	(下線部分は改正部分)
改正後	改正前
日本農林規格     JAS       0310:2019	風味調味料の日本農林規格
<u>風味調味料</u> <u>Flavored seasoning</u>	
1 <u>適用範囲</u> この規格は <u>,風味調味料の品質について規定する</u> 。	<u>(適用の範囲)</u> 第1条 この規格は <u>、風味調味料に適用する</u> 。
2 引用規格 次に掲げる規格は、この規格に引用されることによって、この規格の規定の一部を構成する。これらの引用規格は、その最新版(追補を含む。)を適用する。CODEX STAN 192 食品添加物に関する一般規格 JIS K 0124 高速液体クロマトグラフィー通則 JIS K 0557 用水・排水の試験に用いる水	(新設)

# 3 用語及び定義

この規格で用いる主な用語及び定義は、次による。

JIS P 3801ろ紙(化学分析用)JIS R 3505ガラス製体積計

### 3.1

#### 風味原料

節類(かつおぶし等),煮干魚類,こんぶ,貝柱,乾しいたけ等の粉末又は抽出濃縮物。

# 3.2

### 風味調味料

調味料 (アミノ酸等) 及び風味原料 (3.1) に砂糖類,食塩等 (香辛料を除く。)を加え,乾燥し,粉末状,か粒状等にしたものであって,調理の際風味原料 (3.1) の香り及び味を付与するもの。

# 4 品質

# 4.1 性状

性状は、次による。

(定義)

第2条 <u>この規格において、次の表の左欄に掲げる用語の定義は、それぞれ同表の右欄に掲げるとおりとする。</u>

用	語	<u>定</u>
風 味 調	<u>味料</u>	調味料(アミノ酸等)及び風味原料に砂糖類、食塩等(香辛料を除 く。)を加え、乾燥し、粉末状、か粒状等にしたものであって、調理の 際風味原料の香り及び味を付与するものをいう。
風味	原料	節類(かつおぶし等)、煮干魚類、こんぶ、貝柱、乾しいたけ等の粉末 又は抽出濃縮物をいう。

#### (規格)

第3条 風味調味料の規格は、次のとおりとする。

- a) 香味及び色沢が良好であり、かつ、異味異臭があってはならない。
- **b)** 粉末状又はか粒状のものにあっては、吸湿による塊等がなく粒子が分離しているものであり、その他の形状のものにあっては、くずれ等がなく、本来の形状を保持していなければならない。

# 4.2 糖分及び食塩分

糖分は、5.2によって試験したとき、40 %以下、食塩分は、5.3によって試験したとき、35 %以下であり、かつ、糖分及び食塩分の合計量は、65 %以下でなければならない。

## 4.3 全窒素分

全窒素分は、5.4によって試験したとき、次による。

- **a)** 風味原料としてかつおぶしの粉末及び抽出濃縮物並びにかつおの抽出濃縮物を使用したものにあっては、2.7%以上。
- **b)** 風味原料として煮干いわし、煮干とびうおの粉末及び抽出濃縮物を使用したものにあっては、2.5 %以上。

# 4.4 でん粉及びデキストリンの配合量

でん粉及びデキストリンの配合量は、原料として使用したでん粉及びデキストリンの重量の原材料 及び添加物に対する割合として2%以下とする。

### 4.5 風味原料の配合率

次の式によって求めた風味原料の粉末及び抽出濃縮物の配合率は,8.3%以上とする。

風味原料の配合率 (%) = 
$$\frac{W_1 \times C_1 + W_2 \times C_2}{S} \times 100$$

ここに, W<sub>1</sub>: 使用する粉末の風味原料の重量 (g)

W<sub>2</sub>: 使用する抽出濃縮物の風味原料の重量(g)

C: 使用する粉末の風味原料の固乾物含有率 (%)

C2: 使用する抽出濃縮物の風味原料の固乾物含有率 (%)

S: 製品の内容量 (g)

#### 4.6 原材料

原材料は、次のもののみを使用することができる。

- a) 風味原料 かつおぶし、そうだかつおぶし、さばぶし、あじぶし及びいわしぶしの粉末又は抽出 濃縮物、かつお、そうだかつお及びさばの抽出濃縮物並びに煮干いわし、煮干とびうお、こん ぶ、貝柱及び乾しいたけの粉末又は抽出濃縮物
- **b)** 砂糖類 砂糖, ぶどう糖, 果糖, ぶどう糖果糖液糖, 果糖ぶどう糖液糖, 高果糖液糖, 砂糖混合 ぶどう糖果糖液糖, 砂糖混合果糖ぶどう糖液糖, 砂糖混合高果糖液糖及び乳糖
- <u>c)</u> 食塩
- d) たん白加水分解物及び酵母エキス
- e) でん粉及びデキストリン
- 4.7 添加物

