

対策実験事業」により行われたものであり、同課の榎木技術主幹、池端技師、ほかの方々の御協力、東市来農協工場西峯工場長、阿多農協工場今村工場長、ならびに鹿児島県経済農協連、永浜、西本、末野の各氏

の御助力によることを附記し深謝します。

文 献

- 1) 蒙輪、田畠、伊藤、石原、鹿工誌年報
22, 31 (1975)

2.3 しょう油中の全窒素分の迅速定量について

間世田春作、水元弘二

Determination of Total Nitrogen in Shoyu by Combustion Method with GC
Shyun-saku MASEDA, Ko-ji MIZUMOTO

1. 緒 言

しょう油の全窒素分は、品質管理、JIS規格分析等、重要な分析の一つである。JISでは、ケルダール法が採用されているが、分解に長時間を要することが欠点となっている。

そこで、最近はいろいろな迅速定量分析装置が¹⁾⁽²⁾⁽³⁾開発され、これらに関する研究も行われている。

これらの装置は、原理的には分解をケルダール法によるものと燃焼式によるものの二つにわけられる。

今回は、燃焼方式により、全窒素分を窒素ガス、全炭素分を二酸化炭素とした後、ガスクロマトグラフで検出する、全有機炭素-全窒素分析装置を使って、しょう油中の全窒素分について、ケルダール法との比較を行ったので報告する。

2. 実 験

2.1 装 置

住化ガスクロ方式全有機炭素-全窒素分析装置
G C T - 1 2 N 型 (クロマトパック付)

2.2 試薬および試料

全窒素 (以下T・N)用標準試薬

尿素 (特級 和光純薬)

全有機炭素 (以下T O C)用標準試薬

フタル酸水素カリウム (特級 和光純薬)

試料

農林規格審査出品物 22点

2.3 検量線の作成

T・N標準試薬より、T・Nが50 mg/l, 100 mg/l, 150 mg/l, 200 mg/l 標準溶液を調整し測定した結果、濃度とクロマトパックのカウント数の間に直線性が認められた。また、T・N 150 mg/l溶液の5回繰返し測定を行った結果、測定値の変動係数は0.33%であった。しょう油の分析にあたっては、100 mg/l, 200 mg/l の二点検量線法によりクロマトパックで解析定量した。

2.4 測定条件

分析装置の測定条件をTable 1に示す。
しょう油1 mlを採り、100 mlにメスアップし、その20 μlをマイクロシリンジで探って試料注入口より注入する。なお、ケルダール法は、⁴⁾ しょう油の日本農林規格により測定した。

Table 1 Operating Conditions

Apparatus (reactions)

T-N, T-C High Temp. furnace 920°C

T-N, T-C Low Temp. furnace 550°C

I-C furnace 140°C

Apparatus (detector) Shimadzu GC-4C

Column 0.5m×3mm i.d. Stainless

Packing Activated Carbon
60~80 mesh

Detector TCD

Carrier He (99.999%) 70±10ml/min

Temp. Column 60°C det. 100°C

3. 結果および考察

3.1 ケルダール法と本法の比較

JIS 規格の上級、標準のしょう油 22 検体（全窒素分 1.00~1.50 W/V %）について、ケルダール法と本法の全窒素分に関する相関を調べたところ、Fig. 1 に示すように、 $r = 0.992$ という高い相関係数を得、ケルダール法の測定値を y とすれば、 $y = 1.027x - 0.034$ の回帰直線を得た。

