

乾燥スープの全窒素分測定方法（燃焼法）手順書

1. 適用範囲

この測定方法（燃焼法）は日本農林規格における乾燥スープに適用する。

2. 測定方法の概要

酸素ガス中で試料を高温で熱分解した後、燃焼することによって遊離する窒素ガスを熱伝導度検出器で定量する。

3. 注意事項

装置が高温となるので取り扱いに注意すること。

4. 試薬及び装置

4.1 検量線作成用標準品

エチレンジアミン四酢酸（EDTA）又はアスパラギン酸のどちらかを使用する。

- (a) EDTA：純度 99 %以上の標準品（窒素率が記載されているもの）
- (b) アスパラギン酸：純度 99 %以上の標準品（窒素率が記載されているもの）

4.2 燃焼法用測定装置（次の(a)、(b)、(c)、(d)の能力を有するもの）

- (a) 酸素（純度 99.9 %以上のもの）中で試料を熱分解するため、最低 870 °C以上の操作温度を保持できる燃焼炉をもつこと。
- (b) 熱伝導度検出器による窒素（N₂）の測定のために、遊離した窒素（N₂）を他の燃焼生成物から分離できる構造をもつこと。
- (c) 窒素酸化物（NO_x）を窒素（N₂）に変換する機構をもつこと。
- (d) ニコチン酸等検量線作成に用いたもの以外の標準品（純度 99 %以上）を用いて 10 回繰り返し測定したときの窒素分の平均値が理論値 ±0.15 %であり、標準偏差が 0.15 以下であること。
- (e) 塩分濃度の高い（50 %程度）試料を測定可能なよう塩分に対する対策をとっていること。

5. 測定操作

使用する装置の操作方法に従って測定する。なお、試料重量は 0.1 mg 以下の単位まで正確に量り取る。

5.1 検量線作成用標準品の測定

使用する装置の操作方法に従い、検量線作成用標準品を正確に量りとり、検量線を作成する⁽¹⁾。

(1) 配付した試料の窒素分0.5 %から4.5 %の範囲となっている。

5.2 試料について

試料約 200 mg ~ 500 mg⁽²⁾ を正確に量りとり 1 試料について 1 回測定する。

(2) 装置に適した試料量を選択する。

6. 計算

「5.2」で測定した結果について、「5.1」で作成した検量線を用いて窒素分 (%) を小数第 3 位まで算出する。窒素分は分析した試料中に含まれる全窒素量の百分率である。

試験用試料の調製

市販の製品をミキサーで 20 秒粉碎する。次に粉碎されたものを目の開きが 1 mm のふるい (JIS Z8801-1) を通過させ、ふるいをとったものを試料とする。

共同試験結果

乾燥スープの全窒素分 (燃焼法)

- (1) 参加試験室数 : 10
- (2) マテリアル数 : 6
- (3) 濃度 : 0.669 ~ 4.457 %
- (4) 併行標準偏差 (S_p) : 0.0045 ~ 0.041
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.023 ~ 0.089
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_p) : 0.31 ~ 1.1 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 0.97 ~ 3.6 %