(下線の部分は改正部分)

改 正 後	改 正 前
日本農林規格       JAS         2633: 2019	マカロニ類の日本農林規格
<u>マカロニ類</u> <u>Macaroni products</u>	
1 <u>適用範囲</u> この規格は、マカロニ類の品質について規定する。	<u>(適用の範囲)</u> 第1条 この規格は、マカロニ類に適用する。
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。これらの規格は、その最新版(追補を含む。)を適用する。         JIS K 0557 用水・排水の試験に用いる水         JIS R 1301 化学分析用磁器るつぼ         JIS R 3503 化学分析用ガラス器具         JIS R 3505 対ラス製体積計         JIS Z 8801-1 試験用ふるい一第1部:金属製網ふるい	[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。 マカロ二類 デュラム小麦のセモリナ又は普通小麦粉に水を加え、これに卵、野菜を加え又は加えないで練り合わせ、マカロニ類成形機から高圧で押し出した後、切断し、及び熟成乾燥したもの。	(定義) 第2条 この規格において「マカロニ類」とは、デュラム小麦のセモリナ又は普通小麦粉に水を加 え、これに卵、野菜を加え又は加えないで練り合わせ、マカロニ類成形機から高圧で押し出した 後、切断し、及び熟成乾燥したものをいう。
<u>4 品質</u> <u>4.1 一般状態</u>	<u>(規格)</u> 第3条 マカロニ類の規格は、次のとおりとする。
-般状態は、次による。 a) 色沢及び形状が良好でなければならない。 b) 組織が堅固であり、折った断面がガラス状の光沢を有するものでなければならない。 4.2 食味 食味は、調理後の香味が良好で、異味異臭があってはならない。 4.3 見かけの比重 見かけの比重は、6.2によって試験したとき、1.40以上とする。	区         分         基         準           -         般 状 態         1 色沢及び形状が良好であること。         2 組織が堅固であり、折った断面がガラス状の光沢を有するものであること。

## 4.4 粗たん白質

粗たん白質は、6.3によって試験したとき、11%以上とする。ただし、卵を加えたものにあっては、12%以上とする。

## <u>4.5</u> 灰分

灰分は、6.4によって試験したとき、0.9%以下とする。(卵又は野菜を加えたものを除く。)

## 4.6 水素イオン濃度

水素イオン濃度は, 6.5によって試験したとき, 5.5以上とする。

## 4.7 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) デュラム小麦のセモリナ及びデュラム小麦の普通小麦粉 (漂白していないものに限る。)
- <u>b)</u> 卵
- c) 野菜 トマト及びほうれんそう
- 4.8 添加物

添加物は、使用してはならない。

### 4.9 内容重量

内容重量は、表示重量に適合しなければならない。

## 5 マカロニ類成形機からの押出し圧力

マカロニ類成形機からの押出し圧力は,7840kPa以上とする。

#### 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 日本工業規格の特級等の規格に適合するもの。
- <u>今解促進剤</u> 硫酸カリウム9 g及び硫酸銅(Ⅱ) 五水和物1 gを混合したもの又は硫酸カリウム10 g, 硫酸銅(Ⅱ) 五水和物0.3 g及び二酸化チタン0.3 gを混合したもの。
- **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) 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。
- **f)** アスパラギン酸 純度99 %以上で窒素率が記載されたもの。
- g) 試験用ふるい JIS Z 8801-1に規定するもの。
- **h)** 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。

食味	調理後の香味が良好で、異味異臭がないこと。
見かけの比重	1.40以上であること。
粗たん白質	11%以上であること。ただし、卵を加えたものにあっては、12%以上であること。
灰 分	0.9%以下であること。(卵又は野菜を加えたものを除く。)
水素イオン濃度	5.5以上であること。
<u>原 材 料</u>	次に掲げるもの以外のものを使用していないこと。         1       デュラム小麦のセモリナ及びデュラム小麦の普通小麦粉         2       卵         3       野菜         トマト及びほうれんそう
添 加 物	使用していないこと。
内 容 重 量	表示重量に適合していること。

