

日本農林規格（案）

JAS
番号：2018

日持ち生産管理切り花（案）

Cut flowers produced under controls for vase life in growers

1 適用範囲

この規格は、花き生産者が行う切り花の日持ち性向上のための、栽培管理、採花から出荷までの作業管理の基準等を規定する。

2 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。

2.1 採花

花きを収穫すること。

2.2 切り花

花きを採花（2.1）したもの。

2.3 日持ち

切り花（2.2）が観賞できる期間。

2.4 ほ場

花きを栽培する場所。

2.5 水揚げ

切り花（2.2）に水分を補給させること。

2.6 品質保持剤

エチレン阻害剤，抗菌剤，糖類等の品質の保持を目的とした薬剤。

2.7 前処理

採花後の切り花（2.2）の日持ちを向上させる目的で，品質保持剤（2.6）を施すこと。

2.8 作業場

調整，結束，こん包，その他採花以降出荷前までの全ての作業工程を行う場所。

2.9 出荷

生産者が集荷場，卸売市場等に輸送すること。

2.10 湿式輸送

切り花（2.2）を水等に浸して運ぶ形態。

3 日持ち管理

3.1 栽培管理

ほ場は、次の事項を満たさなければならない。

- a) 除草していなければならない。
- b) 病害虫を誘引する可能性がある病気にかかった花き、これを取除いたその一部、ごみ等をほ場内に放置してはならない。また、施設栽培の場合にあつては、あらかじめ栽培期間中の管理温度を設定した上で、その温度で管理されていなければならない。

3.2 採花時の管理

強光下での作業や葉がしおれた花きの採花は、行ってはならない。

3.3 水揚げ及び前処理の管理

水揚げ及び前処理を行うに当たり、次の事項を満たさなければならない。

- a) 清潔な状態で行わなければならない。
- b) 使用する水は、水道水を使用しなければならない。ただし、清澄な水に抗菌剤を適切に使用した水を使用する場合は、この限りではない。
- c) 必要に応じて、品質保持剤を適切に使用しなければならない。

3.4 作業場の管理

病害虫を誘引する可能性がある病気にかかった花き、これを取除いたその一部、ごみ等を作業場に放置してはならない。

3.5 採花から出荷前までの管理

採花から出荷前までの管理は、次のいずれかによる。

- a) 作業中の気温は 25℃以下とし、採花からおおむね 24 時間以内に作業を終了し、作業を行わないときは気温 15℃以下で保管する。また、採花から出荷前までの時間は 72 時間以内とする。
- b) 作業中の気温管理が困難な場合は、採花からおおむね 12 時間以内に作業を終了し、作業を行わないときは気温 15℃以下で保管する。また、採花から出荷前までの時間は 72 時間以内とする。
- c) 保管中の気温管理が困難な場合は、作業中の気温は 25℃以下とし、採花から出荷前までの時間をおおむね 24 時間以内とする。
- d) 作業中及び保管中の気温管理が困難な場合は、採花から出荷前までの時間をおおむね 12 時間以内とする。

3.6 出荷管理

3.6.1 出荷

出荷先までは、直射日光や風雨にさらされない状態で 15℃以下の温度管理が可能な輸送手段を使用しなければならない。ただし、出荷先までの輸送にかかる所要時間がおおむね 1 時間以内の場合における温度管理については、この限りではない。

3.6.2 湿式輸送

湿式輸送を行う場合は、抗菌剤を主成分とする品質保持剤を使用しなければならない。

4 保守点検

4.1 設備

ほ場内の機械及び器具類の作動状況については、日常点検及び定期点検を実施しなければならない。

4.2 冷蔵保管する場所

切り花の保管に使用する場合は、適切に管理しなければならない。

4.3 器具

4.3.1 採花及び調整

ハサミ等の器具は、使用前に消毒をしなければならない。

4.3.2 水揚げ及び前処理

使用する器具は、清潔な状態を維持しなければならない。

5 表示

格付の表示に近接して、出荷の年月日を出荷の年月日である旨がわかるように記載しなければならない。

附属書 A (参考) 生産行程の管理体制

この規格に適合する切り花には、次の管理体制以上の管理体制が要求される。

A.1 生産及び保管に係る施設

A.1.1 生産に係る施設

ほ場及び作業場は、**3.1** 及び **3.4** の基準に適合していなければならない。また、**4.1** に従い、管理を行うのに支障のない広さ及び構造でなければならない。

A.1.2 保管に係る施設

3.5 の基準に従い、管理を行うのに支障のない広さ及び構造であり、適切に清掃されていなければならない。また、**4.2** の項の基準に従い、管理を行うのに支障のない広さ及び構造であり、適切に清掃されていなければならない。

A.2 生産行程の管理又は把握の実施方法

A.2.1 生産行程管理責任者の職務

A.3 の **b)** に規定する生産行程管理責任者に、次の職務を行わせなければならない。

- a) 生産行程の管理（外注管理（生産行程の管理の一部を外部の者に委託して行わせることをいう。）を含む。）又は把握に関する計画の立案及び推進
- b) 生産行程の管理において外注管理を行う場合にあっては、外注先の選定基準、外注内容、外注手続等当該外注に関する管理又は把握に関する計画の立案及び推進
- c) 生産行程において生じた異常等に関する処置又は指導

A.2.2 内部規程の整備

次の事項について、内部規程を具体的かつ体系的に整備していなければならない。

- a) 栽培管理に関する事項
- b) 採花時の管理に関する事項
- c) 水揚げ及び前処理の管理に関する事項
- d) 作業場の管理に関する事項
- e) 採花から出荷前の管理に関する事項
- f) 切り花を冷蔵保管する場合にあっては、保管管理に関する事項
- g) 出荷管理に関する事項
- h) 生産に使用する機械及び器具に関する事項
- i) 生産行程の管理又は把握に係る記録の作成並びに当該記録及びその根拠となる書類の保存期間に関する事項
- j) 苦情処理に関する事項
- k) 年間の生産計画の策定及び当該計画の認証機関（登録認証機関又は登録外国認証機関をいう。以下同じ。）への通知に関する事項
- l) 生産行程の管理又は把握の実施状況についての認証機関による確認等の業務の適切な実施に関し、必要な事項

A.2.3 記録の管理

内部規程に基づいて生産行程の管理を行い，その記録を作成及び保存していなければならない。

A.2.4 内部規程の見直し

内部規程の適切な見直しを定期的に行い，かつ，従業員に十分周知しなければならない。

A.3 生産行程行程の管理又は把握を担当する者の能力及び人数

生産行程管理担当者及び生産行程管理責任者については，次の事項を満たさなければならない。

- a) **生産行程管理担当者** 生産行程の管理又は把握を担当する者として，日持ち生産管理切り花の生産行程管理に関する知識をもつ者が一人以上（当該生産行程管理者が複数の生産及び保管に係る施設を管理し，又は把握している場合にあっては，当該施設の数，分散の状況等に応じて適正な生産行程の管理又は把握を行うのに必要な人数以上）置かれていなければならない。
- b) **生産行程管理責任者** 生産行程管理責任者を，次のとおり選任されていなければならない。
 - 1) 生産行程管理担当者が一人置かれている場合にあっては，その者を生産行程責任者として，選任されていなければならない。
 - 2) 生産行程管理担当者が複数置かれている場合にあっては，生産行程管理担当者の中から一人選任されていなければならない。

日本農林規格

JAS
番号：2018

べにふうき緑茶中のメチル化カテキンの定量 － 高速液体クロマトグラフ法（案）

Determination of the O-methylated Catechin in ‘Benifuuki’ Green Tea (Camellia sinensis L.) – High-performance liquid chromatographic method

警告 この規格に基づいて試験を行う者は、通常の実験室での作業に精通していることを前提とする。この規格は、その使用に関連して起こる全ての安全上の問題を取り扱おうとするものではない。この規格の利用者は、各自の責任において安全及び健康に対する適切な処置をとり、法令等を遵守する。

1 適用範囲

この規格は、べにふうき（茶農林 44 号）だけの緑茶の茶葉及びその粉末中のメチル化カテキン類のうち（-）-エピガロカテキン 3-(3"-O-メチル)ガレート（以下、EGCG3"Me という。）の測定のための高速液体クロマトグラフ法について規定する。

2 引用規格

次に掲げる規格は、その内容の一部又は全てが、そ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、最新版（追補を含む。）を適用する。

ISO 565 Test sieves — Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet — Nominal sizes of openings

ISO 648 Laboratory glassware — Single-volume pipettes

注記 対応日本工業規格：JIS R 3505 ガラス製体積計（MOD）

ISO 1042 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks

注記 対応日本工業規格：JIS R 3505 ガラス製体積計（MOD）

ISO 3310-1 Test sieves — Technical requirements and testing — Part 1: Test sieves of metal wire cloth

