

マカロニ類の日本農林規格の見直しについて（案）

平成１９年６月１５日

農 林 水 産 省

1 趣旨

農林物資の規格化及び品質表示の適正化に関する法律（昭和２５年法律第１７５号）第１０条の規定及び「ＪＡＳ規格及び品質表示基準の制定・見直しの基準」（平成１７年８月農林物資規格調査会決定）に基づき、マカロニ類の日本農林規格（昭和４８年１２月２６日農林水産省告示第２６３３号）について、標準規格の性格を有するとして、消費者に良質な製品を提供する観点から所要の見直しを行う。

2 内容

マカロニ類は、調理の素材とする材料として消費者が日常的に使用しており、一定の品質が期待されることから標準が必要であるが、現在の製造、品質管理の実情及び国際的な測定方法の発展動向等を踏まえ、日本農林規格の内容について、

- （１）粗たん白質の測定方法について燃焼法等の最新の方法の追加
- （２）測定方法について、国際的な基準に基づく妥当性の確認された方法に変更することに伴う品質規格値の見直し

等の改正を行う。

マカロニ類について

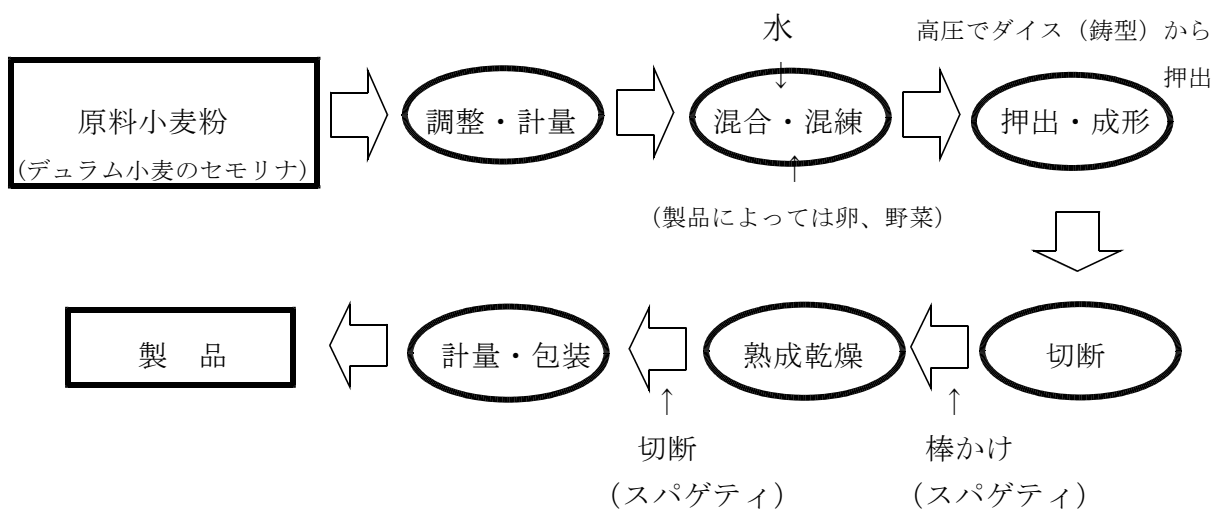
1 規格の位置づけ

マカロニ類は、調理の素材とする材料として消費者が日常的に使用しており、一定の品質が期待されることから標準規格として位置づけられる。

2 生産状況及び規格の利用実態

国内製造工場数	11工場	
出荷数量の増減率	6.3%増（対平成14年比）	
	年次	出荷数量(トン)
	平成14年	147,953
	平成15年	147,548
	平成16年	151,542
	平成17年	153,586
	平成18年	157,291
・格付率 (平成18年度)	40%	
・格付数量	63,768トン	
・生産数量	159,928トン	
他法令等での引用	なし	

(参考：製造方法の概略)



マカロニ類の日本農林規格の改正概要

1 規格の改正

(改正内容)

