○醸造酢の日本農林規格(昭和54年6月8日農林水産省告示第801号)

(下線部分は改正部分)

 
 改正後
 改正前

 日本農林規格
 JAS 0801 : 2019
 醸造酢の日本農林規格

#### 醸造酢

### Brewed vinegar

#### 1 適用範囲

この規格は、醸造酢の品質について規定する。

### 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 0557 用水・排水の試験に用いる水

JIS R 3505 ガラス製体積計

# 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。

#### 3.1

#### 醸造酢

次のいずれかのもの。

- a) 穀類(酒かす等の加工品を含む。以下同じ。),果実(果実の搾汁,果実酒等の加工品を含む。以下同じ。),野菜(野菜の搾汁等の加工品を含む。以下同じ。),その他の農産物(さとうきび等及びこれらの搾汁を含む。以下同じ。)若しくは蜂蜜を原料としたもろみ又はこれにアルコール若しくは砂糖類を加えたものを酢酸発酵させた液体調味料であって,かつ,氷酢酸又は酢酸を使用していないもの。
- **b)** アルコール又はこれに穀類を糖化させたもの、果実、野菜、その他の農産物若しくは蜂蜜を加えたものを酢酸発酵させた液体調味料であって、かつ、氷酢酸又は酢酸を使用していないもの。
- c) a)及びb)を混合したもの。
- **d) a)**, **b)**又は**c)**に砂糖類, 酸味料(氷酢酸及び酢酸を除く。), 調味料(アミノ酸等), 食塩等(香辛料を除く。)を加えたものであって, かつ, 不揮発酸, 全糖又は全窒素の含有率(それぞれ酸度を4.0%に換算したときの含有率をいう。)が, それぞれ1.0%, 10.0%又は0.2%未満のもの。

(適用の範囲)

第1条 この規格は、醸造酢に適用する。

(新設)

(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>

| <u>用</u>   | 語  | <u>定</u>  | <u>義</u>                              |
|------------|----|---|---------------------------------------|
| <b>養</b> 造 | 齊生 | 汁、果実酒等の加工品を含む。以加工品を含む。以下同じ。)、それらの搾汁を含む。以下同じ。)はこれにアルコール若しくは砂糖体調味料であって、かつ、氷酢酸2アルコール又はこれに穀類を制の農産物若しくは蜂蜜を加えたあって、かつ、氷酢酸又は酢酸を31及び2を混合したもの | 野化させたもの、果実、野菜、その他<br>ものを酢酸発酵させた液体調味料で |

<u>3.2</u>

#### 穀物酢

**醸造酢 (3.1)** のうち,原材料として1種又は2種以上の穀類を使用したもの(穀類及び果実以外の農産物並びに蜂蜜を使用していないものに限る。)で,その使用総量が**醸造酢 (3.1)** 1 Lにつき40 g以上であるもの。

3.3

## 果実酢

**醸造酢 (3.1)** のうち、原材料として1種又は2種以上の果実を使用したもの(穀類及び果実以外の 農産物並びに蜂蜜を使用していないものに限る。)で、その使用総量が**醸造酢 (3.1)** 1 Lにつき果実の 搾汁として300 g以上であるもの。

3.4

# 米黒酢

穀物酢(3.2)のうち、原材料として米(玄米のぬか層の全部を取り除いて精白したものを除く。以下3.4において同じ。)又はこれに小麦若しくは大麦を加えたもののみを使用したもので、米の使用量が穀物酢(3.2)1Lにつき180g以上であって、かつ、発酵及び熟成によって褐色又は黒褐色に着色したもの。

<u>3.5</u>

米酢

**穀物酢 (3.2)** のうち,米の使用量が**穀物酢 (3.2)** 1Lにつき40g以上のもの [米黒酢 (3.4) を除く。〕。

3.6

<u>りんご酢</u>

**果実酢 (3.3)** のうち, りんごの搾汁の使用量が**果実酢 (3.3)** 1 Lにつき300 g以上のもの。

3.7

ぶどう酢

果実酢 (3.3) のうち、ぶどうの搾汁の使用量が果実酢 (3.3) 1 Lにつき300 g以上のもの。

# 4 品質

# 4.1 性状

性状は、固有の色沢を有し、香味が良好であり、かつ、異味異臭があってはならない。

# 4.2 酸度

酸度は, 6.2によって試験したとき, 4.0 % (穀物酢にあっては4.2 %, 果実酢にあっては4.5 %) 以上とする。ただし,業務用の製品にあっては,それぞれの数値以上,かつ,表示酸度に適合していなければならない。

