

食 品

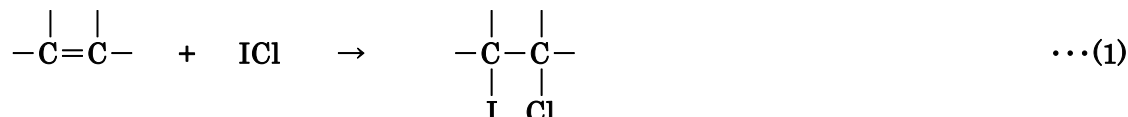
食用油のヨウ素価測定

1. 測定の概要

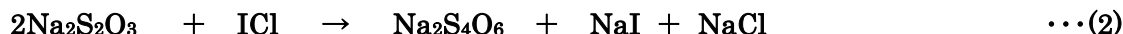
食用油に含まれる脂肪酸、たとえばオレイン酸、リノール酸は1分子または2分子のヨウ素を吸収し、各種の食用油はそれぞれ固有量のよう素を吸収します。ヨウ素は、“試料100gに付加するハロゲンの量をヨウ素のg数”で表わしたもので、油脂中の不飽和結合の量の指標として衛生試験法や日本薬局方などに規定されています。

測定法としては、ハロゲンとして臭化ヨウ素(I₂)を用いるハヌス法と塩化ヨウ素(ICl)を用いるウィイス法(衛生試験法注解ではウィイス法と表記)があります。本稿では比較的多用されているウィイス法の測定例についてご紹介します。

ウィイス法では二重結合の数に対して過剰量のIClを加えます。油脂中の二重結合1個につきハロゲン1分子が(1)式に示すように定量的に付加します。



過剰に残ったIClを(2)式に従ってチオ硫酸ナトリウムによって滴定し、ヨウ素価を求めます。



2. 装置構成および試薬

(1) 装置構成

本体 : 平沼自動滴定装置 COMシリーズ

電極 : 白金比較複合電極 PR-733B

注意) 本体付属のスターラ K-2000T2 のシャフト変更、ビュレットチップ変更およびチューブオサエ他の追加部品の改造が必要となります。

(2) 試薬

滴定液 : 0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液

添加液 : ウィイス溶液 25mL

1mol/L ヨウ化カリウム溶液 20mL

溶媒 : シクロヘキサン 20mL

注意) 衛生試験方法では四塩化炭素と規定されていますが、四塩化炭素は健康有害性の強い試薬のため、本稿の測定では日本薬局方で規定されているシクロヘキサンを使用することとします。

3. 測定手順

- ① 共栓付き三角フラスコ 300mL に試料約 0.25g^{*}を採取し精秤します (0.1mg の桁まで)。
- ② シクロヘキサン 20mL を加えて試料を溶解させます。
- ③ ウィイス溶液 25mL をポールピペットを用いて精確に加え、共栓をして暗所で 30 分間放置します。
- ④ 放置後、1mol/L ヨウ化カリウム溶液 20mL および純水 100mL を加えます。
- ⑤ 電極を浸漬し、0.1mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液で滴定を行ないます。
- ⑥ ②から⑤の操作による空試験を行ってブランクを求めておきます。

※ 試料採取量はヨウ素価に応じて適宜変更する必要があります。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

ブランクの測定

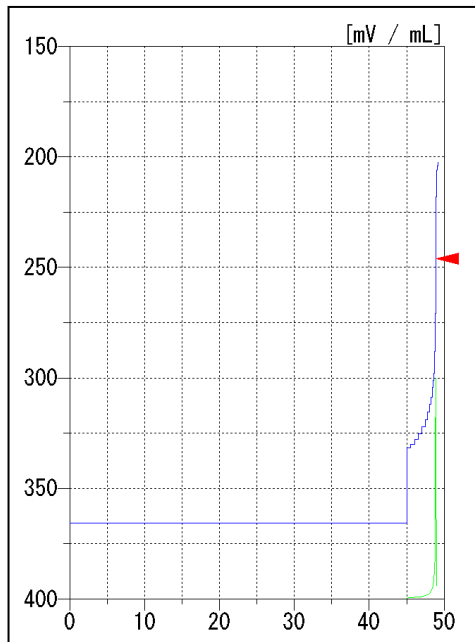
コンディションNo.	1	コンスタントNo.	1	制御モードNo.	8
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0.0000 g	山越タイム	0 秒
ビュレットNo.	1	B:ブランクmL	0.0000 mL	滴加係数	5
アンプNo.	1	M:滴定液濃度	0.1000 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F:ファクタ	0.0000	待ち時間	5 秒
スタートタイム	15 秒	K:係数1	0.000	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	45 mL	L:係数2	0.000	ビュレット速度	2
反応タイム	15 秒	結果単位	mL	最小滴加量	40
検出開始 mL	0.1 mL	計算式	D		0.05 mL
検出感度	200	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.2 mL	自動入力先パラメータ	無し		
最大滴加mL	60 mL				

