

精製ラードの酸価測定手順書

1. 適用範囲及び定義

この手順書は精製ラードの日本農林規格に規定する精製ラードに適用する。

なお、酸価とは試料 1g 中に含まれている遊離脂肪酸を中和するのに要する水酸化カリウムの mg 数をいう。

2. 器具

共栓三角フラスコ（呼び容量：200 mL もしくは 300 mL）もしくは三角フラスコ（呼び容量：200 mL もしくは 300 mL）には、JIS 規格（R3503:1994）で規定されているもの又はそれに準ずるものを使用する。メスシリンダー（呼び容量：100 mL）、ビュレット（呼び容量：1 又は 2 mL）には、JIS 規格（R3505:1994）で規定されているクラス A、又はそれ以上のグレードのものを使用する。

また、標定する場合には次の器具を追加する。全量フラスコ（呼び容量：250 mL）、全量ピペット（呼び容量：25 mL）、ビュレット（呼び容量：25 mL）には、JIS 規格（R3505:1994）で規定されているクラス A、又はそれ以上のグレードのものを使用する。

3. 装置

電子天秤には 1 mg¹⁾ の桁まで量ることができるものを使用する。ウォーターバスは設定温度を保持できるものを使用する。

また、標定する場合には次の装置を追加する。真空デシケーターには内圧 2.0 kPa（15 mmHg）以下まで減圧することが可能であるものを使用する。

1) 標定を行う場合は、0.1mgとなる。

4. 試薬

エタノール（99.5）は JIS 規格（K8101:2006）で規定されているものを使用する。ジエチルエーテルは JIS 規格（K8103:1994）で規定されているものを使用する。水は蒸留法もしくは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水を使用する。水酸化カリウムは JIS 規格（K8574:2006）で規定されているものを使用する。水酸化バリウム八水和物は JIS 規格（K8577:2007）で規定されているものを使用する。フェノールフタレインは JIS 規格（K8799:1992）で規定されているものを使用する。

また、標定する場合には次の試薬を追加する。アミド硫酸（スルファミン酸）には、JIS 規格（K8005:2006）で規定されている容量分析用標準物質を使用する。プロモチモールブルーには、JIS 規格（K8842:1992）で規定されているものを使用する。エタノール（95）は JIS 規格（K8102:1994）で規定されている 1 級以上のものを使用する。

5. 試薬調製

同組成、同濃度の市販品を用いる場合は以下の調製を必要としない。また、基準油脂分析試験法¹⁾に準じて調製しても良い。

(1) 0.1 mol/L水酸化カリウム溶液（滴定用溶液）

水酸化カリウム 7 g を二酸化炭素を含まない水に溶解して 1 L とし、これに新たに調製した飽和水酸化バリウム溶液を加える又は加えない。加える際は、強く振り混ぜながら沈殿が生じなくなるまで添加し、炭酸ガスを遮り 2～3 日間放置した後、濾過する又は上澄みを採取する。保存する際は二酸化炭素を遮り、耐アルカリ性容器に保存する。

(2) 1%フェノールフタレイン溶液（滴定用指示薬）

フェノールフタレイン 1.0 g を量り取り、エタノール（95）90 mL に溶かし、水を加えて 100 mL にする。

(3) 中性溶剤

(a) 中性溶剤A

エタノール（99.5）とジエチルエーテルを等量、メスシリンダーで量り取り混合する。混合した溶剤に 1%フェノールフタレイン溶液を加え²⁾、0.1 mol/L 水酸化カリウム溶液で淡紅色を呈するまで滴定し中和させる。使用時には淡紅色の状態であること。

保存する際は、栓付きガラス瓶など溶剤の揮発を防ぐ容器に保存する。

(b) 中性溶剤B

エタノール（99.5）とジエチルエーテルを 1：4 の割合にメスシリンダーで量り取り混合する。混合した溶剤にフェノールフタレイン溶液を加え²⁾、0.1 mol/L 水酸化カリウム溶液で淡紅色を呈するまで滴定し中和させる。使用時には淡紅色の状態であること。

保存する際は、栓付きガラス瓶など溶剤の揮発を防ぐ容器に保存する。

(4) 0.1%プロモチモールブルー溶液（標定用指示薬）

プロモチモールブルー 0.1 g を量り取り、エタノール（95）50 mL に溶かし、水を加え 100 mL にする。

1) 日本油化学会制定 基準油脂分析試験法 社団法人日本油化学会著

2) 溶剤50mLに2滴（約0.04mL）の割合で加えること。

6. 標定

容量分析用 0.1 mol/L 水酸化カリウム溶液（3桁以上のファクターが記載されているもの）を使用する場合¹⁾には、以下の操作を行わなくてもよい。その際には試薬に記載されているファクターを用いる。また、基準油脂分析試験法に準じて標定を行っても良い。

