

風味調味料の全窒素分（燃焼法）測定手順書

独立行政法人農林水産消費安全技術センター

1. 適用範囲

この測定手順書は、風味調味料の日本農林規格に規定する風味調味料に適用する。

2. 測定方法の概要

燃焼法は、試料を純酸素気流中で燃焼させ、さらに還元して、試料中の全窒素分を窒素ガスとして定量する方法である。全窒素分は、試料重量に対する百分比として算出する。

3. 注意事項

装置は高温となるので取り扱いに注意すること。

4. 装置

燃焼法測定装置：次の(a)～(e)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、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）を測定するために、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（純度 99 %以上のもの）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 %（質量分率）± 0.15 %（質量分率）であり、相対標準偏差 1.3 %以下であること。
- (e) 塩分濃度の高い（35 %程度）試料の測定が可能なよう、塩分に対する対策をとっていること。

5. 試薬

試験に用いる試薬は次のとおりとする。

5.1 検量線作成用標準品

エチレンジアミン四酢酸（EDTA）（純度 99 %以上であり窒素率が記載されたもの）、又はアスパラギン酸（純度 99 %以上で窒素率が記載されたもの）、もしくは同純度の他の標準品（ニコチン酸を除く）を用いる。

5.2 装置の性能確認のための試薬

ニコチン酸：純度 99 %以上の特級もしくは同等以上のもの。

6. 試験用試料の調製

風味調味料（顆粒状のものを除く）を熱による水分変化が起こらないように注意しながらミキサー等で粉碎し、均質化したものを測定用試料とする⁽¹⁾。顆粒状のものは、この操作は行わずに「7. 測定手順」から行う。

- (1) 調製例：ミキサーで約10秒間粉碎した試料を袋にひとまとめにし、よく混ぜたものを測定用試料とする。

7. 測定手順

装置の性能を確認した後、試料を測定する。詳細は以下のとおりとする。

7.1 装置の性能確認⁽²⁾

7.1.1 検量線作成

検量線作成用標準品を 0.1 mg 以下の単位まで正確に量りとり、装置に適した方法で測定し、検量線を作成する。

7.1.2 ニコチン酸の測定

ニコチン酸約 100 ～ 500 mg を正確に量りとり、連続して 10 回測定する。

- (2) 燃焼法装置の性能4(d)を確認するために行う。検量線作成用標準品及びニコチン酸は装置に適した量を測定すること。なお、ニコチン酸の窒素分は、11.38 %（純度100 %の場合）である。

7.2 試料測定⁽³⁾

7.2.1 検量線作成

検量線作成用標準品を 0.1 mg 以下の単位まで正確に量りとり、装置に適した方法で測定し、検量線を作成する。

7.2.2 試料の測定

よく混ぜた試料約 100 ～ 500 mg を正確に量りとり、装置に適した方法で測定する。

- (3) 検量線作成用標準品及び試料は装置に適した量を測定すること。試料量は100 mg以上になるようにすること。

8. 計算

「7.2.1 検量線作成」で作成した検量線を用いて、「7.2.2 試料の測定」で測定した結果から試料に含まれる全窒素分 %（質量分率）を算出する⁽⁴⁾。

- (4) 全窒素分は小数第4位を四捨五入し、小数第3位まで算出する。

風味調味料の全窒素分（燃焼法）共同試験結果

- (1) 参加試験室数：10
- (2) マテリアル数：6
- (3) 全窒素分：2.120 %～5.251 %
- (4) 併行標準偏差 (S_r)：0.012 %～0.051 %
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R)：0.028 %～0.090 %
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_r)：0.54 %～1.7 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R)：1.1 %～2.9 %

履歴

年月日	改訂内容等
2012/02/15	風味調味料全窒素分の測定方法への燃焼法の追加検討に際し、手順書(2011年版)を用いた共同試験(2011/12)を実施し、その結果を妥当性確認調査検討・評価委員会で評価し、測定方法の妥当性が確認された。
2013/04/01	風味調味料の日本農林規格の全窒素分測定方法改正(燃焼法追加)。
2013/09/10	手順書 2013 新規作成。(手順書(2011年版)の体裁の変更)