

乾燥スープの全窒素（ケルダール法）測定手順書

	ページ
パルナスワグナー型蒸留	1
塩入奥田式蒸留	6
自動蒸留	11
試験用試料の調製	17
共同試験結果	17

乾燥スープの全窒素測定方法 (ケルダール法・パルナスワグナー型蒸留) 手順書

1. 適用範囲

この測定方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

試料に硫酸、分解促進剤を加え分解した後、水酸化ナトリウムを加え、水蒸気蒸留する。ほう酸溶液で留液を捕集し、硫酸で滴定して、滴定に要した硫酸の量から全窒素含有量を算出する。

3. 注意事項

- (a) 硫酸、水酸化ナトリウム及び水酸化ナトリウム溶液を使用する際には、保護メガネ及びそれらの試薬に耐性のある手袋を使用すること。
- (b) 分解は耐酸性ドラフト内で行うこと。

4. 試薬等

4.1 測定に使用する試薬等

- (a) 水：蒸留法もしくはイオン交換法によって精製した水又は逆浸透法、蒸留法、イオン交換法などを組み合わせた方法によって精製したもので、JIS K8008 に規定するA2以上の品質を有するもの。
- (b) 硫酸：日本工業規格に規定される（JIS K8951）特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (c) 硫酸カリウム：JIS K8962 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (d) 硫酸銅（Ⅱ）五水和物：JIS K8983 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (e) ほう酸：JIS K8863 に規定される特級又は同等以上のもの。
- (f) 水酸化ナトリウム：JIS K8576 に規定される特級もしくはJIS K8826 に規定される窒素測定用、又はそれらと同等以上のもの。
- (g) ブロモクレゾールグリーン：JIS K8840 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (h) メチルレッド：JIS K8896 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (i) エタノール（95）：JIS K8102 に規定されている一級、又はそれらと同等以上のもの。

4.2 滴定溶液の標定に使用する試薬

- (a) ブロモフェノールブルー：JIS K8844 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (b) エタノール（95）：「4.1 (i)」と同様のもの。

(c) 炭酸ナトリウム：JIS K8005 に規定される容量分析用標準物質を用いる。

5. 器具及び装置

5.1 測定に使用するもの

- (a) 電子天びん：小数第4位（0.0001 g）まで量りとることのできるもの。
- (b) 葉包紙
- (c) ケルダールフラスコ：300 mL 容
- (d) 出力可変式分解台：出力可変式でケルダールフラスコを熱することのできるもので、ビーカーに沸石を2～3個と水100 mLを入れ、10分間最大出力に保った熱源にのせた時、5分以内に沸騰させる能力を有すること。
- (e) 蒸留装置：水蒸気蒸留装置（パルナスワグナー型蒸留装置）を使用する。
- (f) 三角フラスコ：300 mL 容
- (g) ビュレット／自動ビュレット：25 mL 容，JIS R3505 に規定されているクラス A 又は同等以上のもの。
- (h) 全量フラスコ：100 mL 容。JIS R3505 に規定されているクラス A 又は同等以上のもの。
- (i) 全量ピペット：25 mL 容。JIS R3505 に規定されているクラス A 又は同等以上のもの。

5.2 滴定溶液の標定に使用するもの

- (a) るつぼ：白金又は磁器のものを用いる。
- (b) デシケーター：JIS K8001 に規定するもの。すなわち、乾燥剤として JIS Z0701 に規定するシリカゲル（A 形1種）を入れたデシケーターを用いる。シリカゲルは塩化コバルト（II）で着色したものとし、その色が変色したときには約 130 °C で加熱して再生する。
- (c) マッフル炉：600 °C 以上まで加熱できるもの。
- (d) 全量ピペット：25 mL 容。JIS R3505 に規定されているクラス A 又は同等以上のもの。
- (e) 全量フラスコ：250 mL 容。JIS R3505 に規定されているクラス A 又は同等以上のもの。

6. 試薬の調製

同組成、同濃度の市販品を用いる場合は以下の調製を必要としない。

6.1 分解促進剤

硫酸カリウム 9 g と硫酸銅（II）五水和物 1 g を混合する。

6.2 中和用水酸化ナトリウム水溶液

水酸化ナトリウム水溶液 1 L 中に水酸化ナトリウム 250～450 g が溶解しているように調製する⁽¹⁾。

(1) 調製例：水酸化ナトリウム 800 g を 2 L 三角フラスコに量りとり、氷水で冷やしながら水を 1 L 加える。完全に溶かした後、良く振り混ぜながら水を加え 2 L にする（40 %水酸化ナトリウム水溶液）。溶解時に非常に発熱し蒸気等が発生するため、ドラフト内で行う。