4.3 無塩可溶性固形分 (原材料として1種類の穀類、果実、野菜、その他の農産物又は蜂蜜のみを使用した製品及び米黒酢並びに業務用の製品であって砂糖類、アミノ酸液及び添加物を使用していない

|              | 料 (アミノ酸等)、食塩等 (香辛料を除く。) を加えたものであって、かつ、不揮発酸、全糖又は全窒素の含有率 (それぞれ酸度を4.0%に換算したときの含有率をいう。) が、それぞれ1.0%、10.0%又は0.2%未満のもの                             |
|--------------|---|
| 穀 物 酢        | 醸造酢のうち、原材料として1種又は2種以上の穀類を使用したもの<br>(穀類及び果実以外の農産物並びに蜂蜜を使用していないものに限<br>る。)で、その使用総量が醸造酢1Lにつき40g以上であるものをい<br>う。                                 |
| 果 実 酢        | 醸造酢のうち、原材料として1種又は2種以上の果実を使用したもの<br>(穀類及び果実以外の農産物並びに蜂蜜を使用していないものに限<br>る。)で、その使用総量が醸造酢1Lにつき果実の搾汁として300g以上<br>であるものをいう。                        |
| <u>米</u> 酢   | 穀物酢のうち、米の使用量が穀物酢1Lにつき40g以上のもの(米黒酢<br>を除く。)をいう。  |
| <u>米 黒 酢</u> | 穀物酢のうち、原材料として米(玄米のぬか層の全部を取り除いて精白したものを除く。以下この項において同じ。)又はこれに小麦若しくは大麦を加えたもののみを使用したもので、米の使用量が穀物酢1Lにつき180g以上であって、かつ、発酵及び熟成によって褐色又は黒褐色に着色したものをいう。 |
| り ん ご 酢      | 果実酢のうち、りんごの搾汁の使用量が果実酢1Lにつき300g以上のものをいう。   |
| ぶ ど う 酢      | 果実酢のうち、ぶどうの搾汁の使用量が果実酢1Lにつき300g以上のものをいう。   |

# (醸造酢の規格)

第3条 醸造酢の規格は、次のとおりとする。

| 区 分 | 基   | <u>準</u>      |
|-----|---|---------------|
| 性   | 固有の色沢を有し、香味が良好であり、                          | かつ、異味異臭がないこと。 |
| 酸度  | 4.0%(穀物酢にあっては4.2%、果実酢<br>と。ただし、業務用の製品にあっては、 |               |

# ものを除く。)

無塩可溶性固形分は, 6.3によって試験したとき, 次による。

- **a) 穀物酢** 1.3 %以上8.0 %以下 (米酢にあっては, 1.5 %以上8.0 %以下。ただし, 砂糖類, アミノ酸液及び添加物を使用していない米酢にあっては, 1.5 %以上9.8 %以下) とする。
- **b) 果実酢** 1.2 %以上5.0 %以下(りんご酢にあっては,1.5 %以上5.0 %以下)とする。
- c) 穀物酢及び果実酢以外の醸造酢 1.2 %以上4.0 %以下とする。
- **d) 希釈して使用されるもの** 穀物酢にあっては酸度を4.2%に調製したとき**a**)に規定する数値,果 実酢にあっては酸度を4.5 %に調製したとき**b**)に規定する数値,穀物酢及び果実酢以外の醸造酢 にあっては酸度を4.0 %に調製したとき**c**)に規定する数値。
- 4.4 全窒素分(米黒酢に限る。)

全窒素分は, **6.4**によって試験したとき, 0.12 %以上とする。

4.5 着色度(米黒酢に限る。)

