林規格に定める乾燥スープに適用する。

2. 測定方法の概要

試料に水を加え、ろ過して、硝酸酸性にした後、電位差滴定装置を用いて 0.05 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) 熱水を取り扱う際には、火傷に注意すること。
- (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。

4. 試薬等

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 に規定される A2 以上の品質を有するもの。
- (b) 硝酸：JIS K 8541 に規定する特級のもの又はこれと同等以上のもので、質量分率 60 ～ 61 %（密度約 1.38 g/mL）のもの
- (c) ツィーン20（ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノラウレート）
- (d) 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。
- (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。

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 試料の量りとり～定容に用いる器具及び装置

- (a) 電子天びん：0.1 mg の桁まで量ることができるもの。
- (b) ビーカー：呼び容量 50 mL 又は 100 mL のもの。
- (c) ガラス棒：直径 5 ～ 8 mm のもの。
- (d) 全量フラスコ：呼び容量 200 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) 漏斗：200 mL 全量フラスコと組み合わせることができるもの⁽¹⁾。
- (f) メスシリンダー：呼び容量 50 mL 又は 100 mL で、100 °C の熱水に耐性があるもの⁽²⁾。

- (1) 200 mL全量フラスコの首部分の内径は17 mm以下なので、漏斗は足外径が7～12 mm程度のものが適している。
- (2) PMP、TPX、PFA、PPなどの樹脂製メスシリンダーが適している。ただし、MSやMA（アクリル）などの樹脂は耐熱性が低いので適していない。

5.2 遠心分離及びろ過に用いる器具及び装置

- (a) 遠心沈殿管：容量 50 mL で、許容遠心力が $1500 \times g$ 以上のもの⁽³⁾。
- (b) 遠心機：スイングロータで容量 50 mL の遠心沈殿管を使用することができ、遠心力 $1500 \sim 2500 \times g$ で制御できるもの⁽⁴⁾。
- (c) ろ紙：JIS P 3801 に規定する定性分析用 2 種に該当するもの⁽⁵⁾で、直径 110 mm 以上のもの。
- (d) 漏斗：(c)のろ紙と組み合わせることができる大きさのもの。

(3) 遠心沈殿管の許容遠心力は素材や形状により異なる。例えば、ガラス製の遠心沈殿管は許容遠心力が $1000 \times g$ 程度のものが多い。

(4) 遠心力は、遠心機のロータの最大回転半径と回転数から求める。

$$\text{遠心力} (\times g) = 11.18 \times R(\text{cm}) \times (\text{rpm}/1000)^2$$

R：ロータの最大回転半径

rpm：1 分間あたり回転数

(計算例：最大回転半径16 cm、回転数3000 rpmの場合、 $11.18 \times 16 \times 3 \times 3 = 1610 \times g$)

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

5.3 滴定に用いる器具及び装置

- (a) 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。
- (b) ビーカー：呼び容量 100 mL 又は 200 mL のもの。
- (c) 攪拌子：(b)のビーカーに適した大きさのもの。
- (d) 電位差滴定装置⁽⁶⁾：下記のビュレット及び電極が付属された自動電位差滴定装置を用いる。
- ① ビュレット：容量 20 mL
- ② 電極：次の(7)又は(イ)を用いる。
- (7) 指示電極・・・銀電極。参照電極・・・銀-塩化銀電極。
- (イ) 複合型銀電極
- (e) マグネチックスターラー

(6) 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。

5.4 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：白金又は磁器のもの。

- (b) 電気マッフル炉：500 ～ 650 °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 形 1 種) を入れたもの。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 °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 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 硝酸 (1+1)

水に等容量の硝酸を加える。

6.2 1 % ツィーン20 溶液

ツィーン 20 を 1 g 量りとり、水を加えて 100 mL とする。

6.3 0.05 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 を水に溶かし、1 L とする⁽⁷⁾。

(b) 標定⁽⁸⁾

塩化ナトリウム (標準物質) の必要量をるつぼに入れ、500 ～ 650 °C で約 60 分間加熱し、デシケーターに入れて放冷する。その約 0.4 ～ 0.5 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 25 mL を全量ピペットを用いてビーカー (100 ～ 200 mL) にとり、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⁽⁹⁾ に装着し、装置の説明書に従い、攪拌⁽¹⁰⁾ しながら (a) で調製した 0.05 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

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

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モル濃度を表す数値 (= 0.05)