- ・ J A S 規格の測定方法に妥当性の確認された分析方法を採用することに伴い、現行の J A S 規格の基準値について測定値として保証できる精度の基準値に改める。

(規格)

	改 正 案	現 行
粗 た ん 白 質	<u>1 1 %</u> 以上であること。ただし、卵を加えたものにあつては、 <u>1 2 %</u> 以上であること。	<u>1 1 . 0 %</u> 以上であること。ただし、卵を加えたものにあつては、 <u>1 2 . 0 %</u> 以上であること。
灰 分	<u>0 . 9 %</u> 以下であること。(卵又は野菜を加えたものを除く。)	<u>0 . 9 0 %</u> 以下であること。(卵又は野菜を加えたものを除く。)

3 測定方法の改正

(改正内容)

- ・ 現在、粗たん白質の測定には、ケルダール法及びその改良法や、最新の分析手法として燃焼法が採用されている。このため、J A S 規格の測定方法についても妥当性が確認された複数の方法を規定することとし、製造業者や分析機関において測定方法の選択が可能となるようにする。
- ・ 灰分の測定方法について妥当性を確認するとともに、分析精度のを保証できるより詳細な方法を規定することにより、規格基準値を測定する場合の再現性を担保することとする。

(測定方法等)

	改 正 案	現 行
粗たん白質	<u>1 ケルダール法</u> <u>(1) 測定の手順</u> <u>ア 試料の調製</u> 粉砕器等で粉砕し、日本工業規格 Z 8 8 0 1 - 1 に規定する目開き850μmのふるいを <u>通り、目開き500μmのふるいの上に残つたものを試料とする。</u> <u>イ 分解</u> <u>(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</u>	<u>試料約 1 g をはかり取り、ケルダール氏法により全窒素量を測定し、その測定値に5.7を乗じた値を粗たん白質とする。</u>

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0.5 g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を混合したものをいう。以下同じ。）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。

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。

c 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。

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。

(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をいう。)を用いる場合

a 試料約0.5 gを0.1 mg以下の単位まで正確に薬包紙に量りとり、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。

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。

(b) 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25~40ml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 0.15 g 及びメチルレッド0.10 g を含むよう調製したものをいう。以下同じ。) 2 ~ 3 滴を加え、これを留液留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6.4 g 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。留液留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16 g 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。留液留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。

(i) 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(i)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25～50ml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。留液留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) 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0.01mol/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。

(i) 自動滴定（滴定の終点の判定を自動で

行う装置（10ml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

ア パルナス・ワグナー式蒸留装置を用いる場合

$$\text{粗たん白質 (\%)} = \frac{((T - B*) \times F \times A_1 / W \times (100 / 40)) \times k \times 100}{}$$

イ 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

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

ウ 自動蒸留装置（自動滴定）を用いる場合

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

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

A₁：0.00028（0.01mol/L硫酸標準溶液 1 mlに相当する窒素の重量(g)）

A₂：0.0007（0.025 mol/L硫酸標準溶液 1 mlに相当する窒素の重量(g)）

A₃：0.0014（0.05 mol/L硫酸標準溶液 1 mlに相当する窒素の重量(g)）又は、
0.0028（0.1 mol/L硫酸標準溶液 1 ml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。

注1：試験に用いる水は、蒸留法若しくはイオン交換法によつて精製した水、又は逆浸透法、蒸留法、イオン交換法などを組み合わせた方法によつて精製した水とする。

注2：試験に用いる試薬及び試液は、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 : 試験に用いる全量ピペット、全量フラスコ及びビュレットは、日本工業規格 R 3 5 0 5 に規定するクラス A 又は同等以上のものを使用する。

2 燃焼法

(1) 試料の調製

粉砕器で粉砕し、日本工業規格 Z 8 8 0 1 - 1 に規定する目開きが 850 μ m のふるいを通り、500 μ m のふるいの上に残ったものを試料とする。