注記 対応日本工業規格：JIS Z 8801-1 試験用ふるい—第 1 部：金属製網ふるい（MOD）

ISO 8655-2 Piston-operated volumetric apparatus — Part 2: Piston pipettes

注記 対応日本工業規格：JIS K 0970 ピストン式ピペット（MOD）

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

JIS K 8101 エタノール（99.5）（試薬）

JIS K 8107 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物（試薬）

JIS K 9005 リン酸（試薬）

JIS K 9502 L(+)-アスコルビン酸（試薬）

JIS P 3801 ろ紙（化学分析用）

3 測定原理

粉碎した茶葉の測定試料から、30℃でリン酸/エタノール混合抽出溶媒によってEGCG3"Meを抽出する。抽出物は、メンブランフィルターでろ過する。紫外可視吸光光度検出器付き高速液体クロマトグラフ（以下、HPLCという。）を用いたグラジエント溶離で、抽出物の中のEGCG3"Meを測定する。

4 試薬

他に規定のない限り、分析用と認められた試薬だけ使用する。

警告 試薬の使用に関して、法律上の規制を遵守することは、この規格の使用者の責任である。

4.1 水 JIS K 0557 が規定する A3 以上の品質のもの。

4.2 EGCG3"Me 純度 99 %以上（HPLC）のもの。

4.3 リン酸 JIS K 9005 が規定する特級又は同等以上の品質のもの。

4.4 エタノール JIS K 8101 が規定する特級又は同等以上の品質のもの。

4.5 メタノール 高速液体クロマトグラフ用のもの。

4.6 アセトニトリル 高速液体クロマトグラフ用のもの。

4.7 アスコルビン酸 JIS K 9502 が規定する特級又は同等以上の品質のもの。

4.8 エチレンジアミン四酢酸二水素二ナトリウム二水和物（以下、EDTA2Naという。） JIS K 8107 が規定する特級又は同等以上の品質のもの。

4.9 やぶきた緑茶 やぶきた（茶農林 6 号）緑茶の茶葉又は粉末茶。

4.10 リン酸溶液 約 2 %に相当する水溶液。

水（4.1）とりん酸（4.3）とを 49 : 1（体積分率）で混合する。

4.11 抽出溶媒 リン酸溶液/エタノール混合液。

エタノール（4.4）とりん酸溶液（4.10）とを 1 : 1（体積分率）で混合する。

4.12 希釈用溶媒 1.00 g/L EDTA 含有 1.76g/L アスコルビン酸水溶液。

水（4.1）1 000 mL 当たりアスコルビン酸（4.7）1.76 g と EDTA2Na（4.8）1.00 g とを溶解する。

4.13 ブランク抽出液 やぶきた緑茶抽出液。

箇条 6 及び 7.1 に従って、やぶきた緑茶（4.9）から抽出液を得る。7.3 に従って、ブランク試料の抽出液のクロマトグラムを得て、EGCG3"Me のピークが検出限界以下であることを確認する。

ブランク抽出液をラベルされた褐色不活性処理済バイアル（5.8）へ入れ、冷凍保存する。使用前に冷凍庫から取り出し、室温に解凍する。ブランク抽出液の残りは捨て、再凍結しない。

注記 1 シグナル (S) とノイズ (N) の比 (S/N 比) の値が 3 であるときの目的成分量を検出限界とすることができる。検出器出力の平均値を線で結ぶことで得られるノイズを含まないクロマトグラムにおける、ベースラインから EGCG3"Me のピークの頂点までのピーク高さをシグナル (S) とする (JIS K 0124 参照)。ブランク試料の抽出液のクロマトグラムでの EGCG3"Me のピークの前後（ピーク半値幅の 20 倍の範囲）のベースラインにおける出力信号の最大値と最小値の差の振れ幅の 1/2 をノイズ (N) とする (JIS K 0124 参照)。

注記 2 -25℃以下で冷凍保存されたブランク抽出液は、少なくとも 3 か月間安定した状態を保つことが確認されている。

4.14 HPLC 移動相

4.14.1 移動相 A 0.2 %に相当するりん酸水溶液。

水 (4.1) とりん酸 (4.3) とを 420 : 1 (体積分率) で混ぜる。

注記 適切に脱気することによって, HPLC 測定への移動相内の溶存気体の影響が小さくなる。

4.14.2 移動相 B メタノール/アセトニトリル混合液。

メタノール (4.5) とアセトニトリル (4.6) とを 18 : 5 (体積分率) で混ぜる。

注記 適切に脱気することによって, HPLC 測定への移動相内の溶存気体の影響が小さくなる。

4.15 EGCG3"Me 標準原液 100 µg/mL 相当

EGCG3"Me 濃度が 100 µg/mL となるように, EGCG3"Me (4.2) 2 mg 以上を 0.001 mg の桁まで全量フラスコ (5.3) にはかりとる。

注記 1 附属書 A に示す試験室間共同実験では, すす箔を用いて, EGCG3"Me 4.970 mg を 50 mL 全量フラスコにはかりとった (EGCG3"Me 濃度 : 99.40 µg/mL)。

希釈用溶媒 (4.12) を加え, 十分に溶解させる (例えば超音波処理)。希釈用溶媒を標線まで加えて定容する。標準原液をラベルされた褐色不活性処理済バイアル (5.8) へ入れ, 冷凍保存する。

注記 2 溶液中の EGCG3"Me は分解しやすいため, 標準原液へ EDTA を添加し, 褐色不活性処理済バイアルで保存することは重要である。

注記 3 -25 °C 以下で冷凍保存された標準原液は, 少なくとも 2 か月間安定した状態を保つことが確認されている。

使用前に冷凍庫から取り出し, 室温に解凍する。調製した標準原液中の実際の EGCG3"Me 濃度 (µg/mL) を算出する。

4.16 標準液

4.16.1 一般事項

EGCG3"Me の標準液を 5 段階以上の濃度に調製する。EGCG3"Me 濃度の最も高い標準液は, EGCG3"Me のピークに他のピークが重ならない濃度とする (7.3.2 参照)。一連の標準液は, EGCG3"Me 標準原液 (4.15) のバイアルの 1 つから調製する。使用する日に新たに溶液を調製する。標準原液の残りは捨て, 再凍結しない。

注記 EGCG3"Me がクロマトグラフの金属部分へ吸着すると考えられるので, 一連の標準液にブランク抽出液 (4.13) を添加することは重要である。

4.16.2 一連の標準液

全量ピペット (5.6) 又はピストン式ピペット (5.7) を用いて, EGCG3"Me 標準原液 (4.15) と希釈用溶媒 (4.12) とブランク抽出液 (4.13) とを, 褐色不活性処理済バイアル (5.8) に移し, 混合する。各標準液中の実際の EGCG3"Me 濃度 (µg/mL) を算出する。

注記 附属書 A に示す試験室間共同実験では, 表 1 に示す標準液 A, B, C, D 及び E を使用した。

表 1 — 標準液 A, B, C, D 及び E の調製

標準液	EGCG3"Me 標準原液の採取量, µL	希釈用溶媒の採取量, µL	ブランク抽出液の採取量, µL	標準液の濃度, µg/mL 相当
A	500	400	100	50.0
B	250	650	100	25.0
C	100	800	100	10.0
D	50	850	100	5.00

E	10	890	100	1.00
注記 与えられた値は、一例である。				

5 装置及び器具

通常の実験器具及び装置のほか、特に次のものとする。

- 5.1 化学天びん 最小表示桁数が 0.1 mg のもの及び 0.001 mg のもの。
- 5.2 ふるい ISO 565 又は ISO 3310-1 が規定する公称目開き 355 µm のもの。
- 5.3 全量フラスコ ISO 1042 が規定するクラス A のもので、標準溶液及び試料抽出物の希釈並びに抽出のための容量範囲をカバーするもの。
- 5.4 恒温水槽 (30 ± 3) °C に温度設定が可能なもの。
- 5.5 メンブランフィルター 親水性 PTFE で、孔径が 0.45 µm のもの。
- 5.6 全量ピペット ISO 648 が規定するクラス A のもので、標準溶液と試料抽出物の希釈のための容量範囲をカバーするもの。
- 5.7 ピストン式ピペット ISO 8655-2 が規定する容量可変で空気置換式 (type A) のピストン式ピペットで、標準溶液と試料抽出物の希釈のための容量範囲をカバーするもの。
- 5.8 褐色不活性処理済バイアル 褐色ガラス製の不活性処理済で容量が 2 mL のもの。蓋のセプタムは、PTFE 製又は PTFE でコーティングされたもの。希釈標準液用 (4.16.2 参照)。

5.9 HPLC 装置

- 5.9.1 高速液体クロマトグラフ JIS K 0124 が規定する 2 液混合グラジエントが可能で、脱気装置、カラムオーブン、オートサンプラー、UV 検出器 (272 nm) 及びデータ処理部を備えたもの。PDA 検出器を使用してもよい。