6.3 ブロモクレゾールグリーン－メチルレッド溶液

エタノール(95)200 mL 中に、ブロモクレゾールグリーン 0.15 g 及びメチルレッド 0.10 g を含むように調製する。

6.4 ほう酸水溶液

ほう酸を水で加温溶解し、1 L 中に 10 ～ 40 g 含まれるように調製する⁽²⁾。

(2) 調製例：ほう酸 120 g を 3 L 三角フラスコに量りとり、水を 2 L 加えホットプレート等で 40 ～ 60 °C に加温しながら溶解させる。完全に溶かした後、良く振り混ぜながら水を加え 3L にする（4 %ほう酸水溶液）。

6.5 0.025 mol/L 硫酸

ファクターが小数第 3 位まで求められている市販品を用いる場合は、標定する必要はない。

(a) 調製

水 2 L をビーカー等に量りとり、硫酸 3 mL をかき混ぜながら徐々に加えて放冷した後、気密容器に入れて保存する。

(b) 標定

炭酸ナトリウムの必要量をるつぽに入れて 600 °C で約 60 分加熱した後、デシケータに入れて放冷する。その中から、0.5 ～ 0.6 g を 0.1 mg まで量りとり、炭酸を含まない水に溶解して 250 mL とする。その 25 mL を全量ピペットで 200 mL 容三角フラスコ等に正確にとり、ブロモフェノールブルー溶液を 2 ～ 3 滴加えて 0.025 mol/L 硫酸で滴定する。

(JIS K8001 もしくは日本薬局方に準じて実施しても良い。)

(c) 計算

$$0.025 \text{ mol/L 硫酸のファクター} = (1000 \times w \times p) / (V \times A \times M) \times (25 / 250)$$

w：炭酸ナトリウム秤量値 (g)

p：炭酸ナトリウム純度

V：滴定に要した 0.025 mol/L 硫酸の体積 (mL)

A：滴定に使用した硫酸の濃度 (= 0.025 mol/L)

M：炭酸ナトリウムの式量 (= 105.99)

7. 測定手順

7.1 試料採取

薬包紙に試料⁽³⁾約 1.0 g を 0.1 mg まで正確に量り取る。薬包紙ごと、試料をケルダール

ルフラスコに入れる。

空試験は薬包紙のみをケルダールフラスコに入れる。それ以降の操作は乾燥スプーンの試料と同様に行う。

- (3) 配付された試料は試験時まで常温で保管する。試験実施時には試料袋を振り混ぜた後、試料採取する。

7.2 分解

試料を入れたケルダールフラスコに分解促進剤 10 g 及び硫酸 15 mL を加える。出力可変式分解台で泡立ちが穏やかになるまで弱く加熱し、その後出力を最大にする。分解液が清澄になった後、約 90 分間出力最大のまま分解を続ける。全分解時間は 2 時間以上とする。分解終了後、室温まで放冷し⁽⁴⁾、分解液を 100 mL 容全量フラスコに水で 3 回以上洗い込み、定容する（供試液）⁽⁵⁾。ケルダールフラスコに水を入れて熱くなった場合は、放冷した後に定容する。

- (4) 洗い込みを容易にするため、放冷後すみやかに水を 20 mL 程度加え、ふりまぜておく。

- (5) 定容を行う際は、時折、円を描くように振り混ぜながら水を加える。

7.3 蒸留

以下の説明は図のパルナスワグナー型蒸留装置を例としている。

(a) 蒸留準備

水蒸気発生フラスコ (A) に沸騰石と水を適量入れ、a を開け b を閉じ 10 分間以上沸騰させ⁽⁶⁾、冷却管 (E) を冷却装置又は水道水により冷却する。

- (6) 揮発性成分を除去するため。

(b) 流路の洗浄

b を開け、a 及び c を閉じ、あらかじめ蒸気だまり (B)、蒸留管 (C)、冷却管 (E) に水蒸気を送って 5 分間以上洗浄する。

(c) 蒸留開始

a を開き、続いて c を開き b を閉じる。三角フラスコ (300 mL、F) にほう酸水溶液 25 ~ 30 mL⁽⁷⁾ 及びブロモクレゾールグリーン-メチルレッド溶液を 2、3 滴加え、冷却管 (E) の先端をその液中に浸す。d を開き、漏斗等 (G) から供試液 25 mL を全量ピペットで蒸留管 (C) へ注ぎ入れ、漏斗等 (G) から 8 g 以上の水酸化ナトリウムを含むよう 25 ~ 45 % (w/V) 水酸化ナトリウム水溶液⁽⁷⁾ を入れる。素早く d を閉じ、b を開け、a を閉じて、蒸気だまり (B) に水蒸気を通す。c を閉じて蒸留を開始する⁽⁸⁾。

