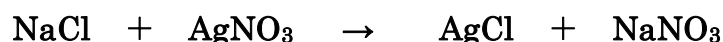


食品

しょうゆの塩分

1. 測定の概要

しょうゆに含まれる塩分の定量法は、「しょうゆの日本農林規格」(JAS)の「食塩分の測定」として記載されています。JASには「電位差滴定法」と「モール法」の二通りの測定法が規定されていますが、より簡便で精度良く測定可能な「電位差滴定法」が多く用いられています。試料を硝酸酸性としたのち、銀電極を指示電極とした硝酸銀滴定液で滴定します。塩分濃度が高いため、沈殿した塩化銀が指示電極に付着したり、塩素イオンを吸着したりする場合は*塩化銀沈殿凝集防止剤を添加し、沈殿を抑え電極の汚れを防止することで測定精度が向上します。



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 : 銀比較複合電極 AGR-811 (ダブルジャンクション型)

※上記以外の電極として、以下の電極も使用可能です。

- ・AGR-801 (銀比較複合電極)
- ・AG-311 (銀指示電極) と MS-231 (銀比較電極) の組み合わせ
- ・AG-311 と RE-241 (ダブルジャンクション型比較電極) の組み合わせ

注) 一般に用いられる比較電極 (RE-201) を使用すると塩化カリウム内部液が流出し測定の誤差となるため使用できません。

なお、AGR-801 および MS-231 は内部極に水銀 (硫酸第一水銀) を使用しています。廃棄するときは専門の産業廃棄物処理業者に依頼してください。

(2) 試薬

滴定液 : 0.1mol/L 硝酸銀標準液
添加液 : 硝酸 (1+1) 1mL
*塩化銀沈殿凝集防止剤 1mL (パーツ No. E250223-A)

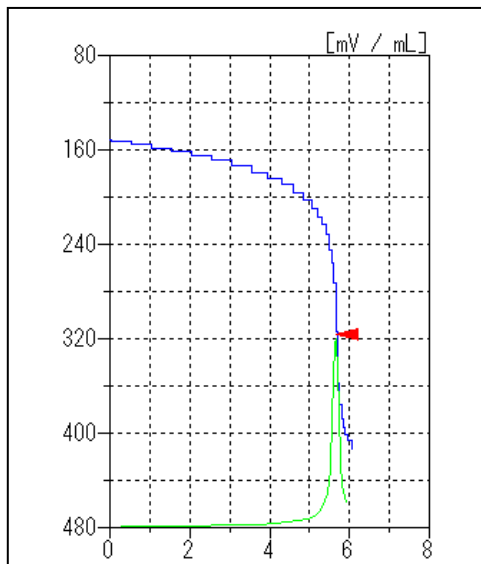
3. 測定手順

- ① 試料 5mL をホールピペットで採取し、メスフラスコで 250mL に希釈します。
- ② ①の試料 10mL をホールピペットで採取し、100mL ビーカーに入れます。
- ③ 純水を約 50mL 加えます。
- ④ 硝酸 (1+1) を 1mL 加えます。
- ⑤ 塩化銀沈殿凝集防止剤を 1mL 加えます。
- ⑥ 電極を浸漬し、0.1mol/L 硝酸銀標準液で滴定を行ないます。

4. 測定条件例および測定結果

滴定条件例

コンディション No.	1	コンスタント No.	1	制御モード No.	4
メソッド	変曲点検出	S:試料量	0.2 mL	山越タイム	0 秒
ビュレット No.	1	B:ブランク mL	0 mL	滴加係数	9
アンプ No.	2	M:滴定液濃度	0.1 mol/L	滴加感度	0 mV
表示単位	mV	F:ファクタ	1.004	待ち時間	3 秒
スタートタイム	5 秒	K:係数 1	58.44	待ち感度	3 mV
連続滴加 mL	0 mL	L:係数 2	0	ビュレット速度	2
反応タイム	0 秒	結果単位	%	最小滴加量	40
検出開始 mL	0 mL	計算式	(D-B)*K*F*M/(S*10)		0.05 mL
検出感度	300	小数点以下桁数	3		
過滴加 mL	0.3 mL	自動入力先パラメータ	無し		
最大滴加 mL	20 mL				



滴定曲線例

測定結果

実試料量(mL)	滴定値(mL)	塩分濃度(%)
0.2 ※	5.653	16.584
	5.652	16.581
	5.656	16.593
	平均値 :	16.59 %
	標準偏差 :	0.0062 %
	変動係数 :	0.038 %

※50倍希釈した試料を10mL採取していますので、
実試料量は $10/50=0.2\text{mL}$ となります。

5. 摘要

測定精度を改善するには、下記の点に注意して測定するとよい結果が得られます。

- ① 滴定の終点近傍では、塩化銀の生成が比較的遅くなることおよび滴定時の温度が低いと電極の応答速度が低下することが予測されますので“待ち時間”を少し長めに設定します。
- ② 前述のとおり、沈殿した塩化銀の指示電極への付着や塩素イオンの吸着を防ぐために塩化銀沈殿凝集防止剤（パーツ No. E250223-A）を添加します。（JAS では、同様の目的でツィーン 20 溶液を加えています。）
- ③ 滴定廃液に含まれる塩化銀を回収するために塩化銀沈殿凝集剤（パーツ No. E250224-A）を用いると短時間で効率よく塩化銀を凝集することができます。

キーワード：しょうゆ、塩分、沈殿滴定、銀電極、硝酸銀、塩化銀沈殿凝集防止剤

※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。