乾燥剤を入れた真空デシケーターに、アミド硫酸を入れ内圧 2.0 kPa (15 mmHg)以下まで減圧して約 48 時間乾燥させる。250 mL 全量フラスコに乾燥させたアミド硫酸 2 ～ 2.5 g を 0.1 mg の桁まで正確に量り取り、二酸化炭素を含まない水で定容する(標定液)。標定液 25 mL を全量ピペットで 200 mL 三角フラスコに取り、0.1%プロモチモールブルー指示薬を数滴加える。0.1 mol/L 水酸化カリウム溶液で滴定を行い、標定液が薄青色に変化した時点を終点とする。ファクターは ① 式より算出する。小数第 3 位まで求める。

$$\text{ファクター} = \frac{1000 \times a \times A}{T_1 \times C \times M} \times \frac{25}{250} \quad \text{①}$$

ファクター：0.1 mol/L 水酸化カリウム溶液のファクター

a：量り取ったアミド硫酸の質量(g)

A：アミド硫酸の純度

T₁：標定に要した 0.1 mol/L 水酸化カリウム溶液の滴定量 (mL)

C：滴定に使用した水酸化カリウム溶液の濃度 (= 0.1 mol/L)

M：アミド硫酸の式量 (= 97.09)

- 1) 開封してから時間が経過したものは標定を行う。

7. 測定手順

(1) 試料採取・溶融・試料溶解

試料 10 g を共栓三角フラスコもしくは三角フラスコに量り取る¹⁾。水浴上で試料が透明になるまで加温²⁾ 溶融する。

溶融した試料にあらかじめ 25 °C ± 5 °C 付近にした淡紅色の中性溶剤 A 50 mL を加え³⁾ 栓をしてもしくはせずに十分に振り混ぜる⁴⁾。

中性溶剤 A に溶解しない場合は、試料 1.0 g を量り取り、水浴上で上記と同様に加熱溶融し、あらかじめ 25 °C ± 5 °C 付近にした淡紅色の中性溶剤 B 30 mL を加えずに滴定する⁵⁾。

- 1) 試料は室温にもどった後採取する。また、試料採取の時はできる限り均一になるようかきまぜたのち採取する。量り取る際、試料が首の部分に付着しないように注意する。付着した場合、チリやケバを残さない柔らかい紙(例：キムワイブ等)で拭いておく。1 mg の桁まで量り取る。1 mg 以下の桁まで読むことができる天秤を使用する場合は表示値をそのまま使用する。
- 2) 試料が溶けるできる限り低い温度で行う
- 3) 溶剤は試料が温かいうちに加えること。試料が冷え、白濁してきた際に入れると試料が溶け残る場合がある。また、溶剤は水浴上で 25 °C ± 5 °C に温めておく。溶剤の温度が低いと試料が溶解しない場合がある。
- 4) 栓に液がつかないように注意して円を描くように振り混ぜる。
- 5) 2 分程度しか溶解しないのですばやく次の滴定操作にうつる。

(2) 滴定

ビュレットを用いて 0.1 mol/L 水酸化カリウム溶液で滴定する⁶⁾。淡紅色を 30 秒保持した時点を終点とする。滴定量は小数第 3 位まで記録する。

6) 溶剤を加えた試料の温度が室温付近にもどってから滴定するほうがよい。事務局では共栓三角フラスコを用いて溶剤を加えたのち栓をしたまま5分置いてから滴定を行った。なお、三角フラスコを用いるときは時間をおかず滴定しなければ溶剤組成が変化するので注意する。

8. 計算

次の②式で酸価を算出する。¹⁾

$$\text{酸価} = \frac{T_2 \times F \times 5.611}{S} \quad \text{②}$$

T_2 : 0.1mol/L水酸化カリウム溶液の滴定量 (mL)

F : 0.1mol/L水酸化カリウム溶液のファクター

5.611 : 0.1mol/L水酸化カリウム溶液1mL中のKOHの量 (mg)

S : 試料の採取量 (g)

1) 酸価は小数第 3 位まで算出する。

9. JIS引用規格

JIS K8001 : 1998	試薬試験方法通則
JIS K8005 : 2006	容量分析用標準物質
JIS K8008 : 1992	生化学試薬通則
JIS K8101 : 2006	エタノール (99.5) (試薬)
JIS K8102 : 1994	エタノール (95) (試薬)
JIS K8103 : 1994	ジエチルエーテル (試薬)
JIS K8574 : 2006	水酸化カリウム (試薬)
JIS K8577 : 2007	水酸化バリウム八水和物 (試薬)
JIS K8799 : 1992	フェノールフタレイン (試薬)
JIS K8842 : 1992	ブロモチモールブルー (試薬)
JIS R3503 : 1994	化学分析用ガラス器具
JIS R3505 : 1994	ガラス製体積計

共同試験結果

精製ラード等の酸価 ¹⁾共同試験結果

- (1) 参加試験室数 : 11
- (2) マテリアル数 ²⁾ : 5
- (3) 酸価平均値 : 0.140 ~ 0.446
- (4) 併行標準偏差 (S_p) : 0.005 % ~ 0.025 %
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.011 % ~ 0.039 %
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_p) : 1.1 % ~ 6.3 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 3.2 % ~ 10 %

1) 油脂1g中に含まれている遊離脂肪酸を中和するのに要する水酸化カリウムのmg数

2) マテリアルのうち、ラードは2マテリアルのみ (酸価平均値 0.140及び0.233)。