添加物は、次による。

- **a)** CODEX STAN 192 3.2の規定に適合するものであって、かつ、その使用条件は同規格3.3の規定に適合していなければならない。
- **b)** 使用量が正確に記録され、かつ、その記録が保管されているものでなければならない。
- c) a)の規定に適合している旨の情報が、一般消費者に次のいずれかの方法により伝達されるもので

区分	<u>基</u>					
性	1 香味及び色沢が良好であり、かつ、異味異臭がないこと。 2 粉末状又はか粒状のものにあっては、吸湿による塊等がなく粒子が 分離しているものであり、その他の形状のものにあっては、くずれ等 がなく、本来の形状を保持しているものであること。					
糖分及び食塩分	糖分40%以下、食塩分35%以下であり、かつ、糖分及び食塩分の合計量65%以下であること。					
全 窒 素 分	下表左欄の風味原料を使用したものにあっては、下表右欄に規定する基準値以上であること。         風味原料       基準値         かつおぶしの粉末及び抽出濃縮物並びにかつおの抽出濃縮物       2.7%         出濃縮物       煮干いわし、煮干とびうおの粉末及び抽出濃縮物       2.5%					
でん粉及びデキストリ ンの配合量	原料として使用したでん粉及びデキストリンの重量の原材料及び添加物 に対する割合が2%以下であること。					
風味原料の配合率	別表の算式により算出した風味原料の粉末及び抽出濃縮物の配合率が 8.3%以上であること。					
原 材 料	次に掲げるもの以外のものを使用していないこと。         1 風味原料 <ul> <li>かつおぶし、そうだかつおぶし、さばぶし、あじぶし及びいわしぶしの粉末又は抽出濃縮物、かつお、そうだかつお及びさばの抽出濃縮物並びに煮干いわし、煮干とびうお、こんぶ、貝柱及び乾しいたけの粉末又は抽出濃縮物</li> </ul> 2 砂糖類 <ul> <li>砂糖、ぶどう糖、果糖、ぶどう糖果糖液糖、果糖ぶどう糖液糖、高果糖液糖、砂糖混合高果糖液糖及び乳糖</li> <li>3 食塩</li> <li>4 たん白加水分解物及び酵母エキス</li> <li>でん粉及びデキストリン</li> </ul> 1 風味原料 <ul> <li>かつおぶし、さばぶし、あじぶし及びいわしぶはある</li> <li>機構及び乾しいたけの粉末又は抽出濃縮物</li> </ul> 2 砂糖類 <ul> <li>砂糖混合果糖がとう糖液糖、砂糖混合果糖がとう糖液糖、砂糖混合高果糖液糖及び乳糖</li> <li>食塩</li> <li>たん自加水分解物及び酵母エキス</li> <li>でん粉及びデキストリン</li> </ul>					
添加物	1 国際連合食糧農業機関及び世界保健機関合同の食品規格委員会が定 めた食品添加物に関する一般規格 (CODEX STAN 192-1995, Rev. 7-2006)					

なければならない。ただし、業務用の製品に使用する場合にあっては、この限りでない。

- 1) インターネットを利用し公衆の閲覧に供する方法。
- 2) 冊子, リーフレットその他の一般消費者の目につきやすいものに表示する方法。
- 3) 店舗内の一般消費者の目につきやすい場所に表示する方法。
- 4) 製品に問合せ窓口を明記の上,一般消費者からの求めに応じて当該一般消費者に伝達する方法。

### 4.8 内容量

内容量は、表示重量に適合していなければならない。

# 5 試験方法

## <u>5.1</u> 一般

試験に使用する試薬及び器具は、次による。

- a) 水 JIS K 0557に規定するA2又は同等以上のもの。
- b) 試薬 日本産業規格の特級等の規格に適合するもの。
- c) **アセトニトリル** 高速液体クロマトグラフ用のもの。
- $\frac{1}{1}$   $\frac{1$
- d) 分解促進剤 硫酸カリウム9 gと硫酸銅(Ⅱ) 五水和物1 gを混合したもの。
- e) <u>1~4%ほう酸溶液</u> ほう酸を水で加温溶解し、1000 mL中に10~40 gのほう酸を含むように調製したもの。
- <u>**f**</u> <u>ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合指示薬</u> 95 %エタノール200 mL中にブロモクレゾールグリーン0.15 g及びメチルレッド0.10 gを含むように調製したもの。

注記1 95%エタノールは、1級以上の規格に適合するもの又は同等以上のもの。

g) <u>メチルレッド・メチレンブルー混合指示薬</u> 95%エタノール200 mL中にメチルレッド0.1 g及びメ チレンブルー0.1 gを含むように調製したもの。

