

酸価及び過酸化物価の測定法

1. 試薬・試液

次に示すもの以外は、食品、添加物等の規格基準（昭和 34 年厚生省告示第 370 号）第 2 添加物の部 C 試薬・試液等の項に示すものを用いる。

(1) 酸価の測定

エタノール・エーテル混液¹⁾ 99.5 vol%エタノールとジエチルエーテルを 1 : 2 の割合で混合する。

0.1 mol/Lエタノール製水酸化カリウム溶液²⁾ 水酸化カリウム 7.0 g を水 5 mL に溶解し、95 vol%エタノールを加えて 1,000 mL とする。

(2) 過酸化物価の測定

イソオクタン・酢酸混液 イソオクタン (2,2,4-トリメチルペンタン) と氷酢酸を 2 : 3 の割合で混合する。

飽和ヨウ化カリウム溶液 新しく煮沸し室温まで放冷した水に、過飽和となる量のヨウ化カリウムを溶解させる。用時調製の上、遮光容器に保存する。

デンプン溶液 デンプン³⁾ 1 g に少量の水を加え、均一なペースト状になるようかき混ぜる。かき混ぜながら熱水 100 mL を加え、沸騰させないよう注意しながら透明になるまでかき混ぜつつ加温する。冷却後、ろ紙でろ過した後に冷暗所に保存する。

0.01 mol/Lチオ硫酸ナトリウム溶液⁴⁾ 市販の 0.1 mol/L チオ硫酸ナトリウム標準液を水で正確に 10 倍希釈する。用時調製する。

2. 試料の調製

試料を粉碎し、8 メッシュのふるいを通過し 10 メッシュのふるいを通過しない大きさのものを選別し、これを分取後、十分に混合し試料とする。

試料の必要量⁵⁾ を量り採り、共栓フラスコに移し、石油エーテルを 160 mL 加える。十分に振り混ぜた後、室温・暗所の条件下で穏やかに 2 時間振とうする。その後、固形物を除くためろ紙を用いてろ過する。石油エーテル 80 mL を加え残渣を洗い、先のろ液にあわせる。ろ液全量を分液ロートに移し、その約 2 分の 1 容量の水を加えてよく振り混ぜ、水層を分離後捨てる。この操作を 2 回繰り返した後、石油エーテル層を分取する。分取した石油エーテル層を適量の無水硫酸ナトリウムを用いて脱水する。その後、40℃以下の条件で加温しながら減圧濃縮する。窒素を通じながら石油エーテルを十分に除去し、得られた残留物を油脂試料とする。

3. 酸価の測定法

油脂試料 10 g を共栓フラスコに精密に量り採り、エタノール・エーテル混液 100 mL を加えて溶解する。これに、数滴のフェノールフタレイン試液を指示薬として加え、30 秒間持続する淡紅色を呈するまで 0.1 mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液で滴定する。

酸価は、滴定に要した 0.1 mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液の液量から、下式により算出する。

$$\text{酸価} = a \times F \times 5.611 / \text{油脂試料量 (g)}$$

a : 0.1 mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液の量 (mL)

F : 0.1 mol/L エタノール製水酸化カリウム溶液の力価⁶⁾

4. 過酸化物価の測定法

油脂試料 5 g を共栓フラスコに精密に量り採り、イソオクタン・酢酸混液 35 mL を加えて溶解する。溶解液が均一にならない場合には、イソオクタン・酢酸混液を適宜加える。次いでフラスコ内の空気を窒素で置換した上で、窒素を通じながら飽和ヨウ化カリウム溶液 1 mL を加え、直ちに共栓をして 1 分間振り混ぜた後、室温・暗所の条件下で 5 分間静置する。これに水 75 mL を加え、激しく振り混ぜた後、デンプン溶液 1 mL を加え、これを指示薬として 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液により滴定する。滴定は十分に攪拌しながら行い⁷⁾、デンプンによる青色の消失時を終点とする。試験溶液とは別にブランク試験（油脂試料を用いない空試験）を実施し、測定値の補正を行う。

過酸化物価は、滴定に要した 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の液量から、下式により算出する。

$$\text{過酸化物価} = (a-b) \times F \times 10 / \text{油脂試料量 (g)}$$

a : 検体試験区の滴定に要した 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の量 (mL)

b : ブランク試験区の滴定に要した 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウム溶液の量 (mL)

F : 0.01 mol/L チオ硫酸ナトリウムの力価⁶⁾

<注解>

- 1) フェノールフタレイン試液を指示薬として、中性であることを確認した上で用いる。
- 2) 滴定の精度に影響を与えない濃度とする。また、市販品を用いることも可能である。
- 3) 重合度が適切で安定しており、鋭敏に終点を視認可能な分析用試薬を用いる。
- 4) 滴定の精度に影響を与えない濃度とする。
- 5) 酸価及び過酸化物価の測定に供する油脂試料の必要量を抽出可能な試料量とする。
試料の増減に合わせ、十分浸潤することを目安に、加える石油エーテル量を適宜調整する。
- 6) 溶液濃度に応じた力価。
- 7) 遊離ヨウ素とチオ硫酸ナトリウムとの反応が十分に進むよう留意する。