- (7) 使用例：捕集液のほう酸水溶液として 4 % ほう酸水溶液 25 mL、アルカリ性にするための水酸化ナトリウム水溶液として 40 % 水酸化ナトリウム水溶液 20 mL など。

- (8) ほう酸水溶液のアンモニアの捕集率の低下を防ぐため水溶液の温度が 40 °C を超えない範囲で蒸留

を行う。

(d) 蒸留終了

三角フラスコ (F) の留液が 100 mL 以上になるまで蒸留を続けた後、三角フラスコ (F) を下げて冷却管の先端を液面から離し、水で冷却管の先端を洗いながら三角フラスコ (F) を取り出す。a を開き、b を閉じて蒸留を終える。

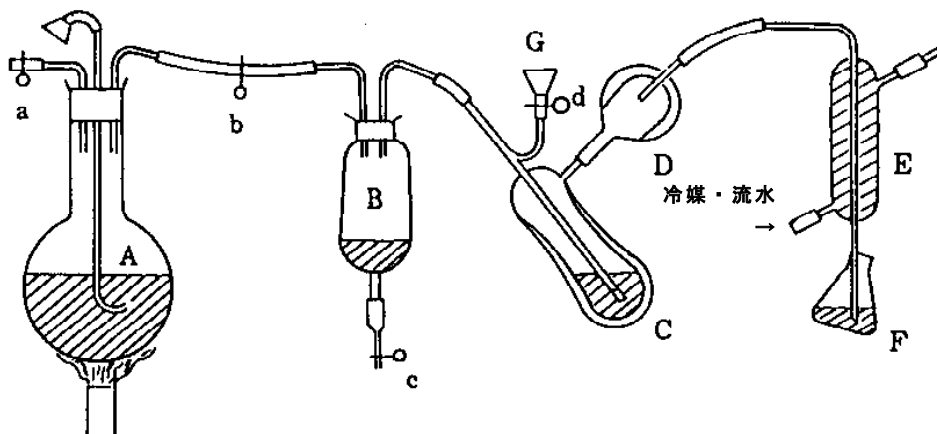


図 パルナスワグナー型蒸留装置

7.4 滴定

0.025 mol/L 硫酸でビュレットを用いて滴定する。留液が緑色 → 汚無色 → 微灰赤色の順に変色するが、微灰赤色を呈したところを終点とする。滴定値は小数第 2 位までを記録する。

8. 計算

次の式により全窒素⁽⁹⁾を算出する。

$$\text{全窒素 (\%)} = ((T - B) \times F \times M \times A \times 2 / 1000W) \times 100 \times (100 / 25)$$

T : 終点までの滴定に要した滴定液の体積 (mL)

B : 空試験値 (mL) ⁽¹⁰⁾

F : 滴定液のファクター

W : 試料の測定重量 (g)

M : 窒素の原子量 14.007

A : 滴定に用いた硫酸の濃度 (mol/L)

(9) 全窒素(%)は小数第3位を四捨五入し小数第2位まで算出する。

(10) 空試験の滴定で、1 滴で明らかに終点を越えたと判断できた場合は、空試験の滴定値を 0 として計算する。

乾燥スープの全窒素測定方法 (ケルダール法・塩入奥田式蒸留) 手順書

1. 適用範囲

この測定方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

試料に硫酸、分解促進剤を加え分解した後、水酸化ナトリウムを加え、水蒸気蒸留する。ほう酸溶液で留液を捕集し、硫酸で滴定して、滴定に要した硫酸の量から全窒素含有量を算出する。

3. 注意事項

- (a) 硫酸、水酸化ナトリウム及び水酸化ナトリウム溶液を使用する際には、保護メガネ及びそれらの試薬に耐性のある手袋を使用すること。
- (b) 分解は耐酸性ドラフト内で行うこと。

4. 試薬等

4.1 測定に使用する試薬等

- (a) 水：蒸留法もしくはイオン交換法によって精製した水又は逆浸透法、蒸留法、イオン交換法などを組み合わせた方法によって精製したもので、JIS K8008 に規定するA2以上の品質を有するもの。
- (b) 硫酸：日本工業規格に規定される（JIS K8951）特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (c) 硫酸カリウム：JIS K8962 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (d) 硫酸銅（Ⅱ）五水和物：JIS K8983 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (e) ほう酸：JIS K8863 に規定される特級又は同等以上のもの。
- (f) 水酸化ナトリウム：JIS K8576 に規定される特級もしくはJIS K8826 に規定される窒素測定用、又はそれらと同等以上のもの。
- (g) ブロモクレゾールグリーン：JIS K8840 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (h) メチルレッド：JIS K8896 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (i) エタノール（95）：JIS K8102 に規定されている一級、又はそれらと同等以上のもの。