着色度は、6.5によって試験したとき、0.30以上とする。

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) 穀類,果実,野菜,その他の農産物及び蜂蜜
- **b)** アルコール (でん粉,砂糖類等炭水化物をアルコール発酵させて得た液を蒸留して製造したものに限る。)
- c) 砂糖類, 食塩及びアミノ酸液
- 4.7 添加物

添加物は、次による。

- **a)** CODEX STAN 192 3.2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。ただし、米黒酢にあっては一切使用してはならない。
- 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、表示量に適合していなければならない。

|   | <u>示酸度に適合していること。</u>  |
|---|---|
| 無塩可溶性固形分<br>(原材料として1種<br>類の穀類、果実、野<br>菜、その他の農産物<br>又は蜂蜜のみを使用<br>した製品及び米黒酢<br>並びに業務用の製品<br>であって砂糖類、ア<br>ミノ酸液及び添加物<br>を使用していないも<br>のを除く。) | 1 穀物酢         1.3%以上8.0%以下(米酢にあっては、1.5%以上8.0%以下。ただし、砂糖類、アミノ酸液及び添加物を使用していない米酢にあっては、1.5%以上9.8%以下)であること。         2 果実酢         1.2%以上5.0%以下(りんご酢にあっては、1.5%以上5.0%以下)であること。         3 穀物酢及び果実酢以外の醸造酢         1.2%以上4.0%以下であること。         4 希釈して使用されるもの穀物酢にあっては酸度を4.2%に調製したとき1に規定する数値、果実酢にあっては酸度を4.5%に調製したとき2に規定する数値、穀物酢及び果実酢以外の醸造酢にあっては酸度を4.0%に調製したとき3に規定する数値 |
| 全窒素分(米黒酢に<br>限る。)   | 0.12%以上であること。   |
| 着色度(米黒酢に限<br>る。)  | 0.30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       穀類、果実、野菜、その他の農産物及び蜂蜜         2       アルコール(でん粉、砂糖類等炭水化物をアルコール発酵させて得た液を蒸留して製造したものに限る。)         3       砂糖類、食塩及びアミノ酸液   |
| <u>添</u> 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) 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。ただし、米黒酢にあっては一切使用していないこと。 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   |

## 5 表示事項,表示の方法及び表示の方式等(業務用の製品に限る。)

食品表示基準(平成27年内閣府令第10号)の規定に従うほか、内容物の酸度について、小数第1位までの数値により、パーセントの単位で単位を明記して、容器若しくは包装の見やすい箇所又は送り状に記載していなければならない。

# 6 試験方法

#### 6.1 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。
- <u>☆解促進剤</u> 硫酸カリウム9 gと硫酸銅(Ⅱ) 五水和物1 gを混合し、乳鉢で細かく砕き均一にしたもの。
- **d)** 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200 mL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を含むよう調製したもの。
- e) グリシン 純度99 %以上で窒素率が記載されたもの。
- **f) 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。
- g) 電位差滴定装置 電極は,指示電極に銀電極,参照電極に銀-塩化銀電極を用いるか,複合型銀電極を用いたもの (6.3に限る。)。
- **h) 出力可変式分解台** <u>ビーカーに沸石2~3個と水100 mLを入れ、最大出力で10分間予熱した熱源に</u> 載せたとき、5分以内に沸騰する能力を有するもの。
- i) 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 ℃に設定した加熱ブロックにチューブを載せたとき、2分30秒以内に沸騰する能力を有するもの。
- j) <u>自動蒸留装置</u> ケルダール法の水蒸気蒸留を自動で迅速に行う装置(自動蒸留装置及び自動滴定 装置を組み合わせた装置を含む。)。
- k) 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 (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

|  | (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  | 表示量に適合していること。   |
| 表示事項、表示の方<br>法及び表示の方式等<br>(業務用の製品に限<br>る。)  食品表示基準 (平成27年内閣府令第10号) の規定に従うほか、内容<br>酸度について、小数第1位までの数値により、パーセントの単位で<br>を明記して、容器若しくは包装の見やすい箇所又は送り状に記載し<br>ること。 |   |

(測定方法)

