

しょうゆの食塩分測定方法（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しょうゆに適用する。

2. 測定方法の概要

試料に水を加え、指示薬としてクロム酸カリウム溶液を加え、0.02 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。クロム酸カリウム溶液も有害なので皮膚に付着しない等、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。

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 (0.001 g) 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 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。
- (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、1000 mL。試薬調製の際に用いる。
- (e) 全量ピペット：呼び容量 5 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) 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。
- (g) 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。
- (h) 攪拌用具：(g) で「① 磁器蒸発皿」を使用する場合は下記の①又は②及び③を使用する。
 - ① ガラス棒：長さ 80～140 mm のもの。
 - ② 攪拌子：長さ 15～30 mm のもの。

③ マグネチックスターラー

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：白金製又は磁器製のもの。
- (b) 電気マuffle炉：600℃まで加熱できるもの。
- (c) デシケーター：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℃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。

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、(d)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 K8008 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) 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 0.02 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

1000 mL 褐色ガラス瓶に硝酸銀 3.4 g を量りとり、メスシリンダーで水 1000 mL を加えて溶解する⁽¹⁾。

- (1) 溶液の調製後、密栓して冷暗所に保管する。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。

(b) 標定⁽²⁾

塩化ナトリウム（標準物質）をろつぽに入れ、600℃で約60分間加熱し、デシケータに入れて放冷する。その塩化ナトリウム約0.16～0.18gを0.1mg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、定容する。この溶液25 mLを全量ピペットで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0.02 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。

(2) 日本薬局方に規定する方法で標定してもよい。

(c) 計算

以下のとおり計算し、小数第3位まで記録する。

$$0.02 \text{ mol/L硝酸銀溶液のファクター} = \frac{1000 \times a}{(V-B) \times n \times M} \times \frac{A}{100} \times \frac{25}{250}$$

a：塩化ナトリウム秤量値 (g)

A：塩化ナトリウムの純度 (%)

B：空試験の滴定に要した0.02 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 (= 0.02 mol/L)

M：塩化ナトリウムの式量 (= 58.44)

7. 測定手順

7.1 試料溶液の調製

250 mL全量フラスコに試料5 mL⁽³⁾を全量ピペットで量りとり、量りとった試料の重量を1 mgまで記録し⁽⁴⁾、水を加えて定容する。

(3) 全量ピペットで5 mL採取し、ピペットを垂直に保ち排出した後、そのまま30秒間保持し、ピペット胴部を把握して余滴を1回のみ排出する。なお、全量フラスコの上部に試料が付いた場合は、重さを量る前にキムワイプ等でふき取る。

(4) 1 mgより下の桁まで表示される天秤は数値をそのまま記録する。

7.2 滴定

試料溶液5 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る。指示薬として2%クロム酸カリウム溶液1 mLを加え（試験液）、0.02 mol/L硝酸銀溶液で滴定する⁽⁵⁾。滴定値は0.01 mLまで記録する。終点は、試験液の色が微橙色になる点とする。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。

- (5) 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⁽⁶⁾

以下のとおり計算し、小数第3位まで記録する。

(a) 試料 1 g あたりの食塩分

$$\text{食塩分 (\%)} = \{(T - B) / 1000\} \times A \times F \times M \times (250/5) \times (1/ W) \times 100$$

(b) 試料 1 mL あたりの食塩分

$$\text{食塩分 (\%)} = \{(T - B) / 1000\} \times A \times F \times M \times (250/5) \times (1/ V) \times 100$$

T : 試験液の滴定に要した硝酸銀溶液の体積 (mL)

B⁽⁷⁾ : 空試験の滴定に要した硝酸銀溶液の体積 (mL)

A : 滴定に用いた硝酸銀溶液の濃度 (0.02 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)

V : 試料採取量 (5 mL)

- (6) 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。また、今回は1 gあたりと1 mLあたりの食塩分を算出する。

- (7) 空試験で終点の検出がされない場合は滴定量を0とする。

試験用試料の調製方法

市販の製品をかき混ぜそのまま、もしくは目的の食塩分とするために食塩を加え、スターラーで30分かき混ぜ、試料とした。

共同試験結果

しょうゆの食塩分 (モール法) w/w %

- (1) 参加試験室数 : 13
- (2) マテリアル数 : 6
- (3) 濃度 : 7.07 ~ 19.28 % (w/w)
- (4) 併行標準偏差 (S_r) : 0.027 ~ 0.11

- (5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.11 ~ 0.23
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_r) : 0.19 ~ 0.77 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 0.83 ~ 1.9 %

しょうゆの食塩分 (モール法) w/v %

- (1) 参加試験室数 : 13
- (2) マテリアル数 : 6
- (3) 濃度 : 7.93 ~ 22.98 % (w/v)
- (4) 併行標準偏差 (S_r) : 0.025 ~ 0.13
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.15 ~ 0.30
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_r) : 0.14 ~ 0.78 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 0.85 ~ 2.0 %