(2) 燃焼法全窒素測定装置（次のアからウまでに掲げる能力を有するものをいう。）

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することができる燃焼炉を持つこと。

イ 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分離することができる構造を持つこと。

ウ 窒素酸化物（NO_x）を窒素（N₂）に変換する機構を持つこと。

エ ニコチン酸等の標準品（純度 99% 以上）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 $\pm 0.15\%$ であり、標準偏差が 0.15 以下であること。

(3) 測定

ア 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）、DL-アスパラギン酸（純度 99% 以上）、又は他の同純度の標準品を用いること。）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。

イ 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

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。 <u>窒素分 (%) × 5.7 = 粗たん白質 (%)</u>	
灰 分	1 試料の調製 <u>粉碎器等で粉碎し、日本工業規格 Z 8 8 0 1 - 1 に規定する目開きが850μmのふるいを通り、500μmのふるいの上に残ったものを試料とする。</u> 2 測定 (1) <u>あらかじめ電気マッフル炉（熱電対温度計付きのものであつて、550±10℃に保持する能力を持つものをいう。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 1 3 0 1 に規定する磁器るつぼ B 型であつて、容量50mL、容量30mL又は容量15mLのものをいう。ふたは使用しない。以下「るつぼ」という。）に試料約 5 g 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。</u> (2) <u>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。</u> (3) <u>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。</u> (4) <u>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。</u> (5) <u>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かえ、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。</u> (6) <u>(4)から(5)の操作を恒量になるまで繰り返す。</u> 3 計算 <u>灰分 (%) = ((W₂ - W₀) / W₁) × 1 0 0</u> <u>W₀ : るつぼの重量 (g)</u> <u>W₁ : 試料の採取重量 (g)</u> <u>W₂ : 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つては、恒量となつたときの試料及びるつぼの重</u>	<u>試料約 5 g をはかり取り、550℃から600℃までの電気マッフル炉中で灰化したときの残量を灰分とする。</u>

