

● 感度経時変化および補正実施例

TN213

(SUMIGRAPH Model NC-220F)

[概 要]

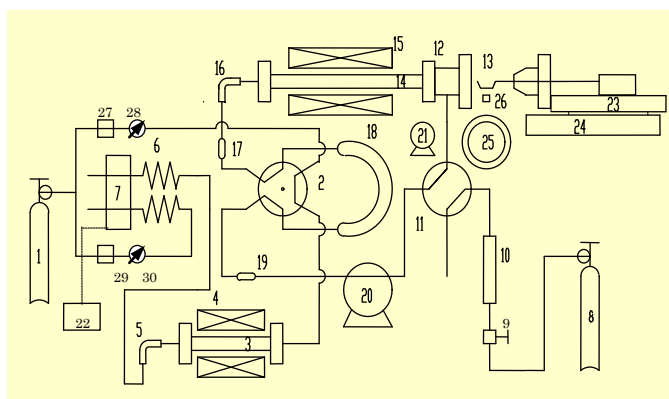
各種加工食品、食品原材料や穀物、植物体、土壌等、食品分野や農林水産分野における大多数の試料は、不均一であるため、多量の試料を採取し分析する必要があります。

このたび弊社は燃焼反応部と検出部のシステム化、PCデータ処理に加え、高濃度食塩含有試料、有機硫黄化合物および有機ハロゲン化合物の常用分析が可能な新規燃焼触媒開発に成功し、多量試料対応「全窒素および全炭素分析装置」SUMIGRAPH NC-220を上市しました。

本測定装置は各種の機能を搭載しており、今回、基準試料500mg水準の長時間測定による感度経時変化と当該補正の実施例をご紹介します。

[原 理]

試料を反応管 14 内で酸素ガスを循環させながら燃焼・酸化させ、窒素成分は窒素酸化物等に、炭素成分は CO₂ に変換します。その窒素酸化物等および CO₂ ガス等の均一化された燃焼ガスを計量管 18 で分取し、還元後、水分などの不要な成分を除去し、TCD ガスクロマトグラフ 6、7 で全窒素および全炭素として検出定量します。



[SUMIGRAPHの流路概略図]

[条 件]

- 測定装置：SUMIGRAPH「NC-220F」
- 測定方法：METHOD「L×L」
- 試料量：500mg（石英ボート中に採取）
- 使用天秤：感量0.1mgのマクロ天秤
- 反応温度：850℃設定
- 還元温度：600℃設定
- サイクル：PURGE/PUMP/MEAS=60/300/290sec
- 定量校正：BLANKと特級試薬 Aspartic acid 500mg水準の2点検量線

[測定例]

TCDは、長時間において電圧変化や室温変化等により感度が約1%程度変化します。従って、より正確な測定を行うにはこの感度変化の補正を行うことが望ましく、基準試料 Aspartic acid の連続測定により補正試料を挟んだ補正測定例を下表に示します。

Aspartic acid (N : 10.52%、C : 36.09%)

時刻	試料	試料量 mg	全窒素 (%)			全炭素 (%)		
			測定値	補正值	理論比	測定値	補正值	理論比
10 : 50	校正	510.3	10.50			36.03		
		500.7	10.54			36.15		
	試料	502.4	10.54	10.55	1.003	36.17	36.25	1.004
		506.2	10.56	10.58	1.006	36.21	36.31	1.008
		503.2	10.55	10.57	1.005	36.18	36.28	1.005
		516.7	10.56	10.58	1.006	36.10	36.24	1.004
11 : 56	補正	513.0	10.49	10.51	0.999	35.92	36.08	1.000
		511.8	10.51	10.53	1.001	35.93	36.09	1.000
	試料	516.7	10.50	10.49	0.997	35.99	36.01	0.998
		512.6	10.53	10.51	0.999	36.02	36.04	0.999
		509.2	10.57	10.53	1.001	36.13	36.07	0.999
		509.4	10.58	10.53	1.001	36.22	36.10	1.000
13 : 02	補正	501.7	10.57	10.51	0.999	36.24	36.06	0.999
		517.5	10.61	10.53	1.001	36.30	36.12	1.001
	試料	506.6	10.60	10.52	1.000	36.30	36.10	1.000
		500.8	10.61	10.53	1.001	36.27	36.07	0.999
		502.6	10.60	10.53	1.001	36.29	36.09	1.000
		520.0	10.62	10.54	1.002	36.32	36.11	1.001
14 : 08	補正	521.3	10.62	10.53	1.001	36.33	36.10	1.000
		505.5	10.60	10.51	0.999	36.30	36.08	1.000
	試料	514.3	10.60	10.52	1.000	36.31	36.10	1.000
		502.2	10.57	10.49	0.997	36.22	36.01	0.997
		501.6	10.58	10.50	0.998	36.23	36.03	0.998
		500.9	10.59	10.51	0.999	36.25	36.05	0.999
15 : 14	補正	509.7	10.60	10.52	1.000	36.29	36.10	1.000
		501.6	10.60	10.52	1.000	36.27	36.08	1.000
	試料	503.7	10.60	10.53	1.000	36.25	36.08	1.000
		503.2	10.64	10.56	1.004	36.40	36.23	1.004
		508.6	10.58	10.52	1.000	36.24	36.10	1.000
		501.2	10.58	10.52	1.000	36.22	36.09	1.000
16 : 20	補正	511.3	10.57	10.51	0.999	36.18	36.07	0.999
		504.1	10.59	10.53	1.001	36.22	36.11	1.001
	試料	511.7	10.58	10.52	1.000	36.22	36.11	1.001
		507.4	10.59	10.53	1.001	36.24	36.13	1.001
		519.1	10.57	10.51	0.999	36.17	36.06	0.999
		509.2	10.56	10.50	0.998	36.15	36.04	0.999