- 5.9.2 HPLC 用カラム 次の特性を持つ C18 (ODS) 逆相カラム。

- 長さ : 150 mm
 - 内径 : 4.6 mm
 - 粒子径 : 5 µm
 - 12 分以内に EGCG2"Me が他の成分の影響を受けない状態で溶出するもの。7.3 に従って EGCG3"Me の保持時間を確認する。
- ガードカラムを使用する場合は、測定に用いるカラムに対応するものを使用する。

6 試験用試料の調製

適切な粉砕器を使用して茶葉を粉砕する。粉砕した試料又は粉末茶試料をふるい (5.2) に通す。直ちに

- 7.1 の操作を行う、又は試験用試料を冷凍保存する。

注記 -25 °C 以下で冷凍保存された粉砕試料は、少なくとも 1 週間安定した状態を保つことが確認されている。

冷凍保存した試験用試料を抽出 (7.1) 前に冷凍庫から取り出し、室温に解凍する。

7 手順

7.1 抽出

試験用試料 (箇条 6) 240 mg ~ 260 mg を 0.1 mg の桁まで 25 mL 容の全量フラスコ (5.3) にはかりとる。抽出溶媒 (4.11) 20 mL を加え、軽く混合する。試料の入った全量フラスコを 30 °C に設定した恒温水槽

(5.4) に入れ、60 分間静置する。恒温水槽から全量フラスコを取り出し、室温になるまで静置する。水 (4.1) を標線まで加えて定容し、混ぜる。

混合物をろ紙でろ過する（最初のろ過した液は捨てる）。ろ過した液をメンブランフィルター (5.5) でろ過（最初のろ液は捨てる）し、ろ液約 1.5 mL を回収する。試料抽出物を冷凍保存した場合は、希釈前に冷凍庫から取り出し、室温に解凍する。

注記 -25 °C 以下で冷凍保存された試料抽出物は、少なくとも 2 か月間安定した状態を保つことが確認されている。

7.2 希釈

全量フラスコ (5.3) , 全量ピペット (5.6) 又はピストン式ピペット (5.7) を用いて、試料抽出物 (7.1) を水 (4.1) で希釈する。試料抽出物と水とを 1 : 9 (体積分率) で混ぜることが望ましい。試料抽出物希釈液を褐色不活性処理済バイアル (5.8) に移す。直ちに 7.3 の操作を行う。

7.3 測定

7.3.1 HPLC 条件の設定

メーカーの取扱説明書に従って、HPLC 装置 (5.9) をセットアップする。設定は次による。

- a) 移動相 (4.14) の流量 : 1.0 mL/min
- b) カラム (5.9.2) の設定温度 : 40 °C
- c) 検出波長 : 272 nm
- d) 注入量 : 10 µL
- e) 溶出条件 : 12 分間は移動相 A (4.14.1) を 77 % 及び移動相 B (4.14.2) を 23 % とする。その後、移動相 B の比率を高くし、迅速に残りの成分を溶出する。次に、移動相 A を 77 % 及び移動相 B を 23 % に再設定して、次の注入の前の約 10 分間、平衡化する。

注記 附属書 A に示す試験室間共同実験では、表 2 に示す 2 液グラジエント条件を使用した。

表 2—2 液グラジエント条件

時間 (分)	移動相 A (体積分率%)	移動相 B (体積分率%)
0~12	77	23
12~20	30	70
20~30	77	23
注記 与えられた値は、一例である。		

7.3.2 HPLC 測定

安定化させるために、全体のシステムを稼働させておく。設定した HPLC 条件 (7.3.1) で作動させた際、ベースラインの変動が EGCG3"Me の測定に支障がないことを確認する。一連の標準液 (4.16.2) のうち、最も濃度の高い標準液（例えば表 1 に示す標準液 A）をカラムに注入し、得られたクロマトグラムで、EGCG3"Me の測定を妨害するピークがないことを確認する。その後、一連の標準液をそれぞれカラムに注入し、続いて試料抽出物希釈液 (7.2) を注入する。一定の間隔（通常、5 つの試料溶液の後）を置いて、一つの濃度の標準液（例えば表 1 に示す標準液 C）の注入を繰り返すことが望ましい。

注記 一定の間隔で注入された標準液の各ピーク面積の“最大値/最小値”の比を算出した値は、通常 11/9 以下である。

データ収集/総合システムを使用して、標準液及び測定用試料溶液全てのピークのデータを集める。

7.4 同定

試料溶液について、同じ HPLC 条件 (7.3.1) 下での標準液のクロマトグラムから得られた EGCG3"Me の保持時間と一致したピークを、EGCG3"Me と同定する。

注記 やぶきた緑茶及びべにふうき緑茶の典型的な HPLC クロマトグラムを**附属書 B**に示す。

8 計算

8.1 一般事項

EGCG3"Me の量は、ピーク面積から検量線によって分析成分の量を求める絶対検量線法を用いて算出する。JIS K 0124 に従って、標準液及び試料で同じベースラインの引き方をする。

8.2 定量

各標準液のためにデータ処理装置によって得られたピーク面積に対する EGCG3"Me の実際の濃度から、直線的な検量線を作成する。作成した検量線の相関係数は 0.995 以上であるものとする。

各試料溶液中の EGCG3"Me の濃度 (μg/mL) を算出する。べにふうき茶葉試料又は粉末試料中の EGCG3"Me の含有量 w_c (g/kg) は、次の式によって与えられる：

$$w_c = \frac{C \times V \times d \times 1\,000}{m \times 1\,000}$$

ここに、

C ： 試料抽出物希釈液中の EGCG3"Me の濃度 (μg/mL)

V ： 抽出溶媒の量 (mL) , 通常 25

d ： 試料抽出物希釈液調製時 (7.2) の希釈倍率, 通常 10

m ： 測定用試料の質量 (mg)

8.3 結果の表現

有効数字 3 桁 (例えば質量分率 15.5 g/kg) で結果を表示する。

9 精度

9.1 試験室間共同実験

この試験方法の精度を判断するための試験室間共同実験の詳細は**附属書 A**にまとめられる。この試験室間共同実験から得られた値は、そこで与えられた濃度範囲 (10.8 g/kg～18.9 g/kg) 及びマトリックス以外に適切でないこともある。

9.2 併行精度

同一とみなせる試料で同じ試験者が同じ装置を使って可能な限り短い時間間隔で試験して得られた 2 つの測定結果の差が、**表 A.1** に示す併行許容差 (r) を越えるのは、規定の操作を間違いなく行っていれば平均して 20 回に 1 回以下であると期待される^[1]。

9.3 室間再現精度

同一とみなせる試料について同じ方法を用い、異なる試験室で、異なる試験者が、異なる装置を用いて得られた測定結果の差が、**表 A.1** に示す再現許容差 (R) を越えるのは、規定の操作を間違いなく行っていれば平均して 20 回に 1 回以下であると期待される^[1]。

10 質管理

試験所は、試験のための内部質管理手順を持つものとする。

11 試験報告書

試験報告書には少なくとも次の事項を記載する。

- a) この規格の名称又は規格番号
- b) 試験試料を識別する詳細
- c) 試験年月日
- d) 試験結果

附属書 A (参考)