第4条 前条の規格における酸度、無塩可溶性固形分、全窒素分及び着色度の測定方法は、次のとおりとする。

(新設)

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。
- **4)** <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。

#### 6.2 酸度

#### 6.2.1 試料の調製

<u>200 mL程度の容器に試料3~10 mL(6.2.3</u>に用する水酸化ナトリウム標準液が10~20 mLとなる試料量とする。)を全量ピペットで正確にはかりとり、二酸化炭素を含まない水100 mLを加えて試料溶液とする。

# <u>6.2.2</u> 水素イオン指数 (pH) 計の校正

pH計の校正を, pH標準液を用いてpH8.2を挟む2点以上で行う。

## 6.2.3 滴定

適定は、次のいずれかによる。なお、揮発性の酸性物質の揮発を防ぐため、試料採取後30分以内に 滴定を行う。

a) pH計を用いた手動滴定 pH計のガラス電極を試料溶液中に挿入し、振り混ぜながら0.5 mol/L水酸化ナトリウム標準溶液で滴定する。終点はpH8.2±0.3とし、その範囲内のpHが30秒以上持続することを確認する。また、試料を加えず、同様に滴定を行い、空試験を行う。

**注記** 終点判断の目安として試験液にフェノールフタレイン指示薬を加えてもよい。

b) 自動滴定(電位差滴定装置を用いた方法) 電位差滴定装置の操作方法に従い、pH8.2が終点と なるように設定する。電極を試料溶液中に挿入し、かき混ぜながら0.5 mol/L水酸化ナトリウム標 準溶液で滴定する。また、試料を加えず、同様に滴定を行い、空試験を行う。

#### 6.2.4 計算

酸度は、酢酸換算値とし、次の式によって求める。

酸度 (%) = 
$$\frac{0.03 \times (T - B) \times F}{V} \times 100$$

ここに、T: 試料における0.5 mol/L水酸化ナトリウム標準溶液の滴定量 (mL)

B: 空試験における0.5 mol/L水酸化ナトリウム標準溶液の滴定量(mL)

F: 0.5 mol/L水酸化ナトリウム標準溶液のファクター

V: 試料採取量 (mL)

0.03: 0.5 mol/L水酸化ナトリウム溶液1 mLに相当する酢酸の質量(g)

|     | ]   |  |
|-----|---|--|
| 事 項 | 測 定 方 法   |  |
| 酸 度 | 1 試料の調製 200ml程度の容器に試料3~10ml (3の滴定に用する水酸化ナトリウム標準液が10~20mlとなる試料量とする。)を全量ピペットで正確に量りとり、二酸化炭素を含まない水100mlを加えて試料溶液とする。 2 水素イオン指数 (pH) 計の校正 pH標準液を用いてpH8.2を挟む2点以上で校正を行う。 3 滴定 (1) pH計を用いた手動滴定 pH計のガラス電極を試料溶液中に挿入し、振り混ぜながら0.5 mol/L水酸化ナトリウム標準溶液で滴定する。終点はpH8.2±0.3とし、その範囲内のpHが30秒以上持続することを確認する。試料を加えず、同様に滴定を行い、空試験を行う。 (2) 自動滴定 (電位差滴定装置を用いた方法) 電位差滴定装置の操作方法に従い、pH8.2が終点となるように設 |  |
|     | <ul> <li>定する。電極を試料溶液中に挿入し、かき混ぜながら0.5mol/L<br/>水酸化ナトリウム標準溶液で滴定する。試料を加えず、同様に滴<br/>定を行い、空試験を行う。</li> <li>計算<br/>酢酸換算値とし、次の算式によって算出した百分比を酸度とする。<br/>酸度(%)=0.03×(T-B)×F/V×100</li> <li>T:試料における0.5mol/L水酸化ナトリウム標準溶液の滴定量<br/>(ml)</li> <li>B:空試験における0.5mol/L水酸化ナトリウム標準溶液の滴定量<br/>量(ml)</li> </ul>   |  |
|     | 重(ml)         F:0.5mol/L水酸化ナトリウム標準溶液のファクター         V:試料採取量(ml)         0.03:0.5mol/L水酸化ナトリウム溶液1mlに相当する酢酸の重量(g)         注1:試験に用いる水は、日本産業規格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、日本産業規格の特級等の規格に適合するも  |  |