注記2 95%エタノールは、1級以上の規格に適合するもの又は同等以上のもの。

- h) エチレンジアミン四酢酸(EDTA) 純度99 %以上で窒素率が記載されたもの。
- i) アスパラギン酸 純度99 %以上で窒素率が記載されたもの。
- j) ガラス製体積計 JIS R 3505に規定するクラスA又は同等以上のもの[5.3.1及び5.4.2 a)に限る。]。
- k) **ろ紙 JIS P 3801**に規定する定量分析用に該当するもの。
- <u>I)</u> 固相抽出ミニカラム 約3 mL容の有機溶媒に耐性の材質のカラム管にジビニルベンゼンと N-ビニルピロリドンの共重合体60 mgを充塡したもの又はこれと同等の分離特性を有するもの(使用の際は、あらかじめメタノール2 mL、水2 mLを順次通過させ、残っている水を排出して

- 3.2の規定に適合するものであって、かつ、その使用条件は同規格3.3 の規定に適合していること。
- **2** 使用量が正確に記録され、かつ、その記録が保管されているものであること。
- 3 1の規定に適合している旨の情報が、一般消費者に次のいずれかの 方法により伝達されるものであること。ただし、業務用の製品に使用 する場合にあっては、この限りでない。
- (1) インターネットを利用し公衆の閲覧に供する方法
- (2) 冊子、リーフレットその他の一般消費者の目につきやすいもの に表示する方法
- (3) 店舗内の一般消費者の目につきやすい場所に表示する方法
- (4) 製品に問合せ窓口を明記の上、一般消費者からの求めに応じて 当該一般消費者に伝達する方法

内 容 量 表示重量

量 表示重量に適合していること。

### (測定方法)

第4条 前条の規格における糖分、食塩分及び全窒素分の測定方法は、次のとおりとする。 (新設) おく。)。

- m) ろ過膜 孔径が0.45 μm又はそれより小さいもので有機溶媒に耐性の材質のもの。
- n)高速液体クロマトグラフ脱気装置,カラム恒温槽及び示差屈折率検出器が備えられているもの。
- <u>o)</u> 加熱ブロック分解装置 分解チューブに沸石2~3個と水50 mLを入れ,あらかじめ400~420 ℃の うち5.4.2 a) 1.2)で使用する温度に設定した加熱ブロックにチューブを設置したとき,2分30秒以 内に沸騰する能力を有するものであって、排気マニホールド付きのもの。
- p) 自動蒸留装置 ケルダール法の水蒸気蒸留を自動で迅速に行う装置(自動蒸留装置と自動滴定装置を組み合わせた装置を含む。)。
- q) 燃焼法全窒素測定装置 次の能力を有するもの。
- 1) 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 ℃以上の操作温度を保持できる燃焼炉を持つこと。
- 2) 熱伝導度検出器による窒素 (N<sub>2</sub>) の測定のために,遊離した窒素 (N<sub>2</sub>) を他の燃焼生成物から 分離できる構造を有すること。
- **3)** 窒素酸化物 (NO<sub>x</sub>) を窒素 (N<sub>2</sub>) に変換する機構を有すること。
- <u>4)</u> <u>ニコチン酸 (純度99%以上のもの) 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</u> 論値 ± 0.15 %であり、相対標準偏差が1.3 %以下であること。
- 5) 塩分濃度の高い(35%程度)試料を測定可能なよう、塩分に対する対策をとっていること。

# 5.2 糖分

### 5.2.1 一般

糖分の測定は、高速液体クロマトグラフを使用する。

#### 5.2.2 混合標準溶液の調製

混合標準溶液の調製は、次による。

- <u>a)</u> あらかじめ減圧乾燥器を用いて60 ℃, 2.7 kPa以下で3時間乾燥させた果糖, ぶどう糖及びしょ糖 をそれぞれ約1gずつ並びに乳糖一水和物約1.1gを正確にはかりとったものを50%エタノールで 100 mL全量フラスコで定容とし、10 mg/mL混合標準溶液とする。
- b) a)を50%エタノールで正確に希釈し, 0.2, 1.0, 2.0, 4.0及び6.0 mg/mL希釈混合標準溶液とする。
- c) はかりとった正確な質量を用いて検量線の各濃度を正確に算出する。

