

農産物漬物の塩分（モール法）共同試験 測定手順書

1. 適用範囲

この手順書は、日本農林規格に定める農産物漬物のうち、はくさいキムチとはくさい以外の農産物キムチ、なら漬け、梅漬け及び梅干し並びに調味梅漬け及び調味梅干し以外の農産物塩漬け類に適用する。

2. 測定方法の概要

試料に水を加え、ホモジナイズし、ろ過する。ろ液を 0.05 mol/L 硝酸銀溶液で滴定し、滴定に要した硝酸銀溶液の量から塩化ナトリウム量を求め、試料重量に対する百分比を算出する。

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。
- (c) クロム酸カリウム溶液、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. 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：0.1 mg (0.0001 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 100 mL。JIS R 3505 に規定するクラス B 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 1000 mL。試薬調製の際に用いる。
- (e) 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。
- (f) ホモジナイザー：試料に水を加えたものを粉碎又は乳化させることが可能なもの。
- (g) ホモジナイザー用のコップ：(f) のホモジナイザーと組み合わせることが可能なもので、水 50 mL を加えて粉碎又は乳化させることが可能な大きさのもの。容量 100 mL 程度が適当。

- (h) ろ紙：JIS P 3801 に規定する定量分析用ろ紙 5 種 A に該当するもので、直径 150 ～ 185 mm のもの⁽¹⁾
- (i) 漏斗：呼び寸法 90 ～ 120 mm 程度のもので、(h) のろ紙と組み合わせることができるもの。
- (j) ビュレット：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で、茶褐色のもの。
- (k) 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。
- (l) 攪拌用具：(k) 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

(1) ADVANTEC の定量ろ紙 No. 5A や、whatman の定量ろ紙グレード 41 等がこれに相当する。

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：白金製又は磁器のもの。
- (b) 電気マッフル炉：600℃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。
- (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 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。

5. 試薬等

5.1 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 K 8008 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。

5.2 滴定溶液の標定に使用する試薬

塩化ナトリウム(標準物質)：JIS K8005 に規定され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 0.05mol/L 硝酸銀溶液

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 8.5 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⁽²⁾。

(2) 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⁽³⁾

塩化ナトリウム（標準物質）をろつぽに入れ、600 °C で約 60 分間加熱し、デシケーターに入れて放冷する。その塩化ナトリウム約 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、定容する。この溶液 10 mL を全量ピペットで滴定容器に正確に量りとり、指示薬として 2 %クロム酸カリウム溶液 1 mL を加え、6.2 で調製した 0.05 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。

(3) JIS K8001 もしくは日本薬局方に準じて標定してもよい。

(c) 計算

以下のとおり計算し、小数第 3 位まで記録する。

$$0.05 \text{ mol/L 硝酸銀のファクター} = \frac{\frac{a \times (A / 100)}{M \times 250} \times 10}{n \times \frac{V - B}{1000}}$$

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)

B : 空試験の滴定に要した硝酸銀溶液の体積 (mL)

n : 滴定に使用した硝酸銀溶液の濃度 (= 0.05 mol/L)

M : 塩化ナトリウムの式量 (= 58.44)

7. 測定手順

7.1 試料液の調製

試料 5 g をホモジナイザー用のコップに量りとり、1 mg の桁まで記録する。試料に

水 50 mL を加えて、ホモジナイザーを用いて 10000 回転で 3 分間ホモジナイズする。コップ内のものを 100 mL 全量フラスコに洗い込み、水で定容する。よく混合した後、ろ紙を用いてろ過する⁽⁴⁾。

(4)ろ液は100 mL程度のビーカー等で受ける。

7.2 滴定

ろ液 10 mL を全量ピペットを用いて、滴定容器にとり、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）、0.05 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、試験液の色がわずかに赤褐色になる点とする。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。

(5)滴定容器として磁器蒸発皿を用い、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 2 位まで記録する。

$$\text{塩分(\%)} = \frac{\left(\frac{T - B}{1000} \times A \times F \right) \times M \times \frac{100}{10}}{W} \times 100$$

T：試験溶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 (0.05 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)

(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。

(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。

9. JIS引用規格

JIS R 3505：1994 ガラス製体積計

JIS K 8001：1998 試薬試験方法通則

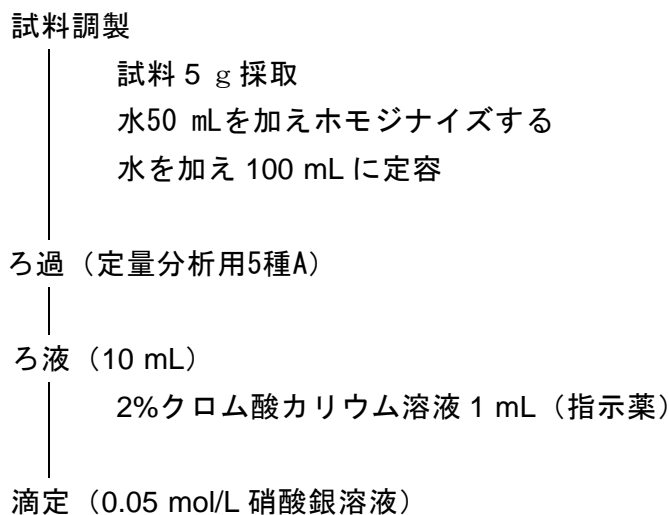
JIS K 8005：2006 容量分析用標準物質

JIS K 8008：1992 生化学試薬通則

JIS K 8312：1992 クロム酸カリウム（試薬）

JIS K 8550：2006 硝酸銀（試薬）

JIS P 3801 : 1995 ろ紙 (化学分析用)
JIS Z 0701 : 1977 包装用シリカゲル乾燥剤



モール法による農産物漬物の塩分測定 流れ図

試験用試料の調製

市販の製品をミキサーで粉砕し、試料とする。目的の塩分濃度にするため、塩分濃度の低い試料は市販製品を蒸留水でよく洗浄して塩分を下げ、塩分濃度の高い試料は塩化ナトリウムを加えて塩分を上げて調製を行った。

共同試験結果

農産物漬物の塩分 (モール法)

- (1) 参加試験室数 : 9
- (2) マテリアル数 : 5
- (3) 濃度 : 0.823 % ~ 5.649 %
- (4) 併行標準偏差 (S_r) : 0.005 % ~ 0.037 %
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.038 % ~ 0.077 %
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_r) : 0.12 % ~ 3.2 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 0.89 % ~ 5.6 %