

塩蔵肉の塩分の定量分析法

この定量分析法は、塩蔵又は塩水漬けの肉及びくず肉で塩分の定量を必要とするものに適用する。
(塩分とは、分析試料中の塩化ナトリウムの重量百分率をいう。)

1. 試験方法の概略 この方法は、ホルハルト法により塩蔵肉中の塩分を定量するもので、次の手順により行う。

- ① 標準溶液の力価の標定
- ② 検体の調製
- ③ 滴定

2. 試薬

(1) 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液

硝酸銀約 17 g を水に溶かして全量を 1000 mL とする。褐色瓶に入れ、暗所に保存する。

(2) 5 %クロム酸カリウム溶液

クロム酸カリウム 5 g を水に溶かして全量を 100 mL とする。

(3) 0.5 mol/L 硝酸銀溶液

硝酸銀 85 g を水に溶かして全量を 1000 mL とする。褐色瓶に入れ、暗所に保存する。

(4) 5 %過マンガン酸カリウム溶液

過マンガン酸カリウム 25 g を水に溶かして全量を 500 mL とする。褐色瓶に入れ、暗所に保存する。

(5) 硫酸第二鉄アンモニウム飽和溶液

硫酸第二鉄アンモニウムを水 100 mL に飽和させる。

(6) 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム標準溶液

チオシアン酸アンモニウム約 8 g を水に溶かして全量を 1000 mL とする。褐色瓶に入れ、暗所に保存する。

3. 標準溶液の力価の標定

3.1 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液の力価の標定 塩化ナトリウム（特級試薬）を 500～650 °C で 4～5 時間乾燥したのち、デシケーター内で放冷し、その 5.8454 g を正確に量り取り、水に溶かして 1000 mL に定容する。この水溶液 25 mL を 200 mL 容三角フラスコに正確に分取し、次いで水 25 mL を加えたのち指示薬として 5 %クロム酸カリウム溶液 1 mL を加えてよく振り混ぜる。この溶液について、褐色ビュレットを用いて 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液で滴定する。液が黄色から赤褐色に変わって約 15 秒間消えない時点を終点とする^{注 1)}。滴定は 2 回行い、その平均値を滴定値とするが、2 回の滴定値の差は 0.2 mL 以内でなければならない。

力価は次式により求める。数値の丸め方は小数点以下第 4 位を四捨五入する

$$f = \frac{25}{v}$$

ただし、f : 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液の力価

v : 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液の滴定値 (mL)

注 1) 氷冷下で滴定すると終点の判別が明瞭になる。

3.2 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム標準溶液の力価の標定 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液 25 mL を 250 mL 容三角フラスコに正確に分取し、次いで水 50 mL、硝酸 2 mL ^{注2)} 及び指示薬として硫酸第二鉄アンモニウム飽和溶液 2 mL を加える。強く振り動かしながら ^{注3)}、0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム標準溶液で滴定する ^{注4)}。約 30 秒間静置し上澄液が淡赤褐色となった時点を終点とする。滴定は 2 回行い、その平均値を滴定値とするが、2 回の滴定値の差は 0.2 mL 以内でなければならない。

力価は次式により求める。数値の丸め方は小数点以下第 4 位を四捨五入する。

$$F = \frac{25 \times f}{V}$$

ただし、F : 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム標準溶液の力価

f : 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液の力価

V : 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム標準溶液の滴定値 (mL)

注 2) 硫酸第二鉄アンモニウムの黄褐色を脱色するために加える。

注 3) 強く振り動かさないと早目に終点に達する。

注 4) 滴定は液温 25 °C 以下で行う。

4. 検体の調製 分析試料の適当な部分 ^{注5)} を 2.5～3 g 切り取り、300 mL 容三角フラスコに正確に量り取る。この三角フラスコに 0.5 mol/L 硝酸銀溶液 10 mL を正確に加え ^{注6)}、次いで硝酸 15 mL を加えて、砂皿又はホットプレート上で試料が分解するまでゆるやかに煮沸する ^{注7)}。分解後煮沸を続けながら 5 %過マンガン酸カリウム溶液 15 mL を 3 回に分けて加える。液が黄色を経てほとんど無色になった時点で水 25 mL を加え、更に 5 分間煮沸する。冷却後、水を加えて全液量を約 150 mL とし、次いでジエチルエーテル 25 mL を加えてよく振り、これを試料検体とする。

上記の検体の調製法にしたがい、分析試料を加えずに調製 ^{注8)} したものを、空試験用検体とする。

注 5) 試料の採取は、分析試料が塊状肉の場合は通常分析試料の中心部から切り取ることとするが、塩分の分布が不均一なもの等、通常の試料採取方法によることが不適当と判断されるときは、必要に応じ表層部及び内層部からも同様に試料を採取し、各採取試料は混合することなく、それぞれを分析に供する。なお、試料の採取にあたっては脂肪層を除く。

注 6) 食塩含有量が 10 %を超えるときには更に多量に加える。

注 7) 通常は 10 分間で十分である。

注 8) 過マンガン酸カリウムの色を除くため、その使用の都度しょ糖を加える。

5. 滴定操作及び塩分の計算 上記 4. で得られた試料検体及び空試験用検体に指示薬として硫酸第二鉄アンモニウム飽和溶液 5 mL をそれぞれ加え、上記 3.2 の力価標定の際の滴定と同じ操作を行う。

塩分は次式により求める。数値の丸め方は小数点以下第 2 位を四捨五入する。

$$\text{塩分 (\%)} = \frac{(V_0 - V_s) \times F \times 0.005845 \times 100}{W_s}$$

ただし、V₀ : 空試験に要した 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム標準溶液の滴定値 (mL)

V_s : 試料に要した 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム標準溶液の滴定値 (mL)

F : 0.1 mol/L チオシアン酸アンモニウム標準溶液の力価

W_s : 試料の採取量 (g)

6. 参考文献

- (1) AOAC 24,007 (1975)
- (2) AOAC 50,027 (1975)
- (3) AOAC 18,031 (1975)
- (4) 衛生試験法注解 日本薬学会編 金原出版 (1973)
- (5) 定量分析の実験と計算 高木 誠司 (1969)