	<u>量 (g)</u>	
--	--------------	--

マカロニ類の日本農林規格（昭和48年12月26日農林省告示第2633号）の一部改正新旧対照表

改 正 案	現 行																																																
マカロニ類の日本農林規格 （適用の範囲） 第1条 （略） （定義） 第2条 （略） （規格） 第3条 マカロニ類の規格は、次のとおりとする。 <table border="1"> <tr> <th>区 分</th><th>基 準</th></tr> <tr> <td>一 般 状 態</td><td>(略)</td></tr> <tr> <td>異 物</td><td>(略)</td></tr> <tr> <td>食 味</td><td>(略)</td></tr> <tr> <td>見 かけ の 比 重</td><td>(略)</td></tr> <tr> <td>粗 た ん 白 質</td><td>11%以上であること。ただし、卵を加えたものにあつては、<u>12%</u>以上であること。</td></tr> <tr> <td>灰 分</td><td><u>0.9%</u>以下であること。（卵又は野菜を加えたものを除く。）</td></tr> <tr> <td>水素イオン濃度</td><td>(略)</td></tr> <tr> <td>原 材 料</td><td>(略)</td></tr> <tr> <td>内 容 重 量</td><td>(略)</td></tr> </table> 2 （略） 3 （略） （測定方法） 第4条 （略） <table border="1"> <tr> <th>事 項</th><th>測 定 方 法</th></tr> <tr> <td>(略)</td><td>(略)</td></tr> </table>	区 分	基 準	一 般 状 態	(略)	異 物	(略)	食 味	(略)	見 かけ の 比 重	(略)	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つては、 <u>12%</u> 以上であること。	灰 分	<u>0.9%</u> 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	(略)	原 材 料	(略)	内 容 重 量	(略)	事 項	測 定 方 法	(略)	(略)	マカロニ類の日本農林規格 （適用の範囲） 第1条 この規格は、マカロニ類に適用する。 （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。 （規格） 第3条 マカロニ類の規格は、次のとおりとする。 <table border="1"> <tr> <th>区 分</th><th>基 準</th></tr> <tr> <td>一 般 状 態</td><td>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。</td></tr> <tr> <td>異 物</td><td>混入していないこと。</td></tr> <tr> <td>食 味</td><td>調理後の香味が良好で、異味異臭がないこと。</td></tr> <tr> <td>見 かけ の 比 重</td><td>1.40以上であること。</td></tr> <tr> <td>粗 た ん 白 質</td><td><u>11.0%</u>以上であること。ただし、卵を加えたものにあつては、<u>12.0%</u>以上であること。</td></tr> <tr> <td>灰 分</td><td><u>0.90%</u>以下であること。（卵又は野菜を加えたものを除く。）</td></tr> <tr> <td>水素イオン濃度</td><td>5.5以上であること。</td></tr> <tr> <td>原 材 料</td><td>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</td></tr> <tr> <td>内 容 重 量</td><td>表示重量に適合していること。</td></tr> </table> 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。 <table border="1"> <tr> <th>事 項</th><th>測 定 方 法</th></tr> <tr> <td>見 かけ の 比 重</td><td>50mlのメスシリンダーに50%メタノール40mlを入れ、これに破碎試料約5g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)</td></tr> </table>	区 分	基 準	一 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。	異 物	混入していないこと。	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	<u>11.0%</u> 以上であること。ただし、卵を加えたものにあつては、 <u>12.0%</u> 以上であること。	灰 分	<u>0.90%</u> 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。	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 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	内 容 重 量	表示重量に適合していること。	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、これに破碎試料約5g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)
区 分	基 準																																																
一 般 状 態	(略)																																																
異 物	(略)																																																
食 味	(略)																																																
見 かけ の 比 重	(略)																																																
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つては、 <u>12%</u> 以上であること。																																																
灰 分	<u>0.9%</u> 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	(略)																																																
原 材 料	(略)																																																
内 容 重 量	(略)																																																
事 項	測 定 方 法																																																
(略)	(略)																																																
区 分	基 準																																																
一 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。																																																
異 物	混入していないこと。																																																
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	<u>11.0%</u> 以上であること。ただし、卵を加えたものにあつては、 <u>12.0%</u> 以上であること。																																																
灰 分	<u>0.90%</u> 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。																																																
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 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																																																
内 容 重 量	表示重量に適合していること。																																																
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、これに破碎試料約5g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	<u>1 ケルダール法</u> <u>(1) 測定の手順</u> <u>ア 試料の調製</u> <u>粉砕器等で粉砕し、日本工業規格Z 8 8 0 1－1に規定する目開き850μmのふるいを通り、目開き500μmのふるいの上に残ったものを試料とする。</u> <u>イ 分解</u> <u>(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</u> <u>a 試料約0.5 g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を混合したものをいう。以下同じ。）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。</u> <u>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つては、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> <u>c 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> <u>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。</u> <u>(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</u> <u>a 試料約0.5 gを0.1 mg以下の単位まで正確に薬包紙に量りとり、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。</u> <u>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。</u> <u>c 加熱終了後、室温まで放冷する。</u>	粗 た ん 白 質	<u>試料約1 gをはかり取り、ケルダール氏法により全窒素量を測定し、その測定値に5.7を乗じた値を粗たん白質とする。</u>

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。

(b) 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25～40mlを入れ、プ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にプ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をいう。以下同じ。）2～3 滴を加え、これを留液留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6.4 g 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。留液留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、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、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100ml以上になるまで蒸留する。留液留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。

(4) 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16 g 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。留液留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) 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
0.01mol/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。

(4) 自動滴定(滴定の終点の判定を自動で行う装置(10ml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

ア パルナス・ワグナー式蒸留装置を用いる場合

$$\text{粗たん白質}(\%) = \left((T - B*) \times F \times A1 / W \times (100 / 40) \right) \times k \times 100$$

イ 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

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

ウ 自動蒸留装置(自動滴定)を用いる場合

$$\text{粗たん白質}(\%) = \left((T - B*) \times F \times A3 / W \right) \times k \times 100$$