- 2 原料に使用する小麦粉は、漂白していないこと。
- 3 マカロニ類成形機からの押出し圧力は、7,840kPa以上であること。

#### (測定方法)

第4条 前条の規格における見かけの比重、粗たん白質、灰分及び水素イオン濃度の測定方法は、次のとおりとする。

#### 「新設]

- i) 出力可変式分解台 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 載せたとき、5分以内に沸騰する能力を有するもの。
- j) 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。
- <u>k)</u> <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。)。
- l) 燃焼法全窒素測定装置 次の1)~4)の能力を有するもの。
- <u>1)</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することができる燃焼炉を持つもの。
- **2)** 熱伝導度検出器による窒素 (N<sub>2</sub>) の測定のため、遊離した窒素 (N<sub>2</sub>) を他の燃焼生成物から分離することができる構造を持つもの。
- 3) 窒素酸化物 (NO<sub>x</sub>) を窒素 (N<sub>2</sub>) に変換する機構を持つもの。
- 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> 論値の ± 0.15 %であり, 相対標準偏差が1.3 %以下であるもの。
- m) 電気マッフル炉 熱電対温度計付きのもので, 550 ± 10 ℃に保持する能力を持つもの。
- **n) <u>るつぼ</u> JIS R 1301**に規定する磁器るつぼB型で,容量50 mL,容量30 mL又は容量15 mLであるもの。蓋は使用しない。
- o) デシケーター JIS R 3503に規定するもので,乾燥剤としてシリカゲルを入れたもの。

#### 6.2 見かけの比重

#### 6.2.1 試料の調製

試料は、メスシリンダーに入る程度にまで粉砕器等で粉砕し、目開き500 μm以上の試験用ふるいの上に残ったものとする。

#### 6.2.2 測定

50 mLのメスシリンダーに50 %メタノール40 mLを入れ,これに試料約5 gを0.1 gの単位まで正確にはかりとり投下したときのメスシリンダーの目盛を読む。

#### 6.2.3 計算

見かけの比重は、次の式によって求める。

見かけの比重 =  $\frac{S}{A-40}$ 

<u>ここに、S:</u> 試料の質量 (g)

<u>A:</u> **6.2.2**により得たメスシリンダーの目盛 (mL)

#### 6.3 粗たん白質

# <u>6.3.1</u> ケルダール法

#### 6.3.1.1 測定

測定は、次による。

a) 試料の調製 試料は、粉砕器等で粉砕し、目開き850 μmの試験用ふるいを通り、目開き500 μm

事 項	測 定 方 法
見かけの比重	50mlのメスシリンダーに50%メタノール40mlを入れ、これに破砕試料約5         gを投下したときのメスシリンダーの目盛(A)を読み、次の算式により見かけの比重を求める。         試料の重量(g)         見かけの比重         A-40
粗たん白質	1       ケルダール法         (1)       測定の手順         ア       試料の調製         粉砕器等で粉砕し、日本工業規格Z 8801-1 (2006) (以下「JIS