4.2 滴定溶液の標定に使用する試薬

- (a) ブロモフェノールブルー：JIS K8844 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (b) エタノール（95）：「4.1 (i)」と同様のもの。

- (c) 炭酸ナトリウム：JIS K8005 に規定される容量分析用標準物質を用いる。

5. 器具及び装置

5.1 測定に使用するもの

- (a) 電子天びん：小数第4位（0.0001 g）まで量りとることのできるもの。
(b) 葉包紙
(c) ケルダールフラスコ：300 mL 容
(d) 出力可変式分解台：出力可変式でケルダールフラスコを熱することのできるもので、ビーカーに沸石を2～3個と水100 mLを入れ、10分間最大出力に保った熱源にのせた時、5分以内に沸騰させる能力を有すること。
(e) 蒸留装置：水蒸気蒸留装置（塩入・奥田式蒸留装置等）を使用する。
(f) 三角フラスコ：300 mL 容
(g) ビュレット／自動ビュレット：25 mL 容，JIS R3505 に規定されているクラス A 又は同等以上のもの。

5.2 滴定溶液の標定に使用するもの

- (a) るつぼ：白金又は磁器のものを用いる。
(b) デシケーター：JIS K8001 に規定するもの。すなわち、乾燥剤としてJIS Z0701 に規定するシリカゲル(A形1種)を入れたデシケーターを用いる。シリカゲルは塩化コバルト(II)で着色したものとし、その色が変色したときには約130℃で加熱して再生する。
(c) マッフル炉：600℃以上まで加熱できるもの。
(d) 全量ピペット：25 mL 容。JIS R3505 に規定されているクラス A 又は同等以上のもの。
(e) 全量フラスコ：250 mL 容。JIS R3505 に規定されているクラス A 又は同等以上のもの。

6. 試薬の調製

同組成、同濃度の市販品を用いる場合は以下の調製を必要としない。

6.1 分解促進剤

硫酸カリウム9 g と硫酸銅(II)五水和物1 g を混合する。

6.2 中和用水酸化ナトリウム水溶液

水酸化ナトリウム水溶液1 L 中に水酸化ナトリウム250～450 g が溶解しているように調製する⁽¹⁾。

- (1) 調製例：水酸化ナトリウム800 g を2 L 三角フラスコに量りとり、氷水で冷やしながらか水を1 L 加える。完全に溶かした後、良く振り混ぜながら水を加え2 L にする（40 %水酸化ナトリウム水溶液）。溶解時に非常に発熱し蒸気等が発生するため、ドラフト内で行う。

6.3 ブロモクレゾールグリーン-メチルレッド溶液

エタノール(95)200 mL中に、ブロモクレゾールグリーン 0.15 g 及びメチルレッド 0.10 g を含むように調製する。

6.4 ほう酸水溶液

ほう酸を水で加温溶解し、1 L 中に 10 ~ 40 g 含まれるように調製する⁽²⁾。

(2) 調製例：ほう酸 120 g を 3 L 三角フラスコに量りとり、水を 2 L 加えホットプレート等で 40 ~ 60 °C に加温しながら溶解させる。完全に溶かした後、良く振り混ぜながら水を加え 3L にする (4 % ほう酸水溶液)。

6.5 0.1 mol/L 硫酸

ファクターが小数第 3 位まで求められている市販品を用いる場合は、標定する必要はない。

(a) 調製

水 1 L をビーカー等に量りとり、硫酸 6 mL をかき混ぜながら徐々に加えて放冷した後、気密容器に入れて保存する。

(b) 標定

炭酸ナトリウムの必要量をるつぼに入れて 600 °C で約 60 分加熱した後、デシケーターに入れて放冷する。その中から、2.0 ~ 2.5 g を 0.1 mg まで量りとり、炭酸を含まない水に溶解して 250 mL とする。その 25 mL を全量ピペットで 200 mL 容三角フラスコ等に正確にとり、ブロモフェノールブルー溶液を 2 ~ 3 滴加えて 0.1 mol/L 硫酸で滴定する。

(JIS K8001 もしくは日本薬局方に準じて実施しても良い。)

(c) 計算

$$0.1 \text{ mol/L 硫酸のファクター} = (1000 \times w \times p) / (V \times A \times M) \times (25 / 250)$$

w : 炭酸ナトリウム秤量値(g)

p : 炭酸ナトリウム純度

V : 滴定に要した 0.1 mol/L 硫酸の体積 (mL)