#### 5.2.3 試験溶液の調製

試験溶液の調製は、次による。

- **a)** 試料約5 gを正確にはかりとり、水で50 mL全量フラスコで定容とし、よく振り混ぜる。ろ紙でろ過する。
- b) 固相抽出ミニカラムにろ液2.5 mLを通過させた後、残っているろ液を排出する。次に水2.5 mLを 通過させた後、残っている水を排出する。ミニカラム通過液は全量を25 mL全量フラスコに受け、エ タノールで定容とし、よく振り混ぜる。
- c) ろ過膜でろ過して試験溶液とする。
- 5.2.4 高速液体クロマトグラフの条件

事	項	<u>測</u>	定	方	法			
糖	<u></u> 分							
		算出する。         3       試験溶液の調製         (1)       試料約5g         し、よく振り。       「JIS P 3801         の)でろ過す。       (2)         固相抽出ミ       ム管にジビニ	! を正確に量りと 混ぜる。ろ紙( 」という。)に る。 ニカラム(約 3 : ルベンゼンとN-	り、水で50ml分 日本工業規格P 二規定する定量 ml容の有機溶数 ービニルピロリ	<ul><li>■線の各濃度を正確に</li><li>●量フラスコで定容と</li><li>3801 (1995) (以下</li><li>分析用に該当するも</li><li>基に耐性の材質のカラドンの共重合体60mgと有するもので、あら</li></ul>			

高速液体クロマトグラフの条件は, 次による。

- a) 分析カラム 内径4.6 mm, 長さ250 mmのステンレス管にポリビニルアルコールゲル若しくはシリカゲルにポリアミンを化学結合したものを充填したもの又はこれと同等の分離能力を有するもの。また, 試験を行う測定条件において, 希釈混合標準溶液を測定したときにJIS K 0124に規定する分離度が各糖ともに1.5以上であること, かつ, 試験溶液を測定したときに定量を妨害するピークがないことを確認したもの。
- **b)** 保護カラム 使用する場合には、分析カラムと同じ充塡剤を充塡したもの。
- c) カラム温度 30 ℃付近の一定温度
- d) 移動相 60~80 %のアセトニトリルで混合比が一定のもの。
- **e)** 流速 0.5~1.5 mL/分の一定流速 [d)及びe)を微調整して乳糖標準品の保持時間が10~20分程度となるようにする。]

## <u>5.2.5</u> 計算

糖分は,次により求める。

- <u>A</u>釈混合標準溶液20 μLを高速液体クロマトグラフに注入し、各糖のピーク面積をデータ処理装置 を用いて自動積分法で測定し、濃度とピーク面積について検量線を求める(検量線には原点を含めない。)。
- b) 試験溶液20μLを高速液体クロマトグラフに注入し、各糖のピーク面積をデータ処理装置を用いて自動積分法で測定し、検量線により各糖の濃度を求める。各糖含有量は、次の式によって求める。

各糖含有量(mg/g) = 
$$\frac{A \times 25 \times 20}{W}$$

ここに、A: 検量線から求めた試験液の各糖濃度 (mg/mL)

<u>W:</u> 試料質量 (g)

c) 各糖含有量を合計して全糖含有量を求め、その試料全量に対する百分率を糖分とする。

かじめメタノール2ml、水2mlを順次通過させ、残っている水を排出しておく。) にろ液2.5mlを通過させた後、残っているろ液を排出する。次に水2.5mlを通過させた後、残っている水を排出する。ミニカラム通過液は全量を25ml全量フラスコに受け、エタノールで定容とし、よく振り混ぜる。

- (3) ろ過膜(孔径が0.45 µm又はそれより小さいもので有機溶媒に耐性の材質のもの)でろ過して試験溶液とする。
- 4 高速液体クロマトグラフの条件
- (1) 分析カラム 内径4.6mm、長さ250mmのステンレス管にポリビニルアルコールゲル若しくはシリカゲルにポリアミンを化学結合したものを充塡したもの又はこれと同等の分離能力を有するもの
- (2) 保護カラム
   使用する場合には、分析カラムと同じ充塡剤を充 塡したもの
- (3) カラム温度 30℃付近の一定温度
- (4) 移 動 相 60~80%のアセトニトリル (高速液体クロマトグラフ用のもの) で混合比が一定のもの
- (5) 流 速 0.5~1.5ml/分の一定流速 ((4)及び(5)を微調整して乳糖標準品の保持時間が10~20分程度となるようにする。) 注:試験に用いる分析カラムは、当該試験を行う測定条件において、希釈混合標準溶液を測定したときに日本工業規格K 0124 (2011) に規定する分離度が各糖ともに1.5以上であること、かつ、試験溶液を測定したときに定量を妨害するピークがないことを確認したものを使用すること。
- 5 希釈混合標準溶液20 μ 1を高速液体クロマトグラフに注入し、各糖のピーク面積をデータ処理装置を用いて自動積分法で測定し、濃度とピーク面積について検量線を求める(検量線には原点を含めない。)。
- 6 試験溶液20μ1を高速液体クロマトグラフに注入し、各糖のピーク 面積をデータ処理装置を用いて自動積分法で測定し、検量線により各 糖の濃度を求める。各糖含有量は次式により求める。

