

## 油脂

## 食用べに花油の過酸化物価

電位差自動滴定装置

Automatic Potentiometric Titrator

酸化還元滴定

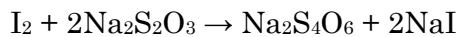
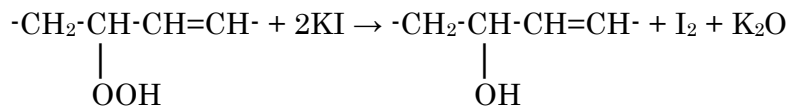
規格

基準油脂分析試験法

### 1.概要

油脂又は油脂分を含む食品の酸化程度を調べる方法として、過酸化物価(POV(=peroxide value))があります。

POVとは、油脂が空気中の酸素を取り込んで生成するヒドロパーオキシド(過酸化物)をヨウ化カリウムと反応させ、遊離したヨウ素をチオ硫酸ナトリウム標準液で滴定し、試料1kgに対するミリ当量数(単位: meq/kg)で表したものです。



### 2.参考文献

- 1) 基準油脂分析試験法( I )

### 3.測定上の注意点

- 1) 飽和ヨウ化カリウム溶液を調製する際は、二酸化炭素を含まない水を使用してください。
- 2) 飽和ヨウ化カリウム溶液は、飽和であることを確認するために過剰のヨウ化カリウムを加えて結晶を溶液中に残してください。
- 3) 飽和ヨウ化カリウム溶液は使用のつど新しく調製してください。
- 4) 飽和ヨウ化カリウム溶液を添加した際、試料溶液が遊離ヨウ素によって変色(黄色)しなければ、更に飽和ヨウ化カリウム溶液を追加してください。ただし、ブランク測定時や極端に過酸化物価が小さいときはこの限りではありません。

### 4.分析終了後の処置

電極は純水で洗浄した後、電極の先端が乾燥しないように純水につけて保管してください。

## 5.装置構成

本体 : 電位差自動滴定装置 (標準プリアンプリファイア STD-)  
オプション : POV滴定ユニット  
電極 :  オプション 微量型複合白金電極

## 6.試薬

滴定溶剤 : 酢酸-2,2,4-トリメチルペンタン(イソオクタン)混合溶液 (3:2) (vol%)  
添加剤 : 飽和ヨウ化カリウム溶液  
滴定液 : 0.01mol/L チオ硫酸ナトリウム (f=1.004)  
不活性ガス: 窒素ガス

## 7.分析手順

—測定—

- 1) 試料約5gを精秤し、共栓三角フラスコに採取します。
- 2) 溶剤50mLを加え、静かに振り混ぜて試料を完全に溶解させます。
- 3) 窒素ガスで三角フラスコ内の空気を穏やかに置換します。
- 4) 更に窒素ガスを通しながら飽和ヨウ化カリウム溶液0.1mLを加え、直ちに栓をし、約1分間穏やかに振り混ぜます。
- 5) 水30mLを加え、栓をして約5-10秒間激しく振り混ぜます。
- 6) 0.01mol/Lチオ硫酸ナトリウム標準液で滴定を行い、過酸化物価を測定します。  
※前もって同様に測定操作をして空試験を行い、ブランク値を求めておきます。

## 8.計算式

過酸化物価( meq / kg ) = ( EP1 - BL1 ) × TF × R / SIZE

EP1 : 滴定量( mL )  
BL1 : ブランク値( 0.0016mL )  
TF : 滴定液のファクタ( 1.004 )  
R : 定数( 10 )  
SIZE : 試料採取量( g )

## 9.測定例

—測定環境—

室 温 : 25.4 °C	湿 度 : 45 %	天 気 : 晴れ
---------------	------------	----------

-滴定パラメータ-

Model : AT-510 Method No. : 12 Titr.mode : Auto Intermit Titr.form : EP Stop	[Result parameter]
[Titration parameter]	<Calculation>
Form : EP Stop APB No. : 1 Unit No. : 2 Detector No. : 1 Unit : mV Max.Volume : 10.0mL Wait Time : 0s Direction : Auto	Calc. Type : Sample Conc.1 : Set CO1=(EP1-BL1) *TF*R/SIZE Unit : meq/kg EP No. : 1 Temp.Comp. : Off
[Control parameter]	<Constant>
End Point No. : 1 End sense : Auto End Point Area : Off Separation : Off Over Titr.Vol. : 0mL Gain : 10 Data samp.Pot. : 4.0mV Data samp.Vol. : 0.1mL Stability : 3mV/s Delay Time : 0s Limit Time : 0s	R : 10
	<Titr. Constant>
	Factor : 1.004 Conc : 0.01
	<Blank>
	Blank1 : 0.0016

-滴定曲線-

*** Result *** Sample No. : 07-01 Date : 2006/06/19 14:18 Sample ID :
Method No. : 12 <Auto Intermit>
Titr. Time : 00:04:24
Size : <u>5.0110g</u>
Conc-1 : <u>1.7926meq/kg</u>
End point-1 Volume : <u>0.8963mL</u> Potential : 256.7mV
200 [mV] 350 0.000
2.000 [mL]

(上記測定パラメータと滴定曲線は AT-510 の場合です)

《Titration parameter:滴定パラメータ》

Form:滴定様式 / APB No.:滴定電動ビュレットの装置番号 / Unit No.:滴定に使用する APB Unit File の番号  
Detector No.:滴定に使用する検出器番号 / Max Volume.:最大滴定量 / Wait Time:滴定前の遅延時間  
Direction.:滴定方向

《Control parameter:制御パラメータ》

End Point No.:終点検出数 / End sense:終点判断方法 / End Point Area:終点の検出範囲機能  
Separation:分離電位機能 / Over Titr.Vol.:滴定過剰量 / Gain:検出信号の感度  
Data samp.Pot.:検出信号をサンプリングする電位変化量 / Data samp.Vol.:検出信号をサンプリングする滴定量  
Stability:安定判断値 / Delay Time:安定判断チェック前の遅延時間 / Limit Time:安定判断の制限時間

《Result parameter:計算結果パラメータ》

Calc.Type:計算式の分類 / Conc.1:計算式 1 の設定(計算式の入力) / Unit:結果の単位  
EP No.:計算を実行する終点番号 / Temp.Comp.:滴定液の温度補償機能 / R:定数  
Factor:滴定液ファクタ値 / Blank1:ブランク値

—測定結果—

n	採取量 (g)	滴定量 (mL)	過酸化価 (meq/kg)
1	<u>5.0110</u>	<u>0.8963</u>	<u>1.7926</u>
2	5.0143	0.9067	1.8123
3	5.0213	0.8998	1.7959

過酸化価の統計計算結果	
平均値	1.8003 meq/kg
標準偏差	0.0106 meq/kg
相対標準偏差	0.5861 %

\* 上記結果は同一サンプルを3回測定した結果です。

\* 赤のアンダラインのデータは 3/4 ページの測定結果のデータであることを示しています。

## 10.まとめ

食用油は一般的に空気や光等の影響によって酸化がすすみ時間の経過とともに風味が悪くな  
ってきます。過酸化価(POV)を測定することにより酸化の度合いを評価することが可能です。

今回の試料においても、測定結果より相対標準偏差が0.6%と良好な繰返し再現性が得られて  
います。

電位差自動滴定装置を使用することによって、より安定した測定が可能になります。