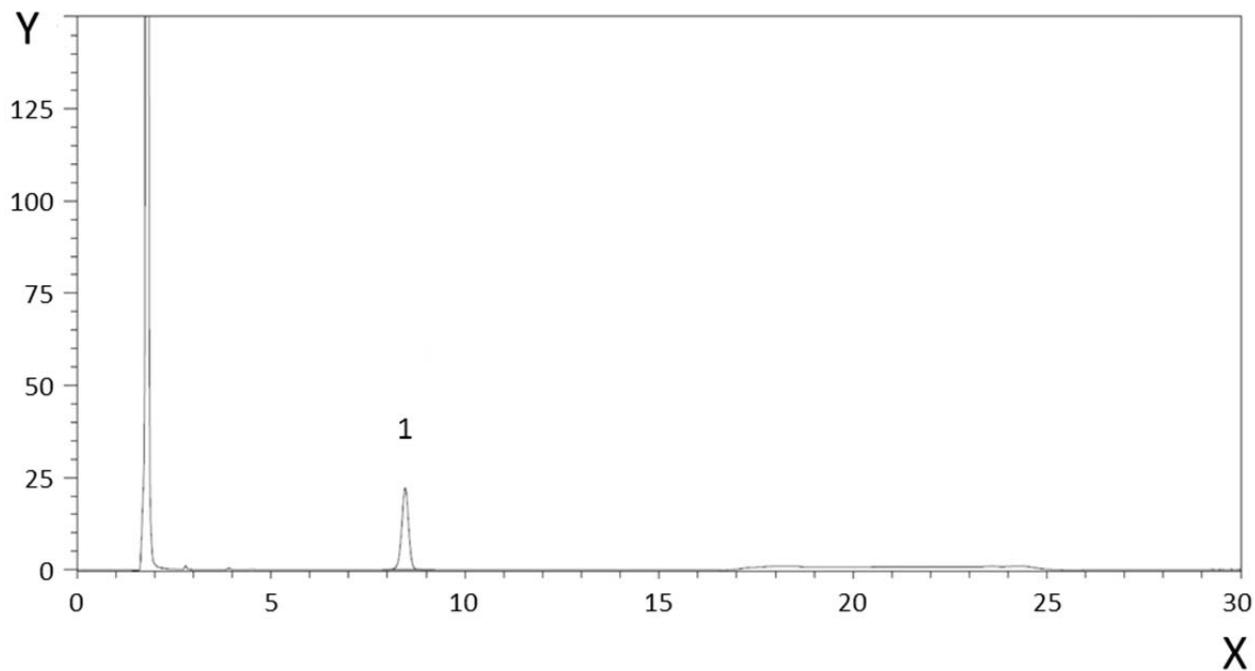
試験室間共同実験の結果

この試験室間共同実験は、平成 27 年に IUPAC 共同実験ガイドライン^[2]に従って国内で行われ、表 A.1^[3]に示す統計結果が得られた。市販のべにふうき茶葉及び粉末茶から、均質な^[4]試験試料が調製された。この試験室間共同実験の主催機関である独立行政法人農林水産消費安全技術センターは、手順書及び試験試料だけでなく、既知濃度の EGCG3"Me 標準原液及びブランク抽出液も参加試験室に配付した。各参加試験室は、手順書に従って、合計 10 試験試料（5 濃度の非明示試料を各 2 点）を試験した。

表 A.1 — 試験室間共同実験の結果

試料識別	試料 1 (茶葉)	試料 2 (粉末茶)	試料 3 (粉末茶)	試料 4 (粉末茶)	試料 5 (粉末茶)
参加試験室数	10	10	10	10	10
採択された試験結果の数	10	8	10	8	10
EGCG3"Me 含有量の平均値, g/kg	10.85	10.77	13.65	15.59	18.89
併行標準偏差 s_r , g/kg	0.22	0.15	0.20	0.21	0.30
併行相対標準偏差, %	2.0	1.4	1.5	1.4	1.6
併行許容差 r ($r = 2.8 s_r$), g/kg	0.61	0.42	0.57	0.59	0.25
室間再現標準偏差 s_R , g/kg	0.62	0.17	0.54	0.25	0.76
室間再現相対標準偏差, %	5.7	1.6	4.0	1.6	4.0
室間再現許容差 R ($R = 2.8 s_R$), g/kg	1.7	0.47	1.5	0.71	0.21

附属書 B
(参考)
典型的な HPLC クロマトグラム



凡例

X 保持時間 (min)

Y レスポンス (mAU)

1 EGCG3"Me

図 B.1 — EGCG3"Me 溶液

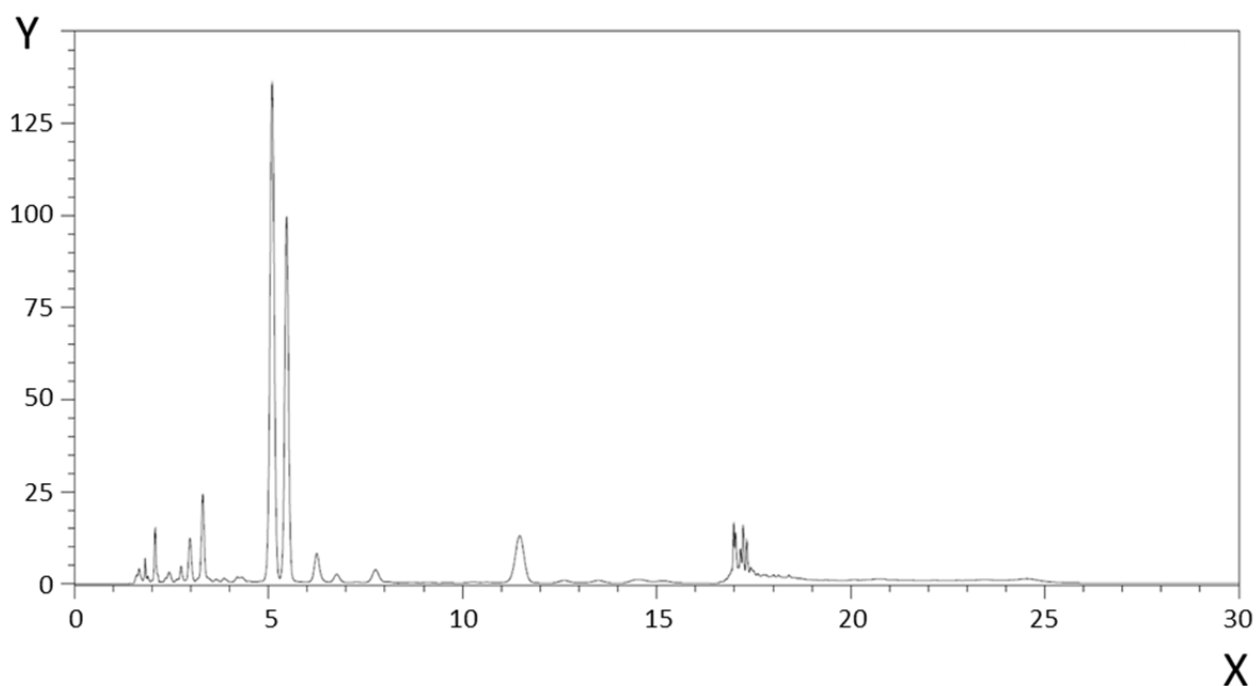
HPLC 条件

HPLC 条件は 7.3.1 によるほか、次による。

a) カラム : Wakopak[®] Navi C18-5¹⁾

b) 2 液グラジエント条件 : 表 2

1) Wakopak[®]は、商業的に入手可能な適切な製品の一例である。この情報は、この規格の利用者の便宜のために示しており、農林水産省が、この製品を推奨するものではない。



凡例

X 保持時間 (min)

Y レスポンス (mAU)

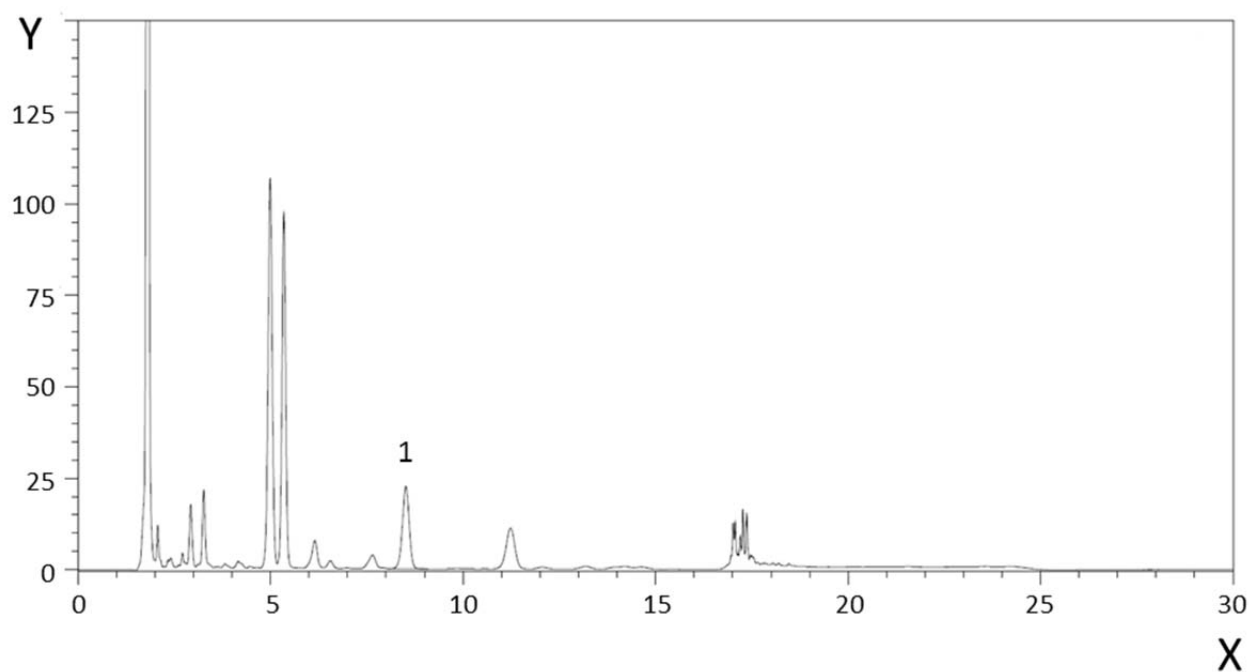
図 B.2 — やぶきた緑茶抽出液

HPLC 条件

HPLC 条件は 7.3.1 によるほか、次による。

- a) カラム：Wakopak[®] Navi C18-5²⁾
- b) 2 液グラジエント条件：表 2

2) Wakopak[®]は、商業的に入手可能な適切な製品の一例である。この情報は、この規格の利用者の便宜のために示しており、農林水産省が、この製品を推奨するものではない。