各糖含有量  $(mg/g) = A \times 25$  (最終希釈液量)  $\times 20/W$  A:検量線から求めた試験液の各糖濃度 (mg/ml)

W: 試料重量 (g)

7 糖分の計算

各糖含有量を合計して全糖含有量を求め、その試料全量に対する百分比を糖分とする。

- 注1:試験に用いる水は、日本工業規格K 0557 (1998) (以下「JIS K 0557」という。) に規定するA2又は同等以上のものとする。
- 注2:試験に用いる試薬は、日本工業規格の特級等の規格に適合するものとする。

# 5.3 食塩分

# 5.3.1 測定

食塩分の測定は、次による。

- **a) 試験溶液の調製 試料約5gを正確にひょう量皿にはかりとり、500 mL全量フラスコに水で定容と** する。ろ紙でろ過し、試験溶液とする。
- b) 滴定 滴定は, 次のいずれかによる。
- 1) 自動滴定(電位差滴定装置を用いた方法) 試験溶液10 mLを全量ピペットで100 mLビーカー に取り,希硝酸(硝酸10 mLを水で希釈して1 Lとしたもの) 50 mLを加え,さらに1 %ポリオ キシエチレンソルビタンモノラウラート1 mLを全量ピペットを用いて加えて電位差滴定装置に 装着し,振り混ぜながら0.1 mol/L硝酸銀標準溶液で滴定する。装置の操作に従い終点を検出する。試験溶液に替えて水10 mLを用いて同様に操作し空試験を行う。空試験において,終点が検出されない場合には、その滴定値は0 mLとする。
- 2) 手動滴定(比色による目視) 試験溶液10 mLを全量ピペットで200 mL三角フラスコに取り,水50 mLを加え、2 %クロム酸カリウム溶液1 mLを指示薬として加えて、25 mL容褐色ビュレットを用い0.05 mol/L硝酸銀標準溶液で滴定する。試験溶液が微橙色を呈する点を終点とする。試験溶液に替えて水10 mLを用いて同様に操作し空試験を行う。

# 5.3.2 計算

食塩分は、次の式によって求める。

# a) 自動滴定

食塩分 (%) = 
$$\frac{0.005\ 844 \times (T - B) \times F}{W} \times 50 \times 100$$

ここに, T: 本試験における0.1 mol/L硝酸銀標準溶液の滴定値 (mL)

B: 空試験における0.1 mol/L硝酸銀標準溶液の滴定値 (mL)

F: 0.1 mol/L硝酸銀標準溶液のファクター

W: 試料質量 (g)

0.005 844: 0.1 mol/L硝酸銀標準溶液1 mLに相当する食塩の質量(g)

# **b)** 手動滴定

食塩分 (%) = 
$$\frac{0.002\ 922 \times (T - B) \times F}{W} \times 50 \times 100$$

ここに、T: 本試験における0.05 mol/L硝酸銀標準溶液の滴定値 (mL)

B: 空試験における0.05 mol/L硝酸銀標準溶液の滴定値 (mL)

F: 0.05 mol/L硝酸銀標準溶液のファクター

W: 試料質量 (g)

0.002 922: 0.05 mol/L硝酸銀標準溶液1 mLに相当する食塩の質量 (g)

# 食 塩 分

# <u>1</u> 測定の手順

# (1) 試験溶液の調製

<u>試料約5gを正確にひょう量皿に量りとり、500ml全量フラスコに水で定容とする。ろ紙(JISP3801に規定する定量分析用に該</u>当するもの)でろ過し、試験溶液とする。

## (2) 滴定

ア 自動滴定(電位差滴定装置を用いた方法)

試験溶液10mlを全量ピペットで100mlビーカーに取り、希硝酸 (硝酸10mlを水で希釈して1 Lとしたもの) 50mlを加え、さら に1%ポリオキシエチレンソルビタンモノラウラート1mlを全量ピペットを用いて加えて電位差滴定装置に装着し、振り混ぜながら0.1mol/L硝酸銀標準溶液で滴定する。装置の操作に従い終点を検出する。試験溶液に替えて水10mlを用いて同様に操作し空試験を行う。空試験において、終点が検出されない場合には、その滴定値は0mlとする。

イ 手動滴定(比色による目視)