Z 8801-1/という。) に規定する目開き850μmの試験用ふるいを通

- の試験用ふるいの上に残ったものとする。
- b) 分解 分解は, 1)又は2)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) 試料約0.5 gを0.1 mg以下の単位まで正確に薬包紙にはかりとり、300 mLケルダール分解フラスコに薬包紙ごと入れ、分解促進剤及び硫酸約10 mLを加え、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) 初めは、弱出力で加熱し、泡立ちが収まったら、出力を徐々に最大にする。分解液が青色透明(二酸化チタンが含まれている場合にあっては、青緑透明。以下同じ。)になっているのを確認した後、約90分間そのまま加熱する。全分解時間は2時間以上とする。
- 1.3) 加熱終了後,室温まで放冷し水を約50 mL加えて,分解物を溶解する。
- **1.4) 1.1)~1.3)**の操作を空試験試料(薬包紙のみ)についても同様に行う。
- 2) 加熱ブロック分解装置を用いる場合
- 2.1) 試料約0.5 gを0.1 mg以下の単位まで正確に薬包紙にはかりとり、250~300 mL分解チューブに 薬包紙ごと入れ、分解促進剤及び硫酸10 mL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。
- **2.2)** 初めは, 200 ℃で加熱し, 泡立ちが収まったら400 ℃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90分間そのまま加熱する。
- 2.3) 加熱終了後,室温まで放冷する。
- **2.4) 2.1)~2.3)**の操作を空試験試料(薬包紙のみ)についても同様に行う。
- c) 蒸留 蒸留は, 1)又は2)のいずれかによる。
- 1) 水蒸気蒸留装置を用いる方法 [試料の分解をb) 1)で行う場合]
- 1.1) パルナス・ワグナー式蒸留装置を用いる場合
- 1.1.1) 分解液を100 mL容全量フラスコに水で洗い込み、定容として試料液とする。
- 1.1.2) 容量300 mL以上の蒸留液捕集容器(以下"捕集容器"という。)に1~4%ほう酸溶液25~40 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液中に浸るように置く。試料液40 mLを全量ピペットで蒸留管に入れ,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6.4 g以上を含む。)を加え,加熱蒸留し,蒸留液が約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,更に2分間蒸留を続けた後,少量の水で先端を洗い込む。
- 1.2) 塩入・奥田式蒸留装置を用いる場合 捕集容器に1~4 %ほう酸溶液25~30 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,これを蒸留装置の留液流出口がほう酸溶液中に浸るように置く。分解液が入ったケルダール分解フラスコを蒸留装置の蒸気導入管に接続し、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16 g以上を含む。)を加え、加熱蒸留し、蒸留液が約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、更に2分間蒸留を続けた後、少量の水で先端を洗い込む。
- 2) 自動蒸留装置を用いる方法 [試料の分解をb) 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25~50 mL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滴又は1~4%ほう酸溶液にあらかじめブロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合 指示薬を添加した溶液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 蒸留水50 mL及び中和用25~45%水酸化ナトリウム溶液(水酸化ナトリウムとして16 g以上

 $\underline{9}$ 、目開き $500\,\mu\,\mathrm{m}$ の試験用ふるいの上に残ったものを試料とする。 イ 分解

- (7) 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 試料約0.5gを0.1mg以下の単位まで正確に薬包紙に量りとり、300mlケルダール分解フラスコに薬包紙ごと入れ、分解促進剤(硫酸カリウム9g及び硫酸銅(Ⅱ)五水和物1gを混合したもの又は硫酸カリウム10g、硫酸銅(Ⅱ)五水和物0.3g及び二酸化チタン0.3gを混合したものをいう。以下同じ。)及び硫酸約10mlを加え、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 初めは、弱出力で加熱し、泡立ちが収まったら、出力を徐々に最大にする。分解液が青色透明(二酸化チタンが含まれている場合にあっては、青緑透明。以下同じ。)になっているのを確認した後、約90分間そのまま加熱する。全分解時間は2時間以上とする。
  - <u>c</u> 加熱終了後、室温まで放冷し水を約50ml加えて、分解物を溶解する。
  - <u>d</u> <u>a から c までの操作を空試験試料 (薬包紙のみ) についても</u> 同様に行う。
- (4) 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 試料約0.5gを0.1mg以下の単位まで正確に薬包紙に量りとり、250~300ml分解チューブに薬包紙ごと入れ、分解促進剤及び硫酸10ml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。
- b 初めは、200℃で加熱し、泡立ちが収まったら400℃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90分間その まま加熱する。
- c 加熱終了後、室温まで放冷する。
- d a から c までの操作を空試験試料(薬包紙のみ)についても

