

マカロニ類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マカロニ類に適用する。

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

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。

5.2 試料の測定

ニコチン酸に関しては約 100 mg を正確に量りとり 2 回測定する。それ以外の試料については約 500 mg⁽¹⁾ を正確に量りとり 1 試料について 1 回測定を行う。

(1) 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。窒素分は分析した試料中に含まれる全窒素量の百分率である。

ニコチン酸については窒素分(%)を小数第3位まで算出する。

$$\text{窒素分 (\%)} \times 5.7 = \text{粗たん白質 (\%)}$$

試験用試料の調製

市販の製品をブレンダー等で粉砕する。次に粉砕されたものを目の開きが 850 μm と 500 μm のふるいでふるい、850 μm のふるいを通り、500 μm のふるいの目の上に残ったものを試料とする。

共同試験結果

マカロニ類の粗たん白質（燃焼法）共同試験結果

	マカロニ類	マカロニ類	マカロニ類	マカロニ類	マカロニ類
参加試験室数	14	14	14	14	14
有効試験室数	14	12	14	14	14
灰分(%)	14.60	12.99	11.47	11.50	10.408
併行標準偏差 (S_r , %)	0.045	0.021	0.038	0.061	0.028
室間再現標準偏差 (S_R , %)	0.13	0.13	0.12	0.13	0.097
併行相対標準偏差 (RSD_r , %)	0.31	0.16	0.33	0.53	0.27
室間再現相対標準偏差 (RSD_R , %)	0.89	1.0	1.1	1.1	0.93
HorRat value	0.26	0.29	0.30	0.31	0.25

報文：

Determination of Crude Protein in Macaroni Products by the Combustion Method and Comparison with the Kjeldahl Method : Interlaboratory Study; Akiko HAKODA, Yusuke Ii, Shigehiro NAITO, Tadanao SUZUKI and Akemi YASUI, *Food Sci. Technol. Res.*, **17**(3), 227-232 (2011)