A : 滴定に使用した硫酸の濃度 (= 0.1 mol/L)

M : 炭酸ナトリウムの式量 (= 105.99)

7. 測定手順

7.1 試料採取

薬包紙に試料⁽³⁾ 約 1.0 g を 0.1 mg まで正確に量り取る。薬包紙ごと、試料をケルダールフラスコに入れる。

空試験は薬包紙のみをケルダールフラスコに入れる。それ以降の操作は乾燥スプーンの

試料と同様に行う。

- (3) 配付された試料は試験時まで常温で保管する。試験実施時には試料袋を振り混ぜた後、試料採取する。

7.2 分解

試料を入れたケルダールフラスコに分解促進剤 10 g 及び硫酸 15 mL を加える。出力可変式分解台で泡立ちが穏やかになるまで弱く加熱し、その後出力を最大にする。分解液が清澄になった後、約 90 分間出力最大のまま分解を続ける。全分解時間は 2 時間以上とする。分解終了後、室温まで放冷し、分解液に水 50 mL 加える⁽⁴⁾。

- (4) 蒸留を容易にするため、放冷後すみやかに水を加え、ふりまぜる。

7.3 蒸留

以下の説明は図の塩入・奥田式蒸留装置を例としている。

(a) 蒸留の準備

水蒸気発生フラスコ (A) に沸騰石と水を適量入れ、a を開け b を閉じ 10 分間以上沸騰させ⁽⁵⁾、冷却管 (E) を冷却装置又は水道水により冷却する。

- (5) 揮発性成分を除去するため。

(b) 流路の洗浄

少量の水を入れたケルダールフラスコ (C) を装着して、b を開け、a 及び c を閉じ、蒸気だまり (B)、ケルダールフラスコ (C)、冷却管 (E) に水蒸気を送って 5 分間以上洗浄する。

(c) 蒸留開始

a を開き、続いて c を開き b を閉じる。三角フラスコ (300 mL、F) にほう酸水溶液 25 ~ 30 mL⁽⁶⁾、プロモクレゾールグリーン-メチルレッド溶液を 2,3 滴加え、冷却管 (E) の先端をその液中に浸す。次に、分解液の入ったケルダールフラスコ (C) を装着して、e を閉じ d を開き、漏斗等 (G) から 28 g 以上の水酸化ナトリウムを含むよう 25 ~ 45% (w/V) 水酸化ナトリウム水溶液⁽⁶⁾を入れる。素早く d を閉じ、b を開け、a を閉じて、蒸気だまり (B) に水蒸気を通し、e を開け c を閉じて蒸留を開始する⁽⁷⁾

- (6) 使用例：捕集液のほう酸水溶液として 4 %ほう酸水溶液 25 mL、アルカリ性にするための水酸化ナトリウム水溶液として 40 %水酸化ナトリウム水溶液 70 mL、など。

- (7) ほう酸水溶液のアンモニアの捕集率の低下を防ぐため水溶液の温度が 40 °C を超えない範囲で蒸留を行う。

(d) 蒸留終了

三角フラスコ (F) の留液が約 100 mL⁽⁸⁾ 以上になるまで蒸留を続けた後、三角フラスコ (F) を下げて冷却管の先端を液面から離し、水で冷却管の先端を洗いながら三

角フラスコ (F) を取り出す。蒸留を終える時は、まず a を開き続いて c を開き、b を閉じる。

(8) 留液は100 mLで十分である。ただし、留液量によりアンモニア量が変わる場合があるので、留液量は空試験も含めて同量とする。

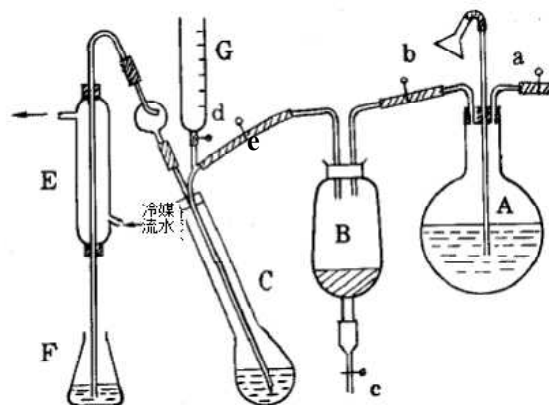


図 塩入・奥田式蒸留装置

7.4 滴定

0.1 mol/L 硫酸でビュレットを用いて滴定する。留液が緑色 → 汚無色 → 微灰赤色の順に変色するが、微灰赤色を呈したところを終点とする。滴定値は小数第 2 位までを記録する。