試験溶液10mlを全量ピペットで200ml三角フラスコに取り、水50mlを加え、2%クロム酸カリウム溶液1mlを指示薬として加えて、25ml容褐色ビュレットを用い0.05mol/L硝酸銀標準溶液で滴定する。試験溶液が微橙色を呈する点を終点とする。試験溶液に替えて水10mlを用いて同様に操作し空試験を行う。

# 2 計算

# (1) 自動滴定

食塩分 (%) =0.005844× (T-B) × F/W×50×100

T:本試験における0.1mol/L硝酸銀標準溶液の滴定値 (ml)

B:空試験における0.1mol/L硝酸銀標準溶液の滴定値(ml)

F: 0.1mol/L硝酸銀標準溶液のファクター

W: 試料重量(g)

0.005844: 0.1mol/L硝酸銀標準溶液1mlに相当する食塩の重量(g)

### (2) 手動滴定

食塩分 (%) =  $0.002922 \times (T - B) \times F / W \times 50 \times 100$ 

T:本試験における0.05mol/L硝酸銀標準溶液の滴定値(ml)

B:空試験における0.05mol/L硝酸銀標準溶液の滴定値 (ml)

F: 0.05mol/L硝酸銀標準溶液のファクター

W: 試料重量(g)

0.002922:0.05mol/L硝酸銀標準溶液1mlに相当する食塩の重量(g)

│注1:試験に用いる水は、IIS K 0557に規定するA2又は同等以上のも

# 5.4 全窒素分

### 5.4.1 試料の調製

<u>か粒状のものにあってはそのまま試料とし、粉末状等のものにあっては粉砕器等で水分の変化が起</u> こらないよう粉砕混合し、均質化したものを試料とする。

### <u>5.4.2</u> 測定

測定は、次のいずれかによる。

### a) ケルダール法

### 1) 分解

- 1.1) 試料約0.5gを0.1mgの単位まで正確に薬包紙にはかりとり、250~300mL容ケルダール分解 チューブに薬包紙ごと入れ、分解促進剤10g及び硫酸15mLを加え、あらかじめ保温しておい た加熱ブロック分解装置に設置する。
- **1.2)** 最初は200 ℃で加熱し、30~40分経過して泡立ちが収まったら400~420 ℃にする。分解液が 青色透明になっているのを確認した後、約60分間そのまま加熱する。
- 1.3) 加熱終了後室温まで放冷し、分解液に水20 mLを加え、振り混ぜる。
  - 注記1 分解終了後に加える水の量が20 mL以上の場合は、加える水の量が20 mL以上50 mL 以下の場合にあっては5.4.2 a) 2)の分解液に加える水の量を調整して合計量を50 mL とするものとし、加える水の量が50 mLを超える場合にあってはあらかじめ硫酸ア ンモニウム等を用いて蒸留操作を行い、アンモニアが十分に回収される蒸留時間を 確認するものとする。
- **1.4)** 空試験として,薬包紙のみを分解チューブに入れ, **1.1)~1.3)**の操作を同様に行う。
- 2) 蒸留 自動蒸留装置の操作方法に従って蒸留する。5.4.2 a) 3.1)のビュレットを用いる滴定を行う場合は、0.3 g以上のほう酸を含む量の1~4%ほう酸溶液及びブロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合指示薬2~3滴を捕集液として加えた300 mL容三角フラスコを留液流出口が液中に浸るように置く。分解液に水30 mL及び24 g以上の水酸化ナトリウムを含む量の25~45 %水酸化ナトリウム溶液を加えてアルカリ性とし、蒸留する。留液が150 mL以上得られるまで蒸留を行う。留液流出口を液面から離し、少量の水で先端を洗い込む。5.4.2 a) 3.2)の自動滴定装置を用いる滴定を行う場合は、捕集液として0.3 g以上のほう酸を含む量の1~4 %ほう酸溶液に、ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合指示薬者しくはメチルレッド・メチレンブルー混合指示薬を加えた溶液又は指示薬を加えない溶液(指示薬を使用しない自動滴定装置を用いる場合に限る。)を用いる。空試験で得られた分解液についても、同様に蒸留する。

<u>注記2</u> 蒸留時に用いる水酸化ナトリウム溶液は、蒸留終了時にアルカリ性になることが確認可能であれば規定量以下とすることができるが、この場合であっても試料分解液及び空試験試料分解液において同量の水酸化ナトリウム溶液を加えるものとする。

のとする。

注2:試験に用いる試薬は、日本工業規格の特級等の規格に適合するものとする。

注3:試験に用いるガラス製体積計は、日本工業規格R 3505 (1994) (以下「JIS R 3505」という。) に規定するクラスA又は同等以 上のものとする。