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

A1:0.00028(0.01mol/L硫酸標準溶液1mlに相当する窒素の重量(g))

A2:0.0007(0.025mol/L硫酸標準溶液1mlに相当する窒素の重量(g))

A3:0.0014(0.05mol/L硫酸標準溶液1mlに相当する窒素の重量(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。

注1:試験に用いる水は、蒸留法若しくはイオン交換法によつて精製した水
、又は逆浸透法、蒸留法、イオン交換法等を組み合わせた方法によつ
て精製した水とする。

注2:試験に用いる試薬及び試液は、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:試験に用いる全量ピペット、全量フラスコ及びビュレットは、日本工

		<u>業規格 R 3 5 0 5 に規定するクラス A 又は同等以上のものを使用する。</u> 2 <u>燃焼法</u> (1) <u>試料の調製</u> <u>粉碎器で粉碎し、日本工業規格 Z 8 8 0 1 - 1 に規定する目開きが 85</u> <u>0µm のふるいを通り、500µm のふるいの上に残ったものを試料とする。</u> (2) <u>燃焼法全窒素測定装置（次のアからウまでに掲げる能力を有するものをいう。）</u> <u>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 87</u> <u>0℃ 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。</u> <u>イ 熱伝導度検出器による窒素（N₂）の測定のため、遊離した窒素（</u> <u>N₂）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> <u>ウ 窒素酸化物（NO_x）を窒素（N₂）に変換する機構を持つこと。</u> <u>エ ニコチン酸等の標準品（純度 99% 以上）を用いて 10 回繰り返し測定</u> <u>したときの窒素分の平均値が理論値 ± 0.15% であり、標準偏差が 0.15</u> <u>以下であること。</u> (3) <u>測定</u> <u>ア 検量線作成用標準品（エチレンジアミン四酢酸（EDTA）（純度</u> <u>99% 以上）、DL-アスパラギン酸（純度 99% 以上）、又は他の同純</u> <u>度の標準品を用いること。）を 0.1mg 以下の単位まで正確に量りとり</u> <u>、装置に適した方法で測定し、検量線を作成する。</u> <u>イ 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</u> <u>適した方法で測定する。</u> (4) <u>計算</u> <u>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</u> <u>求める。</u> <u>窒素分（%）× 5.7 = 粗たん白質（%）</u>		
灰	分	1 <u>試料の調製</u> <u>粉碎器等で粉碎し、日本工業規格 Z 8 8 0 1 - 1 に規定する目開きが 85</u> <u>0µm のふるいを通り、500µm のふるいの上に残ったものを試料とする。</u> 2 <u>測定</u> (1) <u>あらかじめ電気マuffle 炉（熱電対温度計付きのものであつて、550</u> <u>± 10℃ に保持する能力を持つものをいう。以下同じ。）で 550℃ に加熱</u> <u>し、恒量とした磁器るつぽ（日本工業規格 R 1 3 0 1 に規定する磁器る</u> <u>つぽ B 型であつて、容量 50mL、容量 30mL 又は容量 15mL のものをいう。ふ</u> <u>たは使用しない。以下「るつぽ」という。）に試料約 5g を 0.1mg 以下の</u> <u>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</u> <u>くなるまで予備炭化する。</u> (2) <u>るつぽを電気マuffle 炉に入れ、550℃ になつた後 6 時間加熱し、灰</u> <u>化する。</u>	灰	分 <u>試料約 5 g をはかり取り、550℃ から 600℃ までの電気マuffle 炉中で灰化し</u> <u>たときの残量を灰分とする。</u>

	(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 $\text{灰分 (\%)} = (W_2 - W_0) / W_1 \times 100$ W₀ : るつぼの重量 (g) W₁ : 試料の採取重量 (g) W₂ : 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つては、恒量となつたときの試料及びるつぼの重量 (g)	
(略)	(略)	
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。	