凡例

X 保持時間 (min)

Y レスポンス (mAU)

1 EGCG3"Me

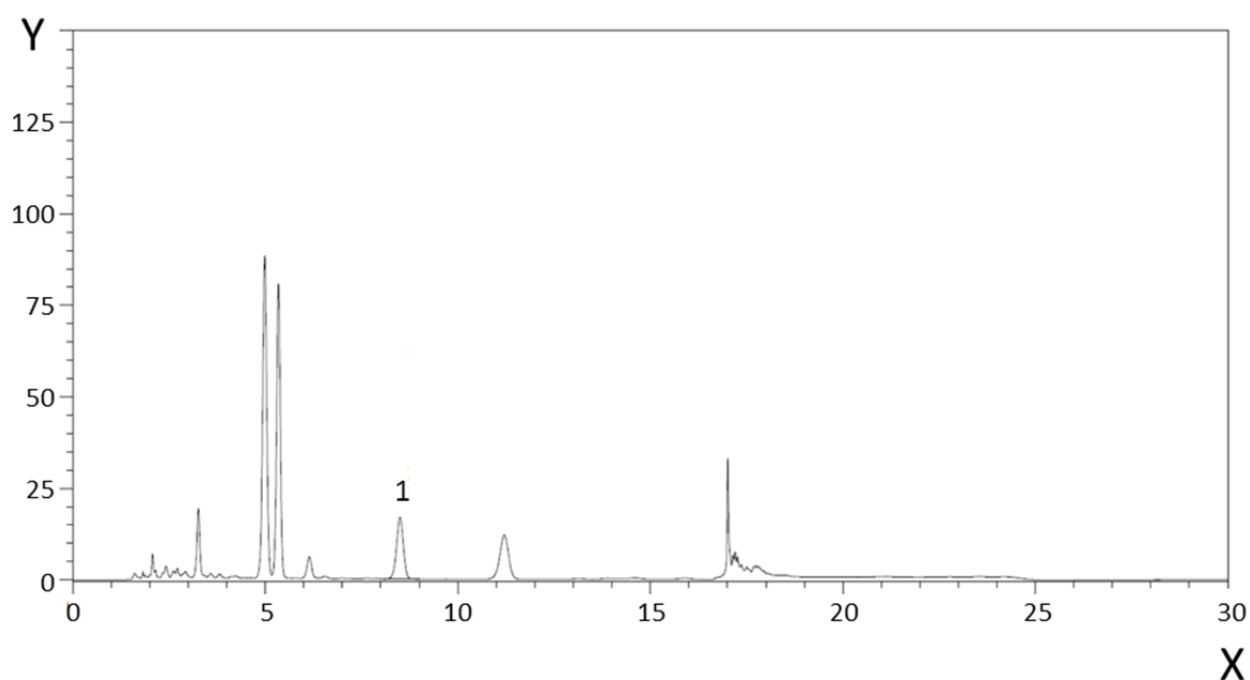
図 B.3 — やぶきた緑茶抽出液を含む EGCG3"Me 標準液

HPLC 条件

HPLC 条件は 7.3.1 によるほか、次による。

- a) カラム：Wakopak® Navi C18-5³⁾
- b) 2 液グラジエント条件：表 2

3) Wakopak®は、商業的に入手可能な適切な製品の一例である。この情報は、この規格の利用者の便宜のために示しており、農林水産省が、この製品を推奨するものではない。



凡例

X 保持時間 (min)

Y レスポンス (mAU)

1 EGCG3"Me

図 B.4 — ペにふうき緑茶抽出物希釈液

HPLC 条件

HPLC 条件は 7.3.1 によるほか、次による。

- a) カラム：Wakopak[®] Navi C18-5⁴⁾
- b) 2 液グラジエント条件：表 2

4) Wakopak[®]は、商業的に入手可能な適切な製品の一例である。この情報は、この規格の利用者の便宜のために示しており、農林水産省が、この製品を推奨するものではない。

参考文献

- [1] **ISO 5725**（規格群） Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
注記 対応日本工業規格：**JIS Z 8402**（規格群） 測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）
（IDT）
- [2] Horwitz, W., Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies, *Pure & Appl. Chem.*, 1995, **67**(2), p. 331–343
- [3] 法邑雄司, 稗島佑介, 児玉貴志, 田中真澄, 堀江秀樹, 鈴木忠直, 安井明美, ベにふうき緑茶中のメチル化カテキン測定法の室間共同試験による妥当性確認, *日本食品科学工学会誌*, 2016, **63**(7), p. 312–318.
- [4] 内藤成弘, 塚越芳樹, データの統計的取り扱い, *食糧*, 2008, **46**, p. 27–62.

日本農林規格

JAS
番号：2018

ウンシュウミカン中の β -クリプトキサンチンの定量 － 高速液体クロマトグラフ法（案） Determination of the β -cryptoxanthin in ‘Satsuma Mandarin’ － High-performance liquid chromatographic method

警告 この規格に基づいて試験を行う者は、通常の実験室での作業に精通していることを前提とする。この規格は、その使用に関連して起こる全ての安全上の問題を取り扱おうとするものではない。この規格の利用者は、各自の責任において安全及び健康に対する適切な処置をとり、法令等を遵守する。

1 適用範囲

この規格は、ウンシュウミカン（*Citrus unshiu* Marc.）（生果）の可食部中の β -クリプトキサンチン（以下、BCR という。）の測定のための高速液体クロマトグラフ法について規定する。

2 引用規格

次に掲げる規格は、その内容の一部又は全てが、そ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、最新版（追補を含む。）を適用する。

ISO 648 Laboratory glassware — Single-volume pipettes

注記 対応日本工業規格：JIS R 3505 ガラス製体積計（MOD）

ISO 1042 Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks

注記 対応日本工業規格：JIS R 3505 ガラス製体積計（MOD）

JIS K 0115 吸光光度分析通則

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

JIS K 8101 エタノール（99.5）（試薬）

JIS K 8150 塩化ナトリウム（試薬）

JIS K 8361 酢酸エチル（試薬）

JIS K 8574 水酸化カリウム（試薬）

JIS K 8593 石油エーテル（試薬）

JIS K 8780 ピロガロール（試薬）

JIS K 8839 2-プロパノール（試薬）

JIS K 8848 ヘキサン（試薬）

JIS K 8987 硫酸ナトリウム（試薬）

3 測定原理

粉碎した測定試料からエタノールによって BCR を抽出する。抽出物は水酸化カリウムでけん化する。ヘキサン及び酢酸エチルによって不けん化物を抽出する。紫外可視吸光光度検出器付き高速液体クロマトグラフ（以下、HPLC という。）を用いて抽出物の中の BCR を測定する。

4 試薬

他に規定のない限り、分析用と認められた試薬だけ使用する。

警告 試薬の使用に関して、法律上の規制を遵守することは、この規格の使用者の責任である。

4.1 水 JIS K 0557 が規定する A3 以上の品質のもの。

4.2 BCR HPLC によって純度が 99 %以上であることが確認されているもの。

4.3 エタノール JIS K 8101 が規定する特級又は同等以上の品質のもの。

4.4 ピロガロール JIS K 8780 が規定する特級又は同等以上の品質のもの。規定する濃度 99.5 %で、特級又は同等以上の品質のもの。

4.5 硫酸ナトリウム JIS K 8987 が規定する特級又は同等以上の品質のもの。

4.6 水酸化カリウム JIS K 8574 が規定する特級又は同等以上の品質のもの。

4.7 塩化ナトリウム JIS K 8150 が規定する特級又は同等以上の品質のもの。

4.8 ヘキサン JIS K 8848 が規定する特級又は同等以上の品質のもの。

4.9 酢酸エチル JIS K 8361 が規定する特級又は同等以上の品質のもの。

4.10 2-プロパノール JIS K 8839 が規定する特級又は同等以上の品質のもの。

4.11 メタノール 高速液体クロマトグラフ用のもの。

4.12 クロロホルム 高速液体クロマトグラフ用のもの。

4.13 パルミチン酸アスコルビル 97.0 %以上の純度のもの。

4.14 石油エーテル JIS K 8593 に規定する特級又は同等以上の品質のもの。

4.15 窒素 99.5 %以上の純度のもの。

4.16 β -カロテン 90%以上の純度のもの。

4.17 ピロガロール溶液 30 g/L 含有エタノール溶液

エタノール (4.3) 1 L 当たりにピロガロール (4.4) 30 g を溶解する。茶褐色に変色したものは使用しない。

4.18 水酸化カリウム溶液 濃度 60 %相当のもの。

水 (4.1) 100 mL 当たりに水酸化カリウム (4.6) 60 g を溶解する。

警告 刺激性のガスが発生するので、ドラフト内等の換気のよい場所で作業を行う。

4.19 塩化ナトリウム溶液 濃度 1 %相当のもの。

水 (4.1) 1 L 当たりに塩化ナトリウム (4.7) 10 g を溶解する。

4.20 酢酸エチル/ヘキサン混合液

ヘキサン (4.8) と酢酸エチル (4.9) とを、9 : 1 (体積分率) で混合する。

4.21 HPLC 移動相

メタノール (4.11) とクロロホルム (4.12) とを 24:1 (体積分率) で混合した溶液 1L 当たりパルミチン酸アスコルビル (4.13) 0.05 g を溶解する。