### 全 窒 素 分

ケルダール法又は燃焼法により測定する。

## 1 試料の調製

<u>か粒状のものにあってはそのまま試料とし、粉末状等のものにあっては粉砕器等で水分の変化が起こらないよう粉砕混合し、均質化した</u>ものを試料とする。

- 2 ケルダール法の場合
- (1) 測定の手順

#### ア分解

- (7) 試料約0.5gを0.1mgの単位まで正確に薬包紙に量りとり、250~300m1容ケルダール分解チューブに薬包紙ごと入れ、分解促進剤(硫酸カリウム9gと硫酸銅(Ⅱ)五水和物1gを混合したもの。以下同じ。)10g及び硫酸15m1を加え、あらかじめ保温しておいた加熱ブロック分解装置(分解チューブに沸石2~3個と水50m1を入れ、あらかじめ400~420℃のうち(イ)で使用する温度に設定した加熱ブロックにチューブを設置したとき、2分30秒以内に沸騰する能力を有するものであって、排気マニホールド付きのもの)に設置する。
- (4) 最初は200℃で加熱し、30~40分経過して泡立ちが収まったら400~420℃にする。分解液が青色透明になっているのを確認した後、約60分間そのまま加熱する。
- (ウ) 加熱終了後室温まで放冷し、分解液に水20m1を加え、振り 混ぜる。
- (エ) 空試験として、薬包紙のみを分解チューブに入れ、(ア)から(0)までの操作を同様に行う。

#### イ 蒸留

自動蒸留装置(ケルダール法の水蒸気蒸留を自動で迅速に行う装置(自動蒸留装置と自動滴定装置を組み合わせた装置を含む。)をいう。)の操作方法に従って蒸留する。ウの(ア)のビュレットを用いる滴定を行う場合は、0.3g以上のほう酸を含む量の1~4%ほう酸溶液(ほう酸を水で加温溶解し、1000ml中に10~40gのほう酸を含むように調製したもの。以下同じ。)及びブロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合指示薬(95%エタノール200ml中にブロモクレゾールグリーン0.15g及びメチ

- 注記3 混合指示薬の調製方法が異なる場合は、あらかじめ硫酸アンモニウム等を用いて蒸留から滴定までの操作を行い、アンモニアが十分に回収されることを確認するものとする。
- **3) 滴定** 滴定は、次のいずれかによる。
- 3.1) 手動滴定 留液を0.05 mol/L硫酸で25 mL又は50 mL容ビュレットを用いて滴定する。留液が緑色から汚無色を経て微灰赤色を呈したところを終点とする。滴定値は0.01 mLまで記録する。空試験で得られた留液についても、同様に滴定する。
- 3.2) 自動滴定 自動滴定装置 (滴定の終点の判定を自動で行う装置で,20 mL以上のビュレット 容量を有するもの) の操作方法に従い,留液を0.05 mol/L又は0.1 mol/Lの硫酸で滴定する。空 試験で得られた留液についても,同様に滴定する。
- 4) 計算 全窒素分は、次の式によって求める。なお、空試験の滴定において、1滴で明らかに終 点を超える色を呈したときは、空試験の滴定値を0 mLとする。

全窒素分(%) = 
$$\frac{(T-B) \times F \times M \times A \times 2}{1000 \times W} \times 100$$

ここに, T: 試料溶液の滴定に要した滴定液の体積(mL)

B: 空試験の滴定に要した滴定液の体積 (mL)

F: 滴定に用いた硫酸のファクター

M: 窒素の原子量 14.007

*A*: 滴定に用いた硫酸の濃度 (mol/L)

<u>W:</u> 試料質量 (g)

## b) 燃焼法

- 1) 測定 測定は, 次による。
- 1.1) 燃焼法全窒素測定装置の操作方法に従って検量線作成用標準品 [エチレンジアミン四酢酸 (EDTA), アスパラギン酸又は他の同純度の標準品 (ニコチン酸を除く。) を用いる。] を 0.1 mg以下の単位まで正確にはかりとり,装置に適した方法で測定し,検量線を作成する。
- 1.2) 試料約100~500 mgを0.1 mgの単位まで正確にはかりとり、装置に適した方法で測定する。
- **2) 計算 1.2)**で測定した結果について**1.1)**で作成した検量線を用いて全窒素分(%)を求める。

ルレッド0.10gを含むように調製したもの。以下同じ。)2~3滴を捕集液として加えた300m1容三角フラスコを留液流出口が液中に浸るように置く。分解液に水30m1及び24g以上の水酸化ナトリウムを含む量の25~45%水酸化ナトリウム溶液を加えてアルカリ性とし、蒸留する。留液が150m1以上得られるまで蒸留を行う。留液流出口を液面から離し、少量の水で先端を洗い込む。ウの(イ)の自動滴定装置を用いる滴定を行う場合は、捕集液として0.3g以上のほう酸を含む量の1~4%ほう酸溶液に、ブロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合指示薬若しくはメチルレッド・メチレンブルー混合指示薬(95%エタノール200m1中にメチルレッド0.1g及びメチレンブルー0.1gを含むように調製したもの)を加えた溶液又は指示薬を加えない溶液(指示薬を使用しない自動滴定装置を用いる場合に限る。)を用いる。

