

## ソース類の塩分分析

関連規格：ウスターソース類の日本農林規格 無塩可溶性固形分・食塩分（電位差滴定法）

### 測定概要

ウスターソース類の日本農林規格(JAS)には、食塩分がウスターソース 11%以下、中濃ソース及び濃厚ソースの規格では中濃ソース 10%以下（濃厚ソースは 9%以下）であることと記載されています。その測定方法は、酸性条件下で電極への沈殿物の付着防止用の界面活性剤ツィーン<sup>®</sup>20 を添加して行う「電位差滴定法」と、指示薬としてクロム酸カリウム溶液を入れ終点を色で判別する「モール法」が規定されています。

本シートでは、ウスターソース、中濃ソース、濃厚ソース の食塩分を「電位差滴定法」で測定しました。相対標準偏差 1%未満と良好な測定結果が得られました。

### 測定原理

食塩中の塩化物イオンは、硝酸銀溶液中の銀イオンと反応し、塩化銀の沈殿を生じる。

銀イオン濃度の変化を銀電極-参照電極間の電位差として検出する。このときの急激な電位差の変化を終点とする。

終点までに滴下した硝酸銀溶液の滴下量から食塩分をもとめる。



### 装置構成

自動滴定装置 GT-310

電極 銀検出電極 105

参照電極 105(ダブルジャンクション型) (外部液:1M 硝酸カリウム溶液、内部液:1M 塩化カリウム溶液)

### 使用試薬

[ 滴定試薬 ] ■0.1 mol/L 硝酸銀溶液 (容量分析用)

[ 調製試薬 ] ■1%ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノラウレート溶液・・・ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノラウレート(ツィーン<sup>®</sup>20 と同一構造) 1 g を量りとり水 100 mL を加えて混合したもの。

■硝酸(1+1)・・・水に等容量の硝酸を加えたもの。

### 測定結果

試料名	試料採取量 (g)	滴定量 (mL)	食塩分 (%)	平均値 (%)	相対標準偏差 (%)
ウスター	0.4115	5.7558	8.141	8.145	0.0
	0.4081	5.7112	8.145		
	0.4077	5.7072	8.147		
中濃	0.4030	4.0627	5.863	5.864	0.1
	0.4054	4.0899	5.868		
	0.4070	4.1013	5.861		
濃厚	0.4158	3.6664	5.127	5.124	0.1
	0.4052	3.5685	5.120		
	0.4096	3.6099	5.124		

## 実験手順

## 〔 空試験 〕

1. 100 mL ビーカーに純水 0.4 g を 0.1 mg の桁まで量りとった。
2. 電極が浸る高さまで純水を加えた(今回は 50 mL)。
3. 硝酸(1+1) 1 mL 及び 1%ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノラウレート溶液 1 mL を加えた。
4. 0.1 mol/L 硝酸銀溶液で滴定した。

## 〔 本滴定 〕

1. 100 mL ビーカーに試料 0.4 g を 0.1 mg の桁まで量りとった。
2. 電極が浸る高さまで純水を加えた(今回は 50 mL)。
3. 硝酸(1+1) 1 mL 及び 1%ポリオキシエチレン(20)ソルビタンモノラウレート溶液 1 mL を加えた。
4. 0.1 mol/L 硝酸銀溶液で滴定した。

## 計算式

$$\text{食塩分(\%)} = ((A1 - B) / X1) \times Q \times f \times FW \times (1/W) \times 100$$

A1: 終点までの滴定試薬の消費量 (mL)

B: 空試験での滴定試薬の消費量 (=0.01 mL) \*1

X1: mL→L の補正 (=1000)

Q: 滴定試薬のモル濃度 (=0.1 mol/L)

f: 滴定試薬のファクター (=0.9977) \*2

FW: 塩化ナトリウムの式量 (=58.44)

W: 試料量 (g)

100: %の単位換算係数

\*1: B が 0.01 mL 未満のときは、0 mL とする。

\*2: JIS K8001 を参考に標定を行った(アプリケーションシート 硝酸銀溶液の評定参照)。

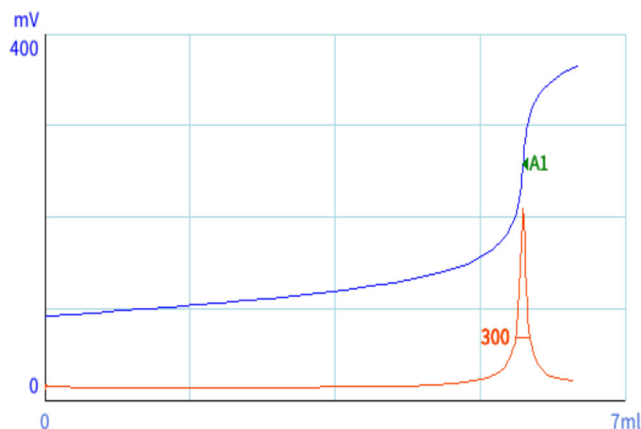
シート No.

GT-310-FO-001R

食品・飼料

3/3

測定データ



サンプル名	ウスターソース	
滴定量	: 5.7558 mL	257.83 mV
測定開始	: 0 mL	91.880 mV
測定終了	: 6.4100 mL	364.52 mV
測定時間	: 3分40秒	

滴定条件

■ 下記に記載のないパラメーターは初期設定の数値を使用しています。

	空試験	本滴定
検出器	: mV	: mV
測定方法	: 一般滴定	: 一般滴定
滴定前待ち時間	: 10 s	: 10 s
滴下制御方法	: 設定 [細かい*1]	: 設定 [普通*1]
最大滴下量	: 20 µL	: 300 µL
最小滴下量	: 4 µL	: 10 µL
安定判断速度	: 設定 [速い*1]	: 設定 [速い*1]
安定判断基準電位差	: 2 mV	: 2 mV
安定判断時間	: 3 s	: 3 s
終点1	: 変曲点	: 変曲点
終点1 基準電位	: 350 mV	: 350 mV
終点1 電位幅	: 500 mV	: 500 mV
終点1 微分判定値	: 500 mV/mL	: 300 mV/mL
終点1 終点判定数	: 1	: 6 *2
最大滴定量	: 3 mL	: 20 mL

\*1: 設定以外のパラメーターでも使用できます。

\*2: 初期値を使用しています。

その他

- 測定に使用する薬品のラベル表示や安全データシートを必ず確認し、充分注意して取扱ってください。
- 試薬の取扱い時には保護めがねや手袋などの保護具を着用ください。
- 定期的に参照電極の内・外部液の交換を行ってください。
- 測定前に銀検出電極の研磨を行ってください。表面に黒ずみなどがあると応答性が悪くなります。