注記 附属書 A に示す試験室間共同実験ではメタノール 960 mL にパルミチン酸アスコルビル 0.05 g を溶解した後、クロロホルム 40 mL を加えた。

4.22 BCR 標準原液

石油エーテル (4.14) 中に BCR (4.2) を 10 µg/mL の濃度で含む溶液 (例えば, BCR 1 mg では石油エーテル 100 mL) を調製する。溶液を蓋付き瓶に移し, 冷凍保存する。

注記 附属書 A に示す試験室間共同実験では, BCR 標準原液を -30 °C ~ -20 °C で保存した。-30 °C ~ -20 °C で冷凍保存された BCR 標準原液は, 少なくとも半年間安定した状態を保つことが確認されている。

使用前に冷凍庫から取り出し, 常温に戻した後に振り混ぜる。不溶物はメンブランフィルター (5.10) を用いて除く。

4.23 標準液

4.23.1 一般事項

BCR の標準液を 4 段階以上の濃度に調製する。濃度測定用溶液 (4.23.2) 及び 4.23.3 で規定されている次の一連の標準液は, BCR 標準原液 (4.22) の蓋付き瓶の 1 つから調製する。BCR 標準原液を解凍するたびに, その日のうちに濃度測定用溶液を調製し, その濃度を測定する。標準原液の残りは捨て, 再凍結しない。

4.23.2 濃度測定用溶液

全量ピペット (5.5) 及び全量フラスコ (5.6) を用いて, BCR 標準原液 (4.22) を石油エーテルで 5 倍に希釈する。

注記 附属書 A に記載された試験室間共同実験では, BCR 標準原液 2 mL をはかりとり, 10 mL の全量フラスコに移した。

装置の説明書等に従い, 分光光度計 (5.12) のセットアップ及び操作を行う。石油エーテルを対照液として, 濃度測定用溶液の 452 nm の吸光度を測定する。次の式によって BCR 標準原液の BCR 濃度 ρ_1 (µg/mL) を求める。

$$\rho_1 = \frac{A \times V_2 \times 10\,000}{\epsilon V_1}$$

ここに,

A : 吸光度測定用標準溶液の 452 nm における吸光度 (石油エーテル, 1 cm セル)

ϵ : 濃度 1 %, 光路長 1 cm における BCR の吸光係数であり 2 386^{[6][7]}

V_1 : 使用した全量ピペットの容量 (mL), 共同実験では 2

V_2 : 使用した全量フラスコの容量 (mL), 共同実験では 10

直ちに 4.23.3 の操作を行う。

4.23.3 一連の標準液

全量ピペット (5.5) を用いて, BCR 標準原液 (4.22) の各容量をなす形フラスコ (5.8) にそれぞれはかりとる。これらの BCR 標準原液に窒素 (4.15) を穏やかに吹き付け, 石油エーテルを揮発させる。エタノール (4.3) を用いて, 各なす形フラスコ内のそれぞれの内容物を完全に溶かす (例えば 10 秒間程度の超音波処理)。その溶液を各全量フラスコ (5.6) に完全に移す。これらの全量フラスコにエタノールを標線まで加えて定容し, 振り混ぜる。混合した溶液をメンブランフィルター (5.10) でろ過し, バイアル (5.11) に入れる。次の式によって, 各 HPLC 用標準液の濃度 ρ_i (µg/mL) を求める。

$$\rho_i = \frac{\rho_1 \times V_3}{V_4}$$

ここに,

ρ_1 : 4.23.2 で得られた BCR 標準原液 (4.22) の BCR 濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

V_3 : 使用した全量ピペットの容量 (mL)

V_4 : 使用した全量フラスコの容量 (mL)

注記 1 附属書 A に示す試験室間共同実験では, 表 1 に示す標準液 A, B, C 及び D が使用された。

表 1 標準液の調製

標準液	全量ピペットの容量 (mL)	全量フラスコの容量 (mL)	HPLC 用標準液の BCR 濃度 ($\mu\text{g/mL}$ 相当)
A	1	5	2
B	1	10	1
C	0.5	10	0.5
D	0.5	20	0.25
注意 この値は一例である。			

調製した日に 7.5.2 の操作を行う, 又は各 HPLC 用標準液を冷凍保存する。

注記 2 $-30^\circ\text{C} \sim -20^\circ\text{C}$ で冷凍保存された標準液は, 少なくとも 1 週間安定した状態を保つことが確認されている。

冷凍保存した各 HPLC 用標準液は HPLC 測定 (7.5.2) 前に冷凍庫から取り出し, 常温に戻す。十分に混合し, 必要に応じて超音波洗浄器を用いて不溶物を溶解させた後, メンブランフィルターを用いてろ過する。

5 装置及び器具

通常の実験器具及び装置のほか, 特に次のものとする。

5.1 電子天びん 0.1 mg の桁まで量ることができるもので, ひょう量が 200 g より大きいもの。

5.2 遠心管 (遠沈管) 容量 50 mL 程度のガラス製で底部が丸底で, 蓋 (共栓又はねじ口の蓋) 付きのもの。十分な振とうに必要な空間を保持でき, 相対遠心加速度 $400 \times g$ で遠心分離ができること。原則として, 透明のもの。PTFE 製の有機溶剤及び強塩基性の溶液に耐性のある材質のパッキンを取り付けた蓋を用いる。

5.3 振とう器 遠心管を垂直往復振とうすることができるもの。

5.4 遠心分離器 相対遠心加速度 $400 \times g$ で遠心分離ができるもの。

警告 事故が発生しないように, 遠心分離器は, 装置の説明書等に従って操作する。

5.5 全量ピペット ISO 648 が規定するクラス A のもので, 標準溶液の希釈とけん化の操作のための容量範囲をカバーするもの。

5.6 全量フラスコ ISO 1042 が規定するクラス A のもので, 標準溶液の希釈と抽出, 溶解の操作のための容量範囲をカバーするもの。

5.7 恒温水槽 $(70 \pm 3)^\circ\text{C}$ に温度設定が可能なもので, 遠心管立てが入る大きさのもの。

5.8 なす形フラスコ 容量 100 mL の共通すり合わせなす形フラスコ等で, 使用するロータリーエバポレーターに装着可能で, かつ, 減圧濃縮に利用可能なもの。

5.9 ロータリーエバポレーター 水浴と減圧装置を備え、ヘキサン、酢酸エチル、エタノール等の溶媒を減圧留去できるもの。

5.10 メンブランフィルター フィルターが有機溶剤系の溶液のろ過に適した PTFE 製のもので、孔径が $0.20\ \mu\text{m}$ 以下のもの。フィルターとハウジングが一体であり、ハウジングの材質が有機溶剤に耐性のあるもの。

5.11 バイアル 使用する HPLC に適合したもの。不活性処理済のもの、不活性処理済のインサートバイアルを入れたもの又は影響がないことを確認したその他のガラス製のもの。蓋のセプタムは、PTFE 製又は PTFE でコーティングされたもの。

5.12 分光光度計 吸収セル (**5.13**) を固定できる吸収セルホルダーを備え、 $452\ \text{nm}$ における吸光度を測定できるもの。

5.13 吸収セル 光路長が $1\ \text{cm}$ で、石英製又はガラス製であること。蓋付きのものが望ましい。複数の吸収セルを使用する場合は、光学的特性が同等であることが保証されたものを用いる。

5.14 HPLC 装置

5.14.1 高速液体クロマトグラフ (HPLC) JIS K 0124 が規定する送液ポンプ、サーモスタット制御のカラム槽、 $455\ \text{nm}$ が設定できる紫外可視吸光度検出器及びデータ処理装置を持ち、脱気の態勢が整っているもの。

5.14.2 HPLC 用カラム 次の特性を持つ C18 (ODS) 逆相カラム。

— 長さ： $150\ \text{mm}$

— 内径： $4.6\ \text{mm}$

— 粒径： $3\ \mu\text{m}\sim 5\ \mu\text{m}$

— 20 分以内に β -カロテンが溶出するもの。**7.5** に従って β -カロテンの溶出時間及び BCR のピークに β -カロテンのピークが重なっていないことを確認する。