のとする。

# 6.3 無塩可溶性固形分

## 6.3.1 可溶性固形分の測定

試料10 mLを、あらかじめひょう量した径50 mmのガラスひょう量管又は平底白金皿にはかり とり、水浴上で蒸発乾固し、更に水を加えて蒸発乾固する操作を3回繰り返した後、105 ℃で恒量に達 するまで乾燥してひょう量し、試料容量に対する百分率を可溶性固形分とする。

## 6.3.2 食塩分の測定

# 6.3.2.1 測定の手順

食塩分の測定の手順は、次のいずれかによる。ただし、6.3.2.1 b)にあっては、終点の判断が困難な 着色試料には適用しない。

- a) 自動滴定(電位差滴定装置を用いた方法) 試料3~10 mLを全量ピペットで100 mL又は200 mL ビーカーにとり、電極が浸る高さまで水を加え、電位差滴定装置に装着し、かき混ぜながら0.1 mol/L硝酸銀溶液で滴定する。滴定装置の操作に従い終点を検出する。終点が検出されないとき は、その滴定値は0 mLとする。
- b) モール法による比色滴定 試料3~10 mLを全量ピペットで磁製蒸発皿又は200 mL三角フラスコに とり、0.25 mol/L 炭酸ナトリウム溶液を加えてpH6.5~10にした後、指示薬として2 %クロム酸カ リウム溶液1 mLを加え, 0.1 mol/L硝酸銀溶液で滴定する。液の色が微橙色又はわずかに赤褐色 になる点を終点とする。1滴で明らかに終点を超える色を呈したときは、その滴定値は0 mLとす る。

## 6.3.2.2 計算

食塩分は、次の式によって求める。

食塩分 (%) = 
$$\frac{0.005\ 844 \times T \times F}{V} \times 100$$

ここに、T: 滴定に要した0.1 mol/L硝酸銀溶液の体積 (mL)

F: 0.1 mol/L硝酸銀溶液のファクター

V: 試料採取量 (mL)

0.005 844: 0.1 mol/L硝酸銀溶液1 mLに相当する塩化ナトリウムの質量(g)

#### 6.3.3 無塩可溶性固形分の算出

無塩可溶性固形分は、可溶性固形分(6.3.1参照)から食塩分(6.3.2参照)を差し引いて得た値とす る。

- 注3:試験に用いるガラス製体積計は、日本産業規格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。
- 注4:pH計を用いる滴定の場合、終点判断の目安として試験液にフェ ノールフタレイン指示薬を加えてもよい。
- 注5:揮発性の酸性物質の揮発を防ぐため、試料採取後30分以内に滴定 を行う。

# 無塩可溶性固形分 1 可溶性固形分の測定

試料10mlを、あらかじめひょう量した径50mmのガラスひょう量管又 は平底白金皿に量りとり、水浴上で蒸発乾固し、更に水を加えて蒸発 乾固する操作を3回繰り返した後、105℃で恒量に達するまで乾燥し てひょう量し、試料容量に対する百分比を可溶性固形分とする。

# 2 食塩分の測定

# (1) 測定の手順

ア 自動滴定(電位差滴定装置を用いた方法)

試料3~10mlを全量ピペットで100ml又は200mlビーカーにと り、電極が浸る高さまで水を加え、電位差滴定装置に装着し、 かき混ぜながら0.1mol/L硝酸銀溶液で滴定する。滴定装置の 操作に従い終点を検出する。終点が検出されないときは、その 滴定値は0mlとする。

#### イ モール法による比色滴定

試料3~10mlを全量ピペットで磁製蒸発皿又は200ml三角フラ スコにとり、0.25mo1/L炭酸ナトリウム溶液を加えてpH6.5~ 10にした後、指示薬として2%クロム酸カリウム溶液1mlを加 え、0.1mol/L硝酸銀溶液で滴定する。液の色が微橙色又はわ ずかに赤褐色になる点を終点とする。1滴で明らかに終点を超 える色を呈したときは、その滴定値は0mlとする。

