

醸造酢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醸造酢に適用する。

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 検量線作製用標準品

グリシン（純度 99 %以上、窒素率が記載されているもの）を使用する。

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。

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とり。

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。検量線作成用標準品の必要量を 0.1 mg の単位まで量りとり、水で希釈して検量線用標準液として用いる。装置に導入する検量線用標準液の液量は分析する試料の液量に合わせる⁽¹⁾。

(1) 分析する試料を 500 mg 量りとり場合には、検量線用標準液も 500 mg 程度量りとり。

5.2 試料の測定

試料については 200 ～ 1000 mg を正確に量りとり各試料について 1 回以上測定を行う。

6. 計算

「5.2」で測定した結果を用い、装置の操作方法に従って検量線を作成する。

検量線を用いて窒素分 (%) を小数第 3 位まで算出する。別に試料の比重を測定し、単位重量当たりで算出された窒素分にこれに乗じて単位容量当たりの窒素分に換算する。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

市販の製品をよくふりませ、そのままを試料とする。

共同試験結果

醸造酢の全窒素分 (容量) (ケルダール法 + 燃焼法)

- (1) 参加試験室数 : 17 (ケルダール法 13 燃焼法 4)
- (2) マテリアル数 : 5
- (3) 濃度 : 0.104 ～ 0.396 %
- (4) 併行標準偏差 (S_p) : 0.00051 ～ 0.0019
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R) : 0.0010 ～ 0.0099
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_p) : 0.31 ～ 0.62 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R) : 0.83 ～ 2.5 %