ガードカラムを使用する場合は、測定に用いるカラムに対応するものを使用する。

6 試験用試料の調製

試料の外果皮のみを除去した後、ホモジナイザー等を用いて粉砕する。

直ちに **7.1** の操作を行う、又は試験用試料を冷凍保存する。試験用試料を冷凍保存する場合は、調製後速やかにガラス製の密栓容器に入れる。冷凍保存した試験用試料を使用前に冷凍庫から取り出し、常温に戻し、よく混合する。

注記 1 試料は生果のまま冷蔵保存した場合、2 週間安定した状態を保つことが確認されている^[3]。

注記 2 $-20\ ^\circ\text{C}$ 以下で冷凍保存された粉砕試料は、少なくとも 2 か月安定した状態を保つことが確認されている。

7 手順

7.1 抽出

7.1.1 試験用試料 (箇条 **6**) 約 $2\ \text{g}$ を $0.1\ \text{mg}$ の桁まで遠心管 (**5.2**) にはかりとる。ピロガロール溶液 (**4.17**) $15\ \text{mL}$ 及び硫酸ナトリウム (**4.5**) $10\ \text{g}$ を加える。

7.1.2 振とう器 (**5.3**) で 5 分間激しく振とうする。遠心分離器 (**5.4**) で相対遠心加速度 $400\times g$ 程度で 5 分間遠心分離する。上澄み液を $50\ \text{mL}$ 容の全量フラスコ (**5.6**) に移す。

7.1.3 遠心管に残った液にピロガロール溶液 $15\ \text{mL}$ を加え、**7.1.2** の抽出操作を繰り返す。上澄み液は **7.1.**

2 の全量フラスコに合わせる。

7.1.4 7.1.3 の操作を繰り返す。

7.1.5 ピロガロール溶液を標線まで加えて定容し、振り混ぜて混合する。

7.2 けん化

全量ピペット (5.5) を用いて、7.1.5 の希釈液 10 mL を新しい遠心管 (5.2) に移し、水酸化カリウム溶液 (4.18) 1 mL を加える。穏やかに振り混ぜる。遠心管を 70 °C に設定した恒温水槽 (5.7) に入れ、5 分程度おきに遠心管を振り混ぜながら、30 分間加熱する。遠心管を水道水の入った水槽に入れて、室温まで冷却する。

7.3 不けん化物の回収

7.3.1 塩化ナトリウム溶液 (4.19) 20 mL と 2-プロパノール (4.10) 5 mL と酢酸エチル/ヘキサン混合液 (4.20) 12 mL とを 7.2 の遠心管に加え、振り混ぜる。

7.3.2 振とう器 (5.3) を用いて 5 分間激しく振とうする。遠心分離器 (5.4) で相対遠心加速度 $400 \times g$ 程度で 5 分間遠心分離を行う。上層をなす形フラスコ (5.8) に移す。

7.3.3 遠心管に残った液に酢酸エチル/ヘキサン混合液 12 mL を加える。7.3.2 の操作を繰り返す。上層は 7.3.2 のなす形フラスコに合わせる。

7.3.4 7.3.3 の操作を繰り返す。

7.3.5 ロータリーエバポレーター (5.9) を用いて、7.3.4 のなす形フラスコの有機溶媒を 40°C 以下でほとんど減圧留去する。窒素 (4.15) を穏やかに吹き付け乾固させる。

7.4 溶解

エタノール (4.3) を用いて、7.3.5 のなす形フラスコの内容物を完全に溶かす（例えば 10 秒間程度の超音波処理）。その溶液を全量フラスコ (5.6) に完全に移す。

注記 1 附属書 A に示す試験室間共同実験では 5 mL 容の全量フラスコを使用した。

全量フラスコにエタノールを標線まで加えて定容し、振り混ぜる。混合した溶液をメンブランフィルター (5.10) でろ過し、ろ液をバイアル (5.11) に回収する。

調製した日に HPLC 測定 (7.5.2) を行う、又は試料抽出物を冷凍保存する。

注記 2 -30°C ~ -20°C 冷凍保存された試料抽出物は、少なくとも 1 週間安定した状態を保つことが確認されている。

冷凍保存した試料抽出物は、測定日に常温に戻す。ボルテックスミキサー等を用いて混合し、不溶物を十分に溶解させる（例えば更に 10 秒間程度の超音波処理）。その後、メンブランフィルターを用いてろ過する。

7.5 測定

7.5.1 HPLC 条件の設定

メーカーの取扱説明書に従って、HPLC 装置 (5.14) をセットアップする。設定は次による。

冷却機能を持つ自動試料導入装置の設定温度は 20 °C にするのが望ましい。

- a) 移動相 (4.21) の流量 : 1.5 mL/min
- b) カラム (5.14.2) の設定温度 : 40 °C
- c) 検出波長 : 455 nm
- d) 注入量 : 20 µL
- e) 測定時間 : 25 分。β-カロテンの溶出が次の測定に影響しなければ、測定時間を短縮してもよい。

7.5.2 HPLC 測定

安定化させるために、全体のシステムを稼働させておく。設定した HPLC 条件 (7.5.1) で作動させた際、ベースラインの変動が BCR の測定に支障がないことを確認する。一連の標準液 (4.23.3) をカラムに注入し、続いて同じ量の試料抽出物 (7.4) を注入する。

7.5.3 同定

試料溶液について、同じ HPLC 条件 (7.5.1) 下での標準液のクロマトグラムから得られた BCR の保持時間と一致したピークを、BCR と同定する。

注記 ウンシュウミカンの典型的な HPLC クロマトグラムを**附属書 B**に示す。

8 計算

8.1 一般事項

BCR の量は、ピーク面積から検量線によって分析成分の量を求める絶対検量線法を用いて算出する。夾雑ピークに対しては、**JIS K 0124** が規定する垂線法又は接線法に従って適切に対処する。異性体由来のショルダーピークに対しては、それらのピーク面積を合算し BCR のピーク面積とする。

8.2 定量

一連の標準液 (4.23.3) 中のそれぞれの BCR の濃度 ($\mu\text{g/mL}$) を算出する。各標準のためにデータ処理装置 (5.14.1) によって得られたピーク面積に対する BCR の濃度から、直線的な検量線を作成する。作成した検量線の相関係数は 0.995 以上であるものとする。

各試料溶液中の BCR の濃度 ($\mu\text{g/mL}$) を算出する。ウンシュウミカン試料中の BCR 含有量 w_i (mg/kg) は、次の式によって与えられる。：

$$w_i = \frac{C \times V_5 \times d_1}{W \times d_2}$$

ここに、

C : 試料抽出物の BCR 濃度 ($\mu\text{g/mL}$)

V_5 : 回収した不けん化物の溶解 (7.4) 時の定容量 (mL) , 共同実験では 5

d_1 : 抽出 (7.1) 時の定容量 (mL) , 通常 50

d_2 : けん化 (7.2) する分取量 (mL) , 通常 10

W : 試料採取量 (g)

8.3 結果の表現

有効数字 3 桁 (例えば質量分率 10.8 mg/kg) で結果を表示する。

9 精度

9.1 試験室間共同実験

この試験方法の精度を判断するための試験室間共同実験の詳細は**附属書 A**にまとめられる。この試験室間共同実験から得られた値は、そこで与えられた濃度範囲 (4.73 mg/kg ～23.4 mg/kg) 及びマトリックス以外に適切でないこともある。

9.2 併行精度

同一とみなせる試料で同じ試験者が同じ装置を使って可能な限り短い時間間隔で試験して得られた 2 つの測定結果の差が、**表 A.1** に示す併行許容差 (r) を越えるのは、規定の操作を間違いなく行っていれば平均して 20 回に 1 回以下であると期待される^[1]。

9.3 室間再現精度

同一とみなせる試料について同じ方法を用い、異なる試験室で、異なる試験者が、異なる装置を用いて得られた測定結果の差が、表 A.1 に示す再現許容差 (R) を越えるのは、規定の操作を間違いなく行っていれば平均して 20 回に 1 回以下であると期待される^[1]。

10 質管理

試験所は、試験のための内部質管理手順を持つものとする。

11 試験報告書

試験報告書には少なくとも次の事項を記載する。

- a) この規格の名称又は規格番号
- b) 試験試料を識別する詳細
- c) 試験年月日
- d) 試験結果

附属書 A

(参考)

試験室間共同実験の結果

試験室間共同実験は、平成 27 年に IUPAC 共同実験ガイドライン^[2]に従って国内で行われ、表 A.1^[4]に示す統計結果が得られた。市販のウンシュウミカンの外果皮を除去した試料 150 g ～ 200 g に、試料質量の 10 % のピロガロールを抗酸化剤として加えて、粉碎器を用いて 12 000 rpm で 10 分間、粉碎した。