8. 計算

次の式により全窒素⁽⁹⁾を算出する。

$$\text{全窒素 (\%)} = ((T - B) \times F \times M \times A \times 2 / 1000W) \times 100$$

T : 終点までの滴定に要した滴定液の体積 (mL)

B : 空試験値 (mL) ⁽¹⁰⁾

F : 滴定液のファクター

W : 試料の測定重量 (g)

M : 窒素の原子量 14.007

A : 滴定に用いた硫酸の濃度 (mol/L)

(9) 全窒素(%)は小数第 3 位を四捨五入し小数第 2 位まで算出する。

(10) 空試験の滴定で、1 滴で明らかに終点を越えたと判断できた場合は、空試験の滴定値を 0 とする。

乾燥スープの全窒素測定方法 (ケルダール法・自動蒸留) 手順書

1. 適用範囲

この測定方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

試料に硫酸、分解促進剤を加え分解した後、水酸化ナトリウムを加え、水蒸気蒸留する。ほう酸溶液で留液を捕集し、硫酸で滴定して、滴定に要した硫酸の量から全窒素含有量を算出する。

3. 注意事項

- (a) 硫酸、水酸化ナトリウム及び水酸化ナトリウム溶液を使用する際には、保護メガネ及びそれらの試薬に耐性のある手袋を使用すること。
- (b) 分解は耐酸性ドラフト内で行うこと。

4. 試薬等

4.1 測定に使用する試薬等

- (a) 水：蒸留法もしくはイオン交換法によって精製した水又は逆浸透法、蒸留法、イオン交換法などを組み合わせた方法によって精製したもので、JIS K8008 に規定するA2以上の品質を有するもの。
- (b) 硫酸：日本工業規格に規定される（JIS K8951）特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (c) 硫酸カリウム：JIS K8962 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (d) 硫酸銅（Ⅱ）五水和物：JIS K8983 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (e) ほう酸：JIS K8863 に規定される特級又は同等以上のもの。
- (f) 水酸化ナトリウム：JIS K8576 に規定される特級もしくはJIS K8826 に規定される窒素測定用、又はそれらと同等以上のもの。
- (g) ブロモクレゾールグリーン：JIS K8840 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (h) メチルレッド：JIS K8896 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。
- (i) エタノール（95）：JIS K8102 に規定されている一級、又はそれらと同等以上のもの。
- (j) メチレンブルー：JIS K8897 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。

4.2 滴定溶液の標定に使用する試薬

- (a) ブロモフェノールブルー：JIS K8844 に規定される特級、又はそれらと同等以上のもの。

- (b) エタノール (95) : 「4.1 (i)」と同様のもの。
- (c) 炭酸ナトリウム : JIS K8005 に規定される容量分析用標準物質を用いる。

5. 器具及び装置

5.1 測定に使用するもの

- (a) 電子天びん : 小数第4位 (0.0001 g) まで量りとることのできるもの。
- (b) 薬包紙
- (c) 分解用容器 : 300 mL 容ケルダールフラスコ又は 250 ~ 300 mL 容ケルダール分解チューブを用いる。
- (d) 分解装置 : I 又は II のどちらかを用いる。
 - I 出力可変式分解台 : 出力可変式でケルダールフラスコを熱せられるもので、ビーカーに沸石を 2 ~ 3 個と水 100 mL を入れ、10 分間最大出力に保った熱源にのせたとき、5 分以内に沸騰させる能力を有すること
 - II 加熱ブロック分解装置 : あらかじめ 420 °C に加熱したブロックに、水 50 mL と沸騰石 2 ~ 3 個を入れたケルダール分解チューブを載せた時、150 秒以内に沸騰させる能力を有すること。
- (e) 蒸留装置 : 自動蒸留装置 (蒸留の制御・実施を自動的に行う装置) を使用する。(自動蒸留装置と自動滴定装置が組み合わさった装置を含む。)
- (f) 三角フラスコ : 300 mL 容
- (g) ビュレット / 自動ビュレット : 25 mL 容, JIS R3505 に規定されているクラス A 又は同等以上のもの。
- (h) 自動滴定装置 : 中和滴定を行う自動分析法装置。20 mL 容以上のビュレット容量のものを用いる。

5.2 滴定溶液の標定に使用するもの

- (a) るつぼ : 白金又は磁器のものを用いる。
- (b) デシケーター : JIS K8001 に規定するもの。すなわち、乾燥剤として JIS Z0701 に規定するシリカゲル (A 形 1 種) を入れたデシケーターを用いる。シリカゲルは塩化コバルト (II) で着色したものとし、その色に変色したときには約 130 °C で加熱して再生する。
- (c) マッフル炉 : 600 °C 以上まで加熱できるもの。
- (d) 全量ピペット : 25 mL 容。JIS R3505 に規定されているクラス A 又は同等以上のもの。
- (e) 全量フラスコ : 250 mL 容。JIS R3505 に規定されているクラス A 又は同等以上のもの