#### (2) 計算

食塩分 (%) =0.005844×T×F/V×100

T:滴定に要した0.1mol/L硝酸銀溶液の体積(ml)

F: 0.1mol/L硝酸銀溶液のファクター

V: 試料採取量 (ml)

0.005844:0.1mol/L硝酸銀溶液1mlに相当する塩化ナトリウ ムの重量 (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 のとする。
- 注2:試験に用いる試薬は、日本産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、IIS R 3505に規定するクラスA

# 6.4 全窒素分

## 6.4.1 一般

全窒素分は、ケルダール法又は燃焼法により測定する。

#### 6.4.2 ケルダール法

# 6.4.2.1 測定の手順

測定の手順は、次による。

- a) 試料の分解 試料の分解は、次のいずれかによる。
- 1) 出力可変式分解台を用いる場合
- 1.1) 300 mLケルダールフラスコに試料5~15 mL「6.4.2.1 c)に用する硫酸標準液が10~25 mLとな る試料量とする。以下同じ。〕を全量ピペットで正確に採取し、分解促進剤約10 g及び硫酸 約15 mLを加える。よく振り混ぜながら30 %過酸化水素水約10 mLを静かに加え、あらかじめ 保温しておいた分解台の熱源の上に設置する。
- **1.2)** はじめは200  $\mathbb{C}$ で加熱し、泡立ちが収まったら、徐々に400  $\mathbb{C}$ にする。分解液が清澄になった 後、そのまま90~120分間加熱する。
- 1.3) 分解終了後,室温まで放冷し水約70~100 mLを加えて分解物を溶解する。
- **1.4)** 1.1)~1.3)の操作を試料を入れずに同様に行う(空試験)。
- 2) 加熱ブロック分解装置を用いる場合
- **2.1)** 250~300 mLケルダール分解チューブに試料5~15 mLを全量ピペットで正確に採取し、分解 促進剤10 g及び硫酸約15 mLを加える。よく振り混ぜながら30 %過酸化水素水約10 mLを静か に加え、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。
- **2.2)** はじめは200  $\mathbb{C}$ で加熱し、泡立ちが収まったら、徐々に400  $\mathbb{C}$ にする。分解液が清澄になった 後、そのまま90~120分間加熱する。
- 2.3) 2.1)及び2.2)の操作を試料を入れずに同様に行う(空試験)。
- b) 蒸留 蒸留は, 次による。
- 1) 水蒸気蒸留装置を用いる場合 [試料の分解をa) 1)で行う場合] 容量300 mL以上の留液捕集容 器(以下"捕集容器"という。) に1~4 %ほう酸溶液30 mLを入れ、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滴を加え、これを留液流出口が溶液中に浸るように置く。分 解液の入ったケルダールフラスコを蒸留装置に接続し、中和用25~45%水酸化ナトリウム溶液 (水酸化ナトリウムとして28 g以上を含む。)を加えて蒸留し、留液が約100 mL以上になるま で蒸留する。留液流出口を液面から離し、少量の水で先端を洗い込む。
- 2) 自動蒸留装置を用いる場合[試料の分解をa) 2)で行う場合] 装置の操作方法に従い蒸留す る。捕集容器に1~4%ほう酸溶液20~50 mL及びブロモクレゾールグリーン・メチルレッド混

又は同等以上のものとする。

- 注4:自動滴定装置の電極は、指示電極に銀電極、参照電極に銀一塩化 銀電極を用いるか、複合型銀電極を用いる。
- 注5:モール法による比色滴定は、終点の判断が困難な着色試料には滴 用しない。
- 3 無塩可溶性固形分の算出 無塩可溶性固形分(%)=可溶性固形分(%)-食塩分(%)

