

農産物漬物の塩分（電位差滴定法）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。電位差滴定装置を用いてろ液を 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) 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。また、調製する際は発熱するので、冷却しながら行うこと。
- (c) 硝酸銀溶液及び硝酸は流しに捨てず、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) ビーカー：呼び容量 200 mL のもの。
- (g) ホモジナイザー：試料に水を加えたものを粉砕又は乳化させることが可能なもの。
- (h) ホモジナイザー用のカップ：(g) 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 を加えて粉砕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。
- (i) 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⁾

(j) 漏斗：呼び寸法 90 ～ 120 mm 程度のもので、(i)のろ紙と組み合わせることができる大きさのもの。

(k) 攪拌子：全長 20 ～ 30 mm のもの。

(l) 電位差滴定装置⁽²⁾：下記のビュレット容量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：塩化物測定に滴した指示電極（銀電極など）及び参照電極またはこれらの複合型電極を用いる。

(m) 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。

(2) 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。

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 K8008 に規定する A2 以上の品質を有するもの。

(b) 硝酸銀：JIS K 8550 に規定する特級のもの又はこれと同等以上のもの。

(c) 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。

(e) 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）

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 硝酸(1+1)

水に等容量の硝酸を加え混合したもの⁽³⁾。

(3)採取は、メスシリンダー等で行う。また、混合する際、発熱するため水で冷やしながらか行う。

6.2 1%ツィーン20溶液

ツィーン20を1～2g量りとり、メスシリンダーで水100mLを加えて混合する。

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

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⁽⁴⁾。

(4) 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⁽⁵⁾

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、デシケレーターに入れて放冷する。その塩化ナトリウム約0.8～1.0g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10 mLを全量ピペットを用いてビーカー(200 mL)に正確にとり、硝酸(1+1) 1 mL、1%ツィーン20溶液 1 mLを加え、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⁽⁶⁾に装着し、装置の説明書に従い、攪拌⁽⁷⁾しながら滴定用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。

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⁽⁸⁾。終点を検出しない場合は、空試験滴定値は0 mLとする。

(5) 日本薬局方に規定する方法で標定してもよい。

(6) 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5～10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。

(7) マグネチックスターラーを用いて、測定の妨害とならない範囲で一定の速さでかき混ぜる。

(8) 装置の説明書に従い空試験を行う。

(c) 計算 以下のとおり計算し、小数第3位まで記録する。

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

- 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⁽⁹⁾ : 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)

(9) 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。

7. 測定手順

7.1 試料採取

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、ろ紙を用いて濾過する⁽¹⁰⁾。

(10) ろ液は 100 mL 程度のビーカー等で受ける。

7.2 滴定

- (a) ろ液 10mL を全量ピペットを用いてビーカーにとり、硝酸(1+1) 1mL、1%ツィン 20 溶液 1mL を加え、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⁽¹¹⁾に装着し、装置の説明書に従い、攪拌⁽¹²⁾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。
- (b) 空試験として、ろ液の代わりに水を用いて同様に滴定を行う⁽¹³⁾。終点を検出しない場合は、空試験滴定値は 0 mL とする。

(11) 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 5~10 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。

(12) マグネチックスターラーを用いて、測定の妨害とならない範囲で一定の速さでかき混ぜる。

(13) 装置の説明書に従い空試験を行う。

8. 計算⁽¹⁴⁾

以下のとおり計算し、小数第 3 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⁽¹⁵⁾ : 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)

(14) 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。

(15) 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 P 3801 : 1995 ろ紙 (化学分析用)
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 8550 : 2006 硝酸銀 (試薬)
JIS Z 0701 : 1977 包装用シリカゲル乾燥剤

試料調製

試料 (5 g) 採取
50 mL の水を加えホモジナイズする
水を加え 100 mL に定容

ろ過 (定量分析用 5 種 A)

ろ液 (10 mL)

硝酸(1+1) 1 mL
1% ツィーン 20 溶液 1 mL
水 (電極が浸る量)

滴定 (0.05 mol/L 硝酸銀溶液)

電位差滴定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（電位差滴定法）

- (1) 参加試験室数：8
- (2) マテリアル数：5
- (3) 濃度：0.816 %～ 5.551 %
- (4) 併行標準偏差 (S_p)：0.010 %～ 0.044 %
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R)：0.031 %～ 0.051 %
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_p)：0.39 ～ 1.9 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R)：0.92 ～ 3.8 %