試料の測定

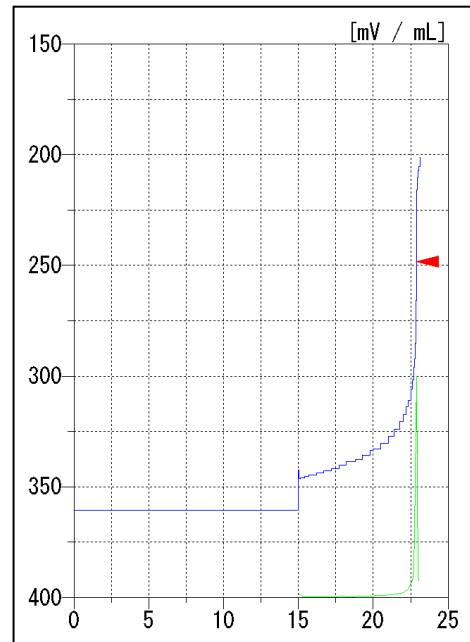
コンディションNo.	2	コンスタントNo.	2	制御モードNo.	21
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0.0000 g	山越タイム	0 秒
ビュレットNo.	1	B:ブランクmL	48.8710 mL	滴加係数	5
アンプNo.	1	M:滴定液濃度	0.1000 mol/L	滴加感度	10 mV
表示単位	mV	F:ファクタ	1.0040	待ち時間	4 秒
スタートタイム	15 秒	K:係数1	1.269	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	15 mL	L:係数2	0.000	ビュレット速度	2
反応タイム	30 秒	結果単位	g/100g	最小滴加量	40
検出開始 mL	0.1 mL	計算式	(B-D)*K*F/S		0.05 mL
検出感度	200	小数点以下桁数	4		
過滴加 mL	0.2 mL	自動入力先パラメータ	無し		
最大滴加mL	60 mL				

測定結果

測定名	測定回数	試料量 (g)	滴定値 (mL)	ヨウ素価 (g/100)	統計計算結果
ブランク	1	—	48.873	—	平均値 (ブランク) 48.871 mL
	2	—	48.868	—	
試料	1	0.2573	23.522	125.5210	平均値 125.82 g/100g
	2	0.2633	22.866	125.8350	標準偏差 0.28 g/100g
	3	0.2474	24.387	126.0890	変動係数 0.23 %



ブランクの測定



試料の測定

滴定曲線例

5. 概要

ヨウ素価測定に関する注意事項を下記に示します。

- ① ウィイス溶液の添加量は必要量の 50～60% 過剰となるように加えます。ウィイス溶液がこれ以上吸収される場合は、試料量を減じてください。
- ② ウィイス溶液は変化しやすいため、適宜ブランク測定を実施してください。
- ③ 試料とウィイス溶液の反応時間中にヨウ素の揮散を防ぐため、共栓付三角フラスコを使用してください。
- ④ 日本薬局方ではウィイス溶液として一塩化ヨウ素にかわり三塩化ヨウ素を用います。
- ⑤ ウィイス法はハヌス法に比較して高めに出る傾向にあると言われていています(衛生試験法より)。
- ⑥ 本測定に使用する電極アセンブリおよびスターラ K-2000 改造の例を図 1 に示します。

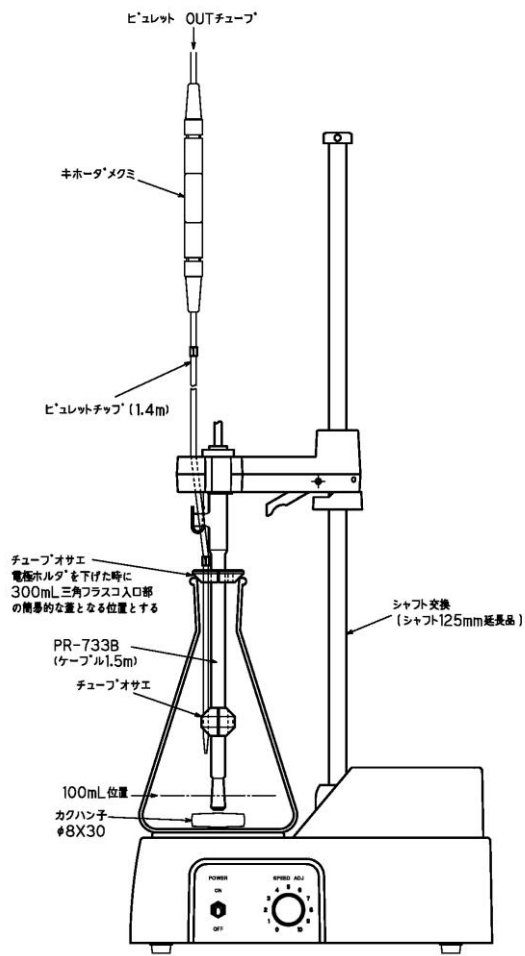


図1 電極アッセンブリおよびスターラ K-2000 改造の一例

キーワード：食用油、ヨウ素価、ウィイス法、酸化還元滴定、衛生試験法

※装置のオプション構成によっては、測定できない場合があります。