全 室 素 分 ケルダール法又は燃焼法により測定する。

- 1 ケルダール法
- (1) 測定の手順
  - ア 試料の分解
  - (ア) 出力可変式分解台(ビーカーに沸石2~3個と水100mlを 入れ、最大出力で10分間予熱した熱源に載せたとき、5分以 内に沸騰する能力を有するものをいう。) を用いる場合
    - a 300mlケルダール分解フラスコに試料5~15ml(ウの滴 定に用する硫酸標準液が10~25m1となる試料量とする。以 下同じ。) を全量ピペットで正確に採取し、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、乳鉢で細かく砕き均一にしたものをいう。以下同 じ。)約10g及び硫酸約15mlを加える。よく振り混ぜなが ら30%過酸化水素水約10mlを静かに加え、あらかじめ保温 しておいた分解台の熱源の上に設置する。
    - b はじめは200℃で加熱し、泡立ちが収まったら、徐々に 400℃にする。分解液が清澄になった後、そのまま90~120 分間加熱する。
    - c 分解終了後、室温まで放冷し水約70~100mlを加えて分 解物を溶解する。
    - d aからcまでの操作を試料を入れずに同様に行う(空試
  - (イ) 加熱ブロック分解装置(分解チューブに沸石2~3個と水 50mlを入れ、あらかじめ400℃に設定した加熱ブロックにチ ューブを載せたとき、2分30秒以内に沸騰する能力を有する ものをいう。) を用いる場合
    - a 250~300mlケルダール分解チューブに試料5~15mlを全 量ピペットで正確に採取し、分解促進剤10g及び硫酸約15 mlを加える。よく振り混ぜながら30%過酸化水素水約10ml を静かに加え、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。
    - b はじめは200℃で加熱し、泡立ちが収まったら、徐々に

合指示薬2~3滴を加えた溶液25~50 mLを入れ、留液流出口が溶液中に浸るように装着する。 分解液に水40~60 mL及び中和用25~45 %水酸化ナトリウム溶液 (水酸化ナトリウム28 g以上を含む。)を加え、留液が約100 mL以上得られるまで蒸留する。留液流出口を液面から離し、少量の水で先端を洗い込む。自動蒸留装置及び自動滴定装置を組み合わせた装置等では、装置に適した方法で蒸留及び滴定を行う。

- c) 滴定 滴定は,次のいずれかによる。
- 1) 手動滴定 (滴定の終点を指示薬の変色により目視で判定する方法) 留液を0.05 mol/L硫酸標準 溶液で滴定する。液が緑色, 汚無色を経て薄い灰赤色を呈したところを終点とする。空試験用 試料について得られた留液も同様に滴定を行う。
- 2) 自動滴定 (滴定の終点の判定を自動で行う装置を用いる方法) 留液を0.05 mol/L硫酸標準溶液 で滴定する。滴定装置の操作に従い、終点を検出する。空試験用試料について得られた留液も 同様に操作を行う。

# 6.4.2.2 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、滴定値を0 mLとする。

全窒素分(%) = 
$$\frac{1.401 \times 10^{-3} \times (T - B) \times F}{V} \times 100$$

ここに, T: 試料における滴定値 (mL)

<u>B:</u> 空試験における滴定値 (mL)

F: 0.05 mol/L硫酸のファクター

V: 試料採取量 (mL)

1.401×10<sup>-3</sup>: 0.05 mol/L硫酸1 mLに相当する窒素の質量(g)

# 6.4.3 燃焼法

#### 6.4.3.1 測定の手順

測定の手順は, 次による。

a) 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 [グリシン又は他の同純度の標準品 (ニコチン酸を除く。)を用いる。] の必要量を0.1 mg以下の単位まで正確にはかりとり、水で溶解する (標準液)。標準液を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。

なお、検量線作成に用いる標準液は試料採取量に合わせる。

b) 試料約200~1 000 mg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する。

#### 6.4.3.2 計算

全窒素分は、次によって求める。

- a) 検量線から窒素分(%)を算出する。
- **b)** 試料の比重を測定し、質量で算出された窒素分を容量換算する。

<u>400℃にする。分解液が清澄になった後、そのまま90~120</u> 分間加熱する。

<u>c</u> <u>a 及び b の操作を試料を入れずに同様に行う(空試</u> 験)。

## イ 蒸留

(ア) 水蒸気蒸留装置を用いる場合 (試料の分解をアの(ア)で行う場合)