   同様に行う。

#### ウ蒸留

- (7) 水蒸気蒸留装置を用いる方法 (試料の分解をイの(7)で行う場合)
  - a パルナス・ワグナー式蒸留装置を用いる場合
    - (a) 分解液を100ml容全量フラスコに水で洗い込み、定容とし

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。

- d) **滴定** 滴定は, 1)又は2)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) パルナス・ワグナー式蒸留装置を用いる場合にあっては蒸留液を0.01 mol/L硫酸標準溶液で、塩入・奥田式蒸留装置又は自動蒸留装置を用いる場合にあっては0.025 mol/L硫酸標準溶液で25 mL容ビュレットを用いて滴定する。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蒸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 (10 mL容以上のビュレット容量を持つものに限る。)を用いる方法] 蒸留液を0.05 mol/L又は0.1 mol/Lの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蒸留液も同様に操作を行う。

#### 6.3.1.2 計算

粗たん白質は,次の式によって求める。

a) パルナス・ワグナー式蒸留装置を用いる場合

粗たん白質(%) = 
$$\frac{(T - B^*) \times F \times A_l}{W} \times \frac{100}{40} \times k \times 100$$

b) 塩入・奥田式蒸留装置又は自動蒸留装置 (手動滴定) を用いる場合

粗たん白質(%) = 
$$\frac{(T - B^*) \times F \times A_2}{W} \times k \times 100$$

c) 自動蒸留装置(自動滴定)を用いる場合

粗たん白質(%) = 
$$\frac{(T - B^*) \times F \times A_3}{W} \times k \times 100$$

ここに, T: 試料の滴定値 (mL)

B: 空試験用試料の滴定値 (mL)

F: 硫酸標準溶液のファクター

A: 0.000 28 [0.01 mol/L硫酸標準溶液1 mLに相当する窒素の質量(g)]

A2: 0.000 7 [0.025 mol/L硫酸標準溶液1 mLに相当する窒素の質量(g)]

<u>Ai:</u> 0.001 4 [0.05 mol/L硫酸標準溶液1 mLに相当する窒素の質量(g)] 又は, 0.002 8 [0.1 mol/L硫酸標準溶液1 mLに相当する窒素の質量(g)]

W: 試料の採取質量 (g)

k: たん白質換算係数 (5.7)

\*: 空試験用試料の滴定で、1滴で明らかに終点を超える色を呈したときは、滴 定値は0とする。

#### 6.3.2 燃焼法

#### 6.3.2.1 試料の調製

試料は、粉砕器で粉砕し、目開き850 $\mu$ mの試験用ふるいを通り、目開き500 $\mu$ mの試験用ふるいの上に残ったものとする。

て試料液とする。

- (b) 容量300ml以上の蒸留液捕集容器(以下「捕集容器」という。)に1~4%ほう酸溶液25~40ml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200ml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液中に浸るように置く。試料液40mlを全量ピペットで蒸留管に入れ、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6.4g以上を含む。)を加え、加熱蒸留し、蒸留液が約100ml以上になるまで蒸留する。留液流出口を液面から離し、更に2分間蒸留を続けた後、少量の水で先端を洗い込む。
- b 塩入・奥田式蒸留装置を用いる場合

捕集容器に1~4%ほう酸溶液25~30ml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、これを蒸留装置の留液流出口がほう酸溶液中に浸るように置く。分解液が入ったケルダール分解フラスコを蒸留装置の蒸気導入管に接続し、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16g以上を含む。)を加え、加熱蒸留し、蒸留液が約100ml以上になるまで蒸留する。留液流出口を液面から離し、更に2分間蒸留を続けた後、少量の水で先端を洗い込む。

(1) 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 (試料の分解をイの(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25~50ml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滴又は1~4%ほう酸溶液にあらかじめプロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合指示薬を添加した溶液25~50mlを入れ、留液流出口が溶液中に浸るように装着する。分解液に蒸留水50ml及び中和用25~45%水酸化ナトリウム溶液(水酸化ナトリウムとして16g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。

