

しょうゆの塩分分析

関連規格： JAS1703:2021 しょうゆの日本農林規格 無塩可溶性固形分・食塩分（電位差滴定法）

測定概要

しょうゆの日本農林規格(JAS)には、溶解しているエキス分の指標となる無塩可溶性固形分の基準がしょうゆの種類と等級毎に記載されています。無塩可溶性固形分(%)は、可溶性固形分(%)から食塩分(%)を引いて算出されます。今回は算出に必要な食塩分を測定しました。その測定方法には、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[®]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、こいくちしょうゆ、うすくちしょうゆ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。

滴定は銀検出電極-参照電極間の電位差を記録しながら行う。当量点付近では急激な電位差の変化を生じるので、その点を終点として検出する。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) * 又は 0.05 mol/L を使用。

[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[®]20と同一構造) 1~2 g を量りとり水 100 mL を加えて混合したもの。電位差滴定装置に適したアニオン界面活性剤を含む溶液を代用してもよい。

■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 (mL)	滴定量 (mL)	食塩分 (g/100mL)	平均値 (g/100mL)	相対標準偏差 (%)
こいくちしょうゆ	5	5.5631	16.19	16.20	0.1
		5.5651	16.19		
		5.5688	16.21		
うすくちしょうゆ	5	6.2706	18.25	18.26	0.0
		6.2723	18.26		
		6.2719	18.26		

実験手順

〔 試料溶液の調製 〕

しょうゆ 5 mL をホールピペットにて採取し、250 mL メスフラスコに入れ、純水を加えて定容した。

〔 空試験 〕

1. 純水 10 mL をホールピペットにて採取し、100 mL ビーカーに入れた。
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. 試料溶液 10 mL をホールピペットにて採取し、100 mL ビーカーに入れた。
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

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

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(=0.014 mL) *1

X1: mL→L の補正(=1000)

Q: 滴定試薬のモル濃度(=0.1 mol/L) *2

f: 滴定試薬のファクター(=0.9984) *3

FW: 塩化ナトリウムの式量(=58.44)

R: 250 mL メスフラスコを用いて希釈して 10 mL 採取した際の希釈率 (25)

W: 試料採取量 (mL)

100: 100mL あたりへの単位換算係数

*1: B が 0.01 mL 未満のときは、0 mL とする。

*2: 0.05 mol/L 硝酸銀溶液を使用した際には、0.05 を入力。

*3: 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)

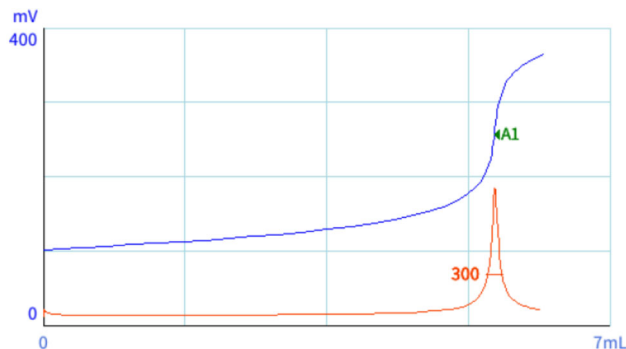
シート No.

GT-310-FO-002R

食品・飼料

3/3

測定データ



サンプル名	こいちくちしょうゆ	
滴定量	: 5.5631 mL	257.22 mV
測定開始	: 0 mL	101.60 mV
測定終了	: 6.1670 mL	364.23 mV
測定時間	: 4分07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	
滴下制御方法	: 設定 [細かい*2]	: 設定 [普通*2]	
最大滴下量	: 20 μ L	: 300 μ L	
最小滴下量	: 4 μ L	: 10 μ L	
安定判断速度	: 設定 [速い*2]	: 設定 [速い*2]	
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 *1	
最大滴定量	: 3 mL	: 20 mL	

*1: 初期値を使用しています。

*2: 設定以外のパラメーターも使用できます。

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メガネ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。