容量300m1以上の留液捕集容器(以下「捕集容器」という。)に1~4%ほう酸溶液30m1を入れ、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200m1にブロモクレゾールグリーン0.15g及びメチルレッド0.10gを含むよう調製したものをいう。以下同じ。)2~3滴を加え、これを留液流出口が溶液中に浸るように置く。分解液の入ったケルダールフラスコを蒸留装置に接続し、中和用25~45%水酸化ナトリウム溶液(水酸化ナトリウムとして28g以上を含む。)を加えて蒸留し、留液が約100m1以上になるまで蒸留する。留液流出口を液面から離し、少量の水で先端を洗い込む。

(1) 自動蒸留装置を用いる場合(ケルダール法の水蒸気蒸留を 自動で迅速に行う装置をいい、自動蒸留装置及び自動滴定装 置を組み合わせた装置を含む。以下同じ。)を用いる方法 (試料の分解をアの(4)で行う場合)

装置の操作方法に従い蒸留する。捕集容器に1~4%ほう 酸溶液20~50ml及びプロモクレゾールグリーン・メチルレッ ド混合指示薬2~3滴を加えた溶液25~50mlを入れ、留液流 出口が溶液中に浸るように装着する。分解液に水40~60ml及 び中和用25~45%水酸化ナトリウム溶液(水酸化ナトリウム 28g以上を含む。)を加え、留液が約100ml以上得られるま で蒸留する。留液流出口を液面から離し、少量の水で先端を 洗い込む。

自動蒸留装置及び自動滴定装置を組み合わせた装置等で は、装置に適した方法で蒸留及び滴定を行う。

#### ウ滴定

(7) <u>手動滴定(滴定の終点を指示薬の変色により目視で判定する方法)</u>

留液を0.05mo1/L硫酸標準溶液で滴定する。液が緑色、 汚無色を経て薄い灰赤色を呈したところを終点とする。空試 験用試料について得られた留液も同様に滴定を行う。

(1) 自動滴定 (滴定の終点の判定を自動で行う装置を用いる方法)

留液を0.05mol/L硫酸標準溶液で滴定する。滴定装置の 操作に従い、終点を検出する。空試験用試料について得られ た留液も同様に操作を行う。

## (2) 計算

全窒素分 (%) =1.401×10<sup>-3</sup>× (T-B\*) × F/V×100

- T:試料における滴定値(ml)
- B:空試験における滴定値 (ml)
- F:0.05mol/L硫酸のファクター
- V: 試料採取量 (ml)
- 1.401×10<sup>-3</sup>: 0.05mol/L硫酸1mlに相当する窒素の質量 (g)
- \*:空試験の滴定で1滴で明らかに終点を越える色を呈したときは、滴定値を0mlとする。
- 注1:試験に用いる水は、JIS K 0557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、日本産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、JIS R 3505に規定するクラスA 又は同等以上のものとする。

# 2 燃焼法

- (1) 燃焼法全窒素測定装置(次のア〜エの能力を有するもの)
  - <u>ア</u> 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。
  - $\underline{\underline{A}}$  熱伝導度検出器による窒素  $(N_2)$  の測定のために、遊離した 窒素  $(N_2)$  を他の燃焼生成物から分離できる構造を有すること。
  - 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>
  - <u>エ</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論値±0.15%であり、相対標 準偏差が1.3%以下であること。
- (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 (グリシン (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。)の必要量を0.1mg以下の単位まで正確に量りとり、水で溶解する (標準液)。標準液を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。なお、検量線作成に用いる標準液は試料採取量に合わせる。
- イ 試料約200~1,000mg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する。         (3) 計算         検量線から窒素分(%)を算出する。         注:試料の比重を測定し、重量で算出された窒素分を容量換算する。 |
|---|---|
| 6.5 <u>着色度</u>  | 着 色 度 試料を幅10mmのセルに入れ、分光光度計により波長420nmにおける吸光  |
| <u>着色度は、試料を幅10 mmのセルに入れ、分光光度計により波長420 nmにおける吸光度を測定した値とする。</u> | 度を測定し、その値を着色度とする。   |