M : 塩化ナトリウムの式量 (= 58.44)

- (7) 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、溶液の調製中や保存中に塩化物が混入しないよう注意する。
- (8) 日本薬局方に規定する方法で標定してもよい。
- (9) 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ジ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回以上パージを行う。
- (10) マグネチックスターラーを用いてかき混ぜる。

7. 測定手順

7.1 試料採取

- (a) 電子天びんにビーカー(50 ~ 100 mL)をのせ、天びんの指示値をゼロにする。
- (b) (a)のビーカーに試料 2 ~ 6 g を正確に量りとり、その重量を 1 mg まで測定し、記録する。

7.2 定容

- (a) 7.2のビーカーに少量の水⁽¹¹⁾を加えガラス棒で混和する。



量りとった試料



水を加えて混和した状態

- (b) ここに 80 °C以上の熱水約 30 mL を加え⁽¹²⁾、ガラス棒でよくかき混ぜる。ビーカーの内容物を全量フラスコ(200 mL)に移し、水で洗いながら定容⁽¹³⁾とした後、栓をしてよく振り混ぜる。



熱水を加えてかき混ぜた状態



全量フラスコの標線まで水を加えた状態

(11) ビーカーに加える水の量は約5 mLとする。試料は粉末状なので、飛び跳ねないように静かに加え

る。

(12) メスシリンダーに熱水を計りとり加える。なお、沸騰状態の熱水であっても、メスシリンダーに計り取ると水温が85℃付近まで下がることに注意する。

(13) ガラス棒、ビーカー、漏斗を水で洗いながらその洗液を全量フラスコに加え、最後に水を標線まで加える。

7.3 ろ過

7.2で定容した液の必要量をろ紙(定性分析用 2 種)を用いてろ過し、ろ液を試験溶液とする。

定容した液のままではろ過が困難な場合は、その適量⁽¹⁴⁾を遠心沈殿管にとり、遠心機を用いて、遠心力 1500 ~ 2500 × g⁽¹⁵⁾で 10 分間遠心分離した後ろ過を行う⁽¹⁶⁾。

(14) 40~50 mL程度。

(15) 回転数で制御する機種の場合は、(4)の式から遠心力を求める。

(16) 乾燥ポタージュは遠心分離を行うと、全量ピペット採取時に標線が見やすくなる効果が生じる。

7.4 滴定

(a) 試験溶液 10 mL を全量ピペットを用いて、ビーカー(100 ~ 200 mL)にとる。

(b) 電極が浸る高さまで水を加えた後、硝酸(1+1)を 2 mL、1 % ツィーン 20 溶液を 1 mL 加える。

(c) ビーカーを電位差滴定装置⁽¹⁷⁾に装着し、装置の説明書に従い、攪拌⁽¹⁸⁾しながら 0.05 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。

(d) 空試験として、試験溶液の代わりに水を用いて同様に滴定を行う⁽¹⁹⁾。終点を検出しない場合は、空試験滴定値は 0 mL とする。

(17) 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。

(18) マグネチックスターラーを用いてかき混ぜる。

(19) ビーカー(100~200 mL)を用意し、(b)と(c)の操作を行う。ピペットで水10 mLをとる必要はない。

8. 計算^{(20), (21)}

$$\text{食塩分 (\%)} = 0.002922 \times \frac{(V - B) \times F}{s} \times \frac{200}{10} \times 100$$

V : 試験溶液の滴定に要した 0.05 mol/L 硝酸銀溶液の体積(mL)

B : 空試験の滴定に要した 0.05 mol/L 硝酸銀溶液の体積(mL)

F : 0.05 mol/L 硝酸銀溶液のファクター

s : 試料採取量(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質量(g)

(20) 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。

(21) JAS規格では食塩(%)の結果を調理したスープ1,000 mL中に含まれる食塩のg数に換算する。

試験室試料の調製

市販の製品をミキサーで粉砕し、1 mm のふるいを通させて均質化したものを試料とする。

共同試験結果

乾燥スープの食塩分（電位差滴定法）

- (1) 参加試験室数 : 10
- (2) マテリアル数 : 5
- (3) 食塩 : 6.1 ~ 42.7 %
- (4) 併行標準偏差 (S_i) : 0.041 ~ 0.30
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.078 ~ 0.33
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_i) : 0.29 ~ 0.78 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 0.70 ~ 1.2 %