#### エ 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</u> 方法)

#### 6.3.2.2 測定

測定は,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 [エチレンジアミン四酢酸 (EDT A), 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。
- b) 試料約200~500 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。

#### 6.3.2.3 計算

粗たん白質は、検量線から窒素分(%)を算出し、次の式によって求める。

粗たん白質(%) =  $D \times 5.7$ 

ここに, D: 試料の窒素分(%)

パルナス・ワグナー式蒸留装置を用いる場合にあっては蒸留液 を0.01mol/L硫酸標準溶液で、塩入・奥田式蒸留装置又は自動蒸 留装置を用いる場合にあっては0.025mol/L硫酸標準溶液で25ml 容ピュレットを用いて滴定する。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 た蒸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 (10m1容以上のビュレット容量を持つものに限る。) を用いる方法)

蒸留液を0.05mol/L又は0.1mol/Lの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蒸留液も同様に操作を行う。

## (2) 計算

 $\underline{\underline{r}}$  パルナス・ワグナー式蒸留装置を用いる場合 粗たん白質 (%) = ( (T-B\*) × F × A 1 / W × (100/4 0) ) × k × 100

<u>イ</u> 塩入・奥田式蒸留装置又は自動蒸留装置(手動滴定)を用いる場合

粗たん白質 (%) =  $((T-B*) \times F \times A2/W) \times k \times 100$ 

<u>ウ</u> 自動蒸留装置(自動滴定)を用いる場合

粗たん白質 (%) = ((T-B\*) ×  $F \times A 3 / W$ ) ×  $k \times 100$ 

T:試料の滴定値(ml)

B:空試験用試料の滴定値(ml)

F:硫酸標準溶液のファクター

A 1:0.00028 (0.01mol/L硫酸標準溶液1mlに相当する窒素の重量 (g)

<u>A 2:0.0007 (0.025mol/L硫酸標準溶液1mlに相当する窒素の重量 (g)</u>)

<u>A3:0.0014 (0.05mol/L硫酸標準溶液1mlに相当する窒素の重量</u> (g)) 又は、

0.0028 (0.1mol/L硫酸標準溶液1mlに相当する窒素の重量 (g))

W: 試料の採取重量(g)

k:たん白質換算係数(5.7)

\*:空試験用試料の滴定で、1滴で明らかに終点を超える色を呈したときは、滴定値は0とする。

<u>注1:試験に用いる水は、日本工業規格K 0557 (1998) に規定するA2又</u> 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。

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) に規

(1) 試料の調製

2 燃焼法

粉砕器で粉砕し、JIS Z 8801-1に規定する目開き850 $\mu$ mの試験用ふるいを通り、目開き500 $\mu$ mの試験用ふるいの上に残ったものを試料とする。

定するクラスA又は同等以上のものとする。

- (2) 燃焼法全窒素測定装置 (次のアからエまでに掲げる能力を有するものをいう。)
- <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することができる燃焼炉を持つこと。
- $\underline{\underline{A}}$  <u>熱伝導度検出器による窒素( $\underline{N}_2$ )の測定のため、遊離した窒素 ( $\underline{N}_2$ ) を他の燃焼生成物から分離することができる構造を持つこと。</u>
- ウ 窒素酸化物 (NOx) を窒素 (N2) に変換する機構を持つこと。
- <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の±0.15%であり、相対標準偏差が1.3%以下であること。</u>

## (3) 測定

- 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> 試料約200~500mg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。
- (4) 計算

1 試料の調製

検量線から窒素分(%)を算出し、下記の式を用いて粗たん白質 (%)を求める。

窒素分(%)×5.7=粗たん白質(%)

# 6.4 灰分

# 6.4.1 試料の調製

試料は、粉砕器等で粉砕し、目開き850 μmの試験用ふるいを通り、目開き500 μmの試験用ふるいの上に残ったものとする。

# 6.4.2 測定

灰分の測定は,次による。

- **a)** あらかじめ電気マッフル炉で550  $^{\circ}$   $^{\circ}$  に加熱し、恒量としたるつぼに試料約5 gを0.1 mg以下の単位 まで正確にはかりとり、電熱器上で徐々に温度を上げながら煙が出なくなるまで予備炭化する。
- b) るつぼを電気マッフル炉に入れ、550 ℃になった後6時間加熱し、灰化する。