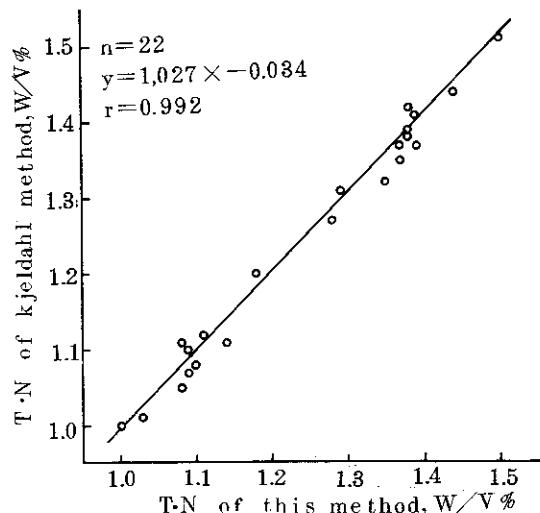


Fig. 1 Correlation of T-N

Values between this Method

and Kjeldahl Method

3.2 測定精度の検討

ケルダール法と本法について、同一試料の 5 回繰返し分析を行い、測定精度の検討を行った。その結果を Table 2 に示す。

Table 2 に示すように、それぞれの方法の精度に差は認められなかった。

また、Table 2 には、TOC の値も併記した。

Table 2 Precision of Measurement

Sample	Method	av (W/V%)	σ	CV	TOC (%) (W/V%)
A	L	1.37	0.023	1.68	7.63
	K	1.35	0.010	0.74	
B	L	1.34	0.012	0.86	7.27
	K	1.34	0.012	0.90	
C	L	1.14	0.005	0.44	4.31
	K	1.10	0.007	0.64	

L : This Method K: Kjeldahl Method

av: avarage σ : Standard deviation

CV: Coefficient of variation

今回分析したしょう油の TOC 値は 4.05~11.6 W/V% の範囲内にあったが、TOC の濃度差による T-N 分析値への影響は認められなかった。

しかしながら、本法で使用した装置では、TOC 1000mg/l の高濃度になると、分解酸化が不完全となり、異常値を与えることがあるので、TOC 値が 10 % を越えるしょう油については、1000mg/l 以下になるよう希釈率を考慮して測定することが望ましい。

今回の 22 試料の内訳は、淡口しょう油 10 点、濃口しょう油 12 点、また格付からは標準 13 点、上級 9 点であったが、このような品質の違いによる、両分析法への影響は、ほとんど認められなかった。

4. 結 言

1. しょう油の全窒素分の分析の迅速化をはかるために、住化ガスクロ方式全有機炭素—全窒素分析計について、検討を行った。
2. 本法は一回の分析所要時間は3～5分と短く、ケルダール法との比較でも、 $r = 0.992$
 $y = 1.027x - 0.034$ と極めて高い相関関係が認められた。
3. また、測定精度についても、両方法間の有意差は認められず、変動係数2%以下と良好な

結果が得られた。

参考文献

- 1) 田中, 広瀬, 日醸研誌, 1, 149 (1975)
- 2) 田中, 広瀬, 福崎, ibid, 3, 64, (1977)
- 3) 重田, 中井, 大島, 茂木, ibid, 4, 92
 (1978)
- 4) しょう油の日本農林規格 (1980)

2.4 草木染の大島紬への利用に関する研究

杉尾孝一, 満留幸夫, 仁科勝海, 福山岩熊※
 (※大島紬職業訓練校)

Studies of Dyeing to Ohshimatsumugi by Natural Vegetable Colours

Kouichi SUGIO, Sachio MITUDOME, Katumi NISHINA,
 ※ Iwakuma FUKUYAMA
 (※ Ohshimatsumugi Vocational training School)

南薩地方に栽培されている香料植物、レモンユーカリ、レモングムス、ゼラニウム、芳樟に含まれている色素を抽出し、絹糸への染色性について調べた。また染色した絹糸の染色堅ろう度試験、強伸度試験、風合試験などを行い、紬への利用について検討を行った。

その結果、色相、染色性、染色堅ろう度、風合などからみて紬への利用価値の高いものとしては、芳樟、レモンユーカリなどであった。この試験結果を利用して、芳樟、レモンユーカリにカッヂエキスを併用した草木染縫織物を試作した。色相は大変深味があり、厚味、柔軟性に富み、縫の効果のよくでた織物を試作することができた。

1. はじめに

最近、大島紬業界においては草木を用いた製品が要求され、各工場とも草木染めの研究が盛んである。特に草木染による絹糸の染色については染色条件なども確立されていない。そこで本年度は県内産の香料植物4種、および市販植物染料1種を選び、媒染剤による発色状況、および染色堅ろう度、縫蓮の染色性について検討した。又この試

験結果を基にして縫織物を試作したので以下報告する。

2. 実験材料および方法

2.1 実験材料

2.1.1 被染糸

生糸(27中×5本, 21中×2本合糸,
 110T/M片より)を下記の条件で精練し