6. 試薬の調製

同組成、同濃度の市販品を用いる場合は以下の調製を必要としない。

6.1 分解促進剤

硫酸カリウム 9 g と硫酸銅 (II) 五水和物 1 g を混合する。

6.2 中和用水酸化ナトリウム水溶液

水酸化ナトリウム水溶液 1 L 中に水酸化ナトリウム 250 ~ 450 g が溶解しているように調製する⁽¹⁾。

(1) 調製例：水酸化ナトリウム 800 g を 2 L 三角フラスコに量りとり、氷水で冷やしながら水を 1 L 加える。完全に溶かした後、良く振り混ぜながら水を加え 2 L にする (40 %水酸化ナトリウム水溶液)。溶解時に非常に発熱し蒸気等が発生するため、ドラフト内で行う。

6.3 ほう酸水溶液

ほう酸を水で加温溶解し、1 L 中に 10 ~ 40 g 含まれるように調製する⁽²⁾。

(2) 調製例：ほう酸 120 g を 3 L 三角フラスコに量りとり、水を 2 L 加えホットプレート等で 40 ~ 60 °C に加温しながら溶解させる。完全に溶かした後、良く振り混ぜながら水を加え 3 L にする (4 %ほう酸水溶液)。

6.4 指示薬溶液

(a) ビュレットによる滴定の場合

ブロモクレゾールグリーン-メチルレッド溶液 (エタノール(95) 200 mL 中に、ブロモクレゾールグリーン 0.15 g 及びメチルレッド 0.10 g を含むように調製されたもの) を用いる。

(b) 自動滴定装置による滴定の場合

ブロモクレゾールグリーン-メチルレッド溶液もしくはメチルレッド-メチレンブルー溶液 (装置の説明書に従って作成したもの) のいずれかのうち装置に適した溶液を用いる。

6.5 アンモニア捕集液

(a) ビュレットによる滴定の場合

「6.3 ほう酸水溶液」 25 ~ 30 mL⁽³⁾ に「6.4(a) ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド溶液」を 2、3 滴加える。

(3) ほう酸がアンモニア捕集液中に 0.3 g 以上含まれるようにする。

(b) 自動滴定装置による滴定の場合

各装置に適したほう酸溶液に「6.4(b) 指示薬溶液」を加えた溶液もしくは加えない溶液を用いる。

6.6 滴定用溶液

ファクターが小数第 3 位まで求められている市販品を用いる場合は、標定する必要はない。

6.6.1 0.05 mol/L硫酸

(a) 調製

水 1 L をビーカーに量りとり、硫酸 3 mL をかき混ぜながら徐々に加えて室温になるまで放置した後、気密容器に入れて保存する。

(b) 標定

炭酸ナトリウムの必要量をるつぼに入れて 600 °C で約 60 分加熱した後、デシケーターに入れて放冷する。その中から、1.0 ~ 1.2 g を 0.1 mg まで量りとり、炭酸を含まない水に溶解して 250 mL とする。その 25 mL を全量ピペットで 200 mL 容三角フラスコ等に正確にとり、プロモフェノールブルー溶液を 2 ~ 3 滴加えて 0.5 mol/L 硫酸で滴定する。

(JIS K8001 もしくは日本薬局方に準じて実施しても良い。)

(c) 計算

$$0.05 \text{ mol/L 硫酸のファクター} = (1000 \times w \times p) / (V \times A \times M) \times (25 / 250)$$

w : 炭酸ナトリウム秤量値 (g)

p : 炭酸ナトリウム純度

V : 滴定に要した 0.5 mol/L 硫酸の体積 (mL)

A : 滴定に使用した硫酸の濃度 (= 0.1 mol / L)

M : 炭酸ナトリウムの式量 (= 105.99)

6.6.2 0.1 mol/L硫酸

(a) 調製

水 1 L をビーカー等に量りとり、硫酸 6 mL をかき混ぜながら徐々に加えて放冷した後、気密容器に入れて保存する。

(b) 標定

炭酸ナトリウムの必要量をるつぼに入れて 600 °C で約 60 分加熱した後、デシケーターに入れて放冷する。その中から、2.0 ~ 2.5 g を 0.1 mg まで量りとり、炭酸を含まない水に溶解して 250 mL とする。その 25 mL を全量ピペットで 200 mL 容三角フラスコ等に正確にとり、プロモフェノールブルー溶液を 2 ~ 3 滴加えて 0.1 mol/L 硫酸で滴定する。