空試験で得られた分解液についても、同様に蒸留する。

### ウ 滴定

(ア) 手動滴定による場合

留液を0.05mol/L硫酸で25ml又は50ml容ビュレットを用いて滴定する。留液が緑色から汚無色を経て微灰赤色を呈したところを終点とする。滴定値は0.01mlまで記録する。空試験で得られた留液についても、同様に滴定する。

(イ) 自動滴定による場合

自動滴定装置(滴定の終点の判定を自動で行う装置で、20ml 以上のビュレット容量を有するもの)の操作方法に従い、留 液を0.05mol/L又は0.1mol/Lの硫酸で滴定する。空試験で 得られた留液についても、同様に滴定する。

#### (2) 計算

 $\underline{\text{2}$ 室素分(%) = ((T-B) × F × M × A × 2) / (1000 × W) × 100

T: 試料溶液の滴定に要した滴定液の体積 (ml)

B:空試験の滴定に要した滴定液の体積(ml)

F:滴定に用いた硫酸のファクター

M:窒素の原子量 14.007

A:滴定に用いた硫酸の濃度 (mol/L)

W: 試料重量(g)

<u>注1</u>: 試験に用いる水は、JIS K 0557に規定するA 2 又は同等以上のも のとする。

注2:試験に用いる試薬は、日本工業規格の特級等の規格に適合するもの又は同等以上のものとする。95%エタノールは、1級以上の規格に適合するもの又は同等以上のものとする。

- 注3:試験に用いるガラス製体積計は、JIS R 3505に規定するクラスA 又は同等以上のものとする。
- <u>注4</u>:空試験の滴定で1滴で明らかに終点を超える色を呈したときは、 空試験の滴定値を0mlとする。
- 注5:アの(ウ)の分解終了後に加える水の量が20m1以上の場合は、加える水の量が20m1以上50m1以下の場合にあってはイの分解液に加える水の量を調整して合計量を50m1とするものとし、加える水の量が50m1を超える場合にあってはあらかじめ硫酸アンモニウム等を用いて蒸留操作を行い、アンモニアが十分に回収される蒸留時間を確認するものとする。
- 注6:蒸留時に用いる水酸化ナトリウム溶液は、蒸留終了時にアルカリ性になることが確認可能であれば規定量以下とすることができるが、この場合であっても試料分解液及び空試験試料分解液において同量の水酸化ナトリウム溶液を加えるものとする。
- 注7: 混合指示薬の調製方法が異なる場合は、あらかじめ硫酸アンモニウム等を用いて蒸留から滴定までの操作を行い、アンモニアが十分に回収されることを確認するものとする。
- 3 燃焼法の場合
- (1) 燃焼法全窒素測定装置は、次のアからオまでの能力を有するものとする。
  - ア 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℃以上の操作温度を保持できる燃焼炉を持つこと。

  - ウ <u>窒素酸化物(NOx)を窒素(N2)に変換する機構を有すること。</u>
  - エ ニコチン酸 (純度99%以上のもの) 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、相対標準偏差が1.3%以下であること。
  - <u>オ</u> <u>塩分濃度の高い(35%程度)試料を測定可能なよう、塩分に</u> 対する対策をとっていること。
- (2) 測定の手順
- ア 装置の操作方法に従って検量線作成用標準品(エチレンジアミン四酢酸(EDTA)(純度99%以上で窒素率が記載されたもの)、アスパラギン酸(純度99%以上で窒素率が記載されたもの)又は他の同純度の標準品(ニコチン酸を除く。)を用いる。)を0.1mg以下の単位まで正確に量りとり、装置に適した方法で測定し、検量線を作成する。
- <u>イ</u> <u>試料約100~500mgを0.1mgの単位まで正確に量りとり、装置に</u>

 
 (削る)
 適した方法で測定する。

 (3) 計算 (2)のイで測定した結果について(2)のアで作成した検量線を用いて全窒素分(%)を算出する。

 (削る)
 算

 式

 (使用する粉末の風味原料の重量(g)×使用する粉末の風味原料の固乾物含有率(%)+使用する抽出濃縮物の風味原料の重量(g)×使用する抽出濃縮物の風味原料の固乾物含有率(%))

 1
 ×100

 製品の内容量(g)