

ハム類、熟成ハム類の赤肉中の粗たん白質測定方法 (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ハム類、熟成ハム類及びその周辺食品に適用する。

2. 測定方法の概要

燃焼法用測定装置により試料を燃焼、還元し、生成したガスから窒素ガスを分離、検出させて試料中の窒素分を算出し、これに換算係数を乗じて粗たん白質とする。

3. 注意事項

燃焼法用測定装置は、燃焼部、還元部が非常に高温になることから火傷に注意して、装置の説明書に従って使用すること。

4. 試薬及び装置

4.1 検量線作製用標準品

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。

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⁽¹⁾。

(1) 配付した試料の窒素分は2 %から4 %の範囲となっている。

5.2 試料の測定

試料⁽²⁾ 約 500 mg⁽³⁾ を正確に量りとり 1 試料について 1 回測定を行う。

(2) 配付された試料は試験時まで冷凍で保管する。試験実施時には解凍し室温になった後、試料採取する。

(3) 装置の性能上500 mgが難しい場合は200 mgで行う。

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位まで算出し、下記の式を用いて粗たん白質(%)を小数第2位まで求める。窒素分は分析試料中に含まれる全窒素量の百分率である。

$$\text{粗たん白質 (\%)} = 6.25 \times \text{窒素分 (\%)}$$

試験用試料の調製

市販の製品から脂肪分、ゼラチン質、皮を取り除き切断した後、ミキサーで5000回転、30秒粉碎し均一化する。

共同試験結果

ハム類、熟成ハム類の赤肉中の粗たん白質（燃焼法）

- (1) 参加試験室数：12
- (2) マテリアル数：5
- (3) 濃度：13.71 ~ 22.87 %
- (4) 併行標準偏差 (S_p)：0.14 ~ 0.22
- (5) 室間再現標準偏差 (S_R)：0.29 ~ 0.42
- (6) 併行相対標準偏差 (RSD_p)：0.7 ~ 1.3 %
- (7) 室間再現相対標準偏差 (RSD_R)：1.7 ~ 2.2 %