(JIS K8001 もしくは日本薬局方に準じて実施しても良い。)

(c) 計算

$$0.1 \text{ mol/L 硫酸のファクター} = (1000 \times w \times p) / (V \times A \times M) \times (25 / 250)$$

w : 炭酸ナトリウム秤量値 (g)

p : 炭酸ナトリウム純度

V : 滴定に要した 0.1 mol/L 硫酸の体積 (mL)

A : 滴定に使用した硫酸の濃度 (= 0.1 mol / L)

M : 炭酸ナトリウムの式量 (= 105.99)

7. 測定手順

7.1 試料採取等

薬包紙に試料⁽⁴⁾約 1.0 g を 0.1 mg まで正確に量り取る。薬包紙ごと、試料を分解用容器に入れる。試料を入れた分解用容器に分解促進剤 10 g 及び硫酸 15 mL を加える。

空試験は薬包紙のみを分解用容器に入れる。それ以外の操作は乾燥スプーンの試料と同様に行う。

(4) 配付された試料は試験時まで常温で保管する。試験実施時には試料袋を振り混ぜた後、試料採取する。

7.2 分解

(a) 又は (b) のうちどちらかで分解を行う。

(a) 出力可変式分解台を用いた場合

あらかじめ保温しておいた出力可変式分解台で泡立ちが穏やかになるまで弱く加熱し、その後出力を最大にする。分解液が清澄になった後、約 90 分間分解を続ける。分解終了後、室温まで放冷し、分解液に水 20 mL 加える。⁽⁵⁾

(5) 蒸留を容易にするため、放冷後すみやかに水を加え、ふりまぜる。

(b) 加熱ブロック分解装置を用いた場合

あらかじめ 200 °C に保温しておいた加熱ブロック分解装置で泡立ちが穏やかになるまで加熱する。その後 420 °C にする。分解液が清澄になった後、約 90 分間分解を続ける。分解終了後、室温まで放冷し、分解液に水 20 mL 加える。⁽⁶⁾

(6) 蒸留を容易にするため、放冷後すみやかに水を加え、ふりまぜる。

7.3 蒸留

装置の操作法に従い蒸留する。分解液に水 30 mL、28 g 以上の水酸化ナトリウムを含むよう 25 ~ 45% (w/V) 水酸化ナトリウム水溶液を加え⁽⁷⁾ 分解液をアルカリ性にし、留液が 100 mL 以上得られるように蒸留を行う⁽⁸⁾。

(7) 使用例 : 40 %水酸化ナトリウム水溶液を 70 mL 加える。

(8) アンモニア捕集液中に留液の出口が入っているようにする。ほう酸水溶液のアンモニアの捕集率の低下を防ぐため水溶液の温度が 40 °C を超えない範囲で蒸留を行う。ビュレットでの滴定を行う場合、蒸留後、水で留液の出口の先端を洗いながら三角フラスコ等を取り出す。

7.4 滴定

(a) 又は (b) のうちどちらかで滴定を行う。

(a) ビュレットによる滴定の場合

0.1 mol/L 硫酸でビュレットを用いて滴定する。留液が緑色 → 汚無色 → 微灰赤色

の順に変色するが、微灰赤色を呈したところを終点とする。滴定値は小数第2位までを記録する。

(b) 自動滴定装置による滴定の場合

装置の使用法に従い滴定用溶液で自動滴定装置を用いて滴定する。終点までの滴定量を記録する。

8. 計算

次の式により全窒素⁽⁹⁾を算出する。

$$\text{全窒素 (\%)} = ((T - B) \times F \times M \times A \times 2 / 1000W) \times 100$$

T：終点までの滴定に要した滴定液の体積 (mL)

B：空試験値 (mL)⁽¹⁰⁾

F：滴定液のファクター

W：試料の測定重量 (g)

M：窒素の原子量 14.007

A：滴定に用いた硫酸の濃度 (mol/L)

(9) 全窒素(%)は小数第3位を四捨五入し小数第2位まで算出する。

(10) 空試験の滴定で、1滴で明らかに終点を越えたと判断できた場合は、空試験の滴定値を0とする。

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 (ケルダール法) 共同試験結果

- (1) 参加試験室数 : 11
- (2) マテリアル数 : 6
- (3) 濃度 : 0.670 % ~ 4.422 %
- (4) 併行標準偏差 (S_r) : 0.009 ~ 0.021
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.014 ~ 0.040
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_r) : 0.36 ~ 1.6%、
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 0.66 ~ 2.7%