# 分

粉砕器等で粉砕し、JIS Z 8801-1に規定する目開き850 $\mu$ mの試験用ふるいを通り、目開き500 $\mu$ mの試験用ふるいの上に残ったものを試料とする。

# 2 測定

(1) あらかじめ電気マッフル炉 (熱電対温度計付きのもので、550±10 ℃に保持する能力を持つもの。以下同じ。) で550℃に加熱し、恒量と した磁器るつぼ (日本工業規格R 1301 (1987) に規定する磁器るつぼ B型で、容量50ml、容量30ml又は容量15mlのもの。蓋は使用しない。

- c) 電気マッフル炉を200  $^{\circ}$ C以下まで放冷し,るつぼをデシケーターに移し替え,室温まで放冷した 後すぐに質量を0.1 mg以下の単位まで測定する。
- d) るつぼ内に未灰化の炭化物が残っている場合は、水を数滴加え、電熱器で水分を蒸発させ、電気 マッフル炉に入れて550℃で1時間加熱し、再灰化する。
- e) 電気マッフル炉を200 °C以下まで放冷し、るつぼをデシケーターに移し替え、室温まで放冷した 後すぐに質量を0.1 mg以下の単位まで測定する。
- f **d)~e)**の操作を恒量になるまで繰り返す。

## 6.4.3 計算

灰分は、次の式によって求める。

灰分(%) = 
$$\frac{W_2 - W_0}{W_1} \times 100$$

ここに, W₀: るつぼの質量 (g)

W<sub>1</sub>: 試料の採取質量 (g)

W2: 6時間灰化した試料及びるつぼの質量(g), 未灰化の炭化物が残っている

場合にあっては、恒量となったときの試料及びるつぼの質量(g)

# 6.5 水素イオン濃度

水素イオン濃度は、試料約5 gに50 %メタノール50 mLを加えて1時間振とうした後、ろ過し、その ろ液についてガラス電極により測定する。

以下「るつぼ」という。) に試料約5gを0.1mg以下の単位まで正確に 量りとり、電熱器上で徐々に温度を上げながら煙が出なくなるまで予 備炭化する。

- (2) るつぼを電気マッフル炉に入れ、550℃になった後6時間加熱し、 灰化する。
- (3) 電気マッフル炉を200℃以下まで放冷し、るつぼをデシケーター (日本工業規格R 3503 (2007) に規定するもので、乾燥剤としてシリ カゲルを入れたもの。以下同じ。) に移し替え、室温まで放冷した後 すぐに重量を0.1mg以下の単位まで測定する。
- (4) るつぼ内に未灰化の炭化物が残っている場合は、水を数滴加え、 電熱器で水分を蒸発させ、電気マッフル炉に入れて550℃で1時間加 熱し、再灰化する。
- (5) 電気マッフル炉を200℃以下まで放冷し、るつぼをデシケーターに 移し替え、室温まで放冷した後すぐに重量を0.1mg以下の単位まで測 定する。
- (6) (4)から(5)の操作を恒量になるまで繰り返す。
- 3 計算

灰分 (%) =  $((W_2-W_0)/W_1) \times 100$ 

W<sub>0</sub>: るつぼの重量(g)

W<sub>1</sub>: 試料の採取重量(g)

W<sub>2</sub>:6時間灰化した試料及びるつぼの重量(g)、未灰化の炭化物が残 っている場合にあっては、恒量となったときの試料及びるつぼの重 量 (g)

水 素 イ オ ン 濃 度 │ 試料約 5 g に50%メタノール50mlを加えて1時間振とうした後、ろ過し、 そのろ液についてガラス電極により測定する。