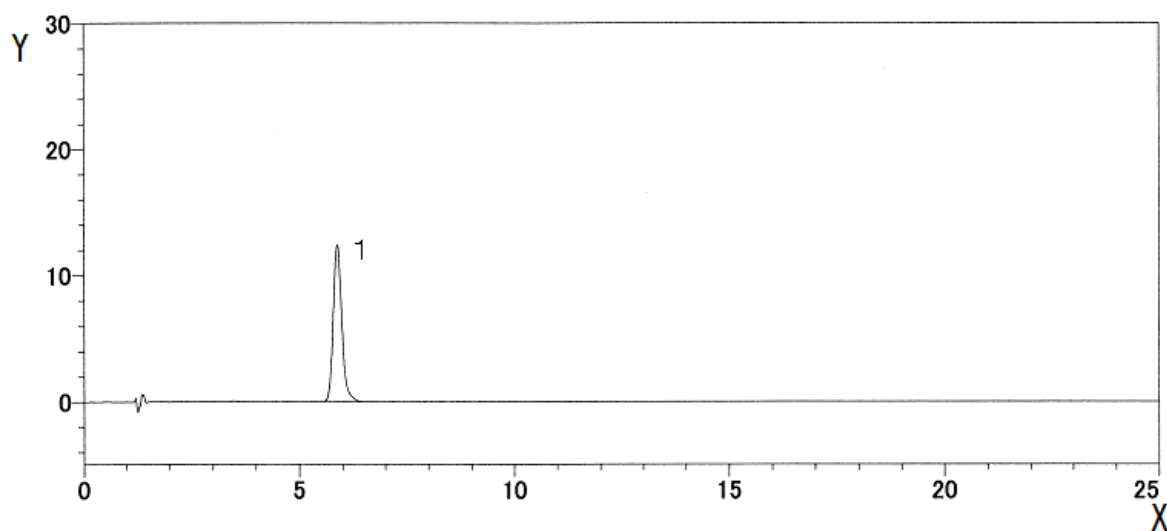
注記 カロテノイドは光、酸素、試料に含まれる酵素等によって分解することがあるため、抗酸化剤を添加した。

粉碎物について均質性^[5]を確認し、試験試料とした。この試験室間共同実験の主催機関である独立行政法人農林水産消費安全技術センターは、手順書及び試験試料を参加試験室に配付した。各試験室は、手順書に従って、合計 10 試験試料（5 濃度の非明示試料を各 2 点）を試験した。

表 A.1 — 試験室間共同実験の結果

試料識別	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5
参加試験室数	11	11	11	11	11
採択された試験結果の数	10	9	9	9	10
BCR 含有量の平均値, mg/kg	4.73	6.75	10.2	13.7	23.4
併行標準偏差 s_r , mg/kg	0.12	0.13	0.32	0.57	0.50
併行相対標準偏差, %	2.6	2.0	3.1	4.2	2.1
併行許容差 r ($r = 2.8 s_r$), mg/kg	0.34	0.36	0.90	1.6	1.4
室間再現標準偏差 s_R , mg/kg	0.67	0.61	1.0	1.3	2.6
室間再現相対標準偏差, %	14	9.0	9.9	9.6	11
室間再現許容差 R ($R = 2.8 s_R$), mg/kg	1.9	1.7	2.8	3.6	7.3

附属書 B
(参考)
典型的な HPLC クロマトグラム



凡例

X 保持時間 (min)

Y レスポンス (mV)

1 BCR

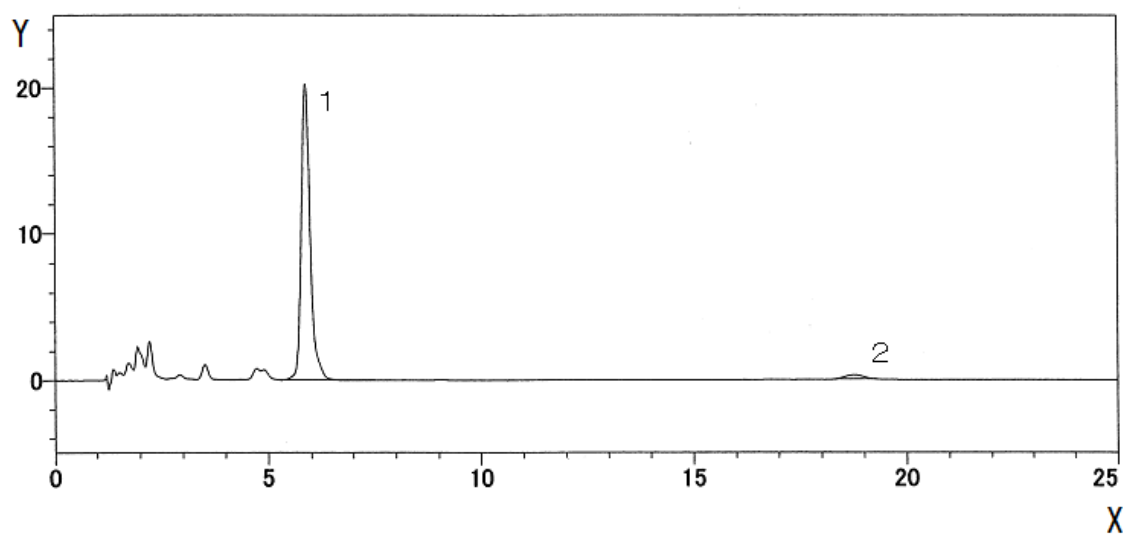
図 B.1 — BCR 標準液 B

HPLC 条件

HPLC 条件は **7.5.1** によるほか、次による。

a) カラム : Inertsil® ODS-3¹⁾

1) Inertsil®は、商業的に入手可能な適切な製品の一例である。この情報は、この規格の利用者の便宜のために示しており、農林水産省がこの製品を推奨するものではない。

**凡例**

X 保持時間 (min)

Y レスポンス (mV)

1 BCR

2 β -カロテン

図 B.2 — ウンシュウミカン抽出物

HPLC 条件

HPLC 条件は 7.5.1 によるほか、次による。

a) カラム : Inertsil[®] ODS-3²⁾

2) Inertsil[®]は、商業的に入手可能な適切な製品の一例である。この情報は、この規格の利用者の便宜のために示しており、農林水産省がこの製品を推奨するものではない。

参考文献

- [1] **ISO 5725**（規格群） Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
注記 対応日本工業規格：**JIS Z 8402**（規格群） 測定方法及び測定結果の精確さ（真度及び精度）
（IDT）
- [2] Horwitz, W., Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies, *Pure Appl. Chem.*, 1995, **67**(2), p. 331–343
- [3] Matsumoto, H., Ikoma, Y., Kato, M., Nakajima, N., Hasegawa, Y., Effect of Postharvest Temperature and Ethylene on Carotenoid Accumulation in the Flavedo and Juice Sacs of Satsuma Mandarin (*Citrus unshiu* Marc.) Fruit, *J. Agric. Food Chem.*, 2009, **57**(11), p. 4724–4732
- [4] 熊谷雅孝, 門倉雅史, 水田賢司, 田中真澄, 生駒吉識, 鈴木忠直, 安井明美, ウンシュウミカン中の β -クリプトキサンチン測定法の室間共同試験による妥当性確認, *日本食品科学工学会誌*, 2016, **63**(10), p. 450–454.
- [5] 内藤成弘, 塚越芳樹, データの統計的取り扱い, *食糧*, 2008, **46**, p. 27–62
- [6] 食品表示基準について（平成 27 年 3 月 30 日消食表第 139 号消費者庁次長通知）別添 栄養表示関係
- [7] Bauernfeind, J.C, Carotenoids as Colorants and Vitamin A Precursors, ACADEMIC PRESS, United States of America, 1981, p.893

改 正 案	旧																																
(有機畜産物の生産の原則) 第2条 有機畜産物は、農業の自然循環機能の維持増進を図るため、環境への負荷をできる限り低減して生産された飼料を給与すること及び動物用医薬品の使用を避けることを基本として、動物の生理学的及び行動学的要求に配慮して飼養すること又はこれらの家畜若しくは家さんから生産することとする。 (定義) 第3条 この規格において、次の表左欄の用語の定義は、それぞれ同表右欄のとおりとする。 <table><tr><th>用 語</th><th>定 義</th></tr><tr><td>有 機 畜 産 物</td><td>次条の基準に従い飼養された家畜若しくは家さん又は次条の基準に従いこれらから生産されたものをいう。</td></tr><tr><td>(略)</td><td>(略)</td></tr></table> (飼養及び生産の方法についての基準) 第4条 有機畜産物の飼養及び生産の方法についての基準は、次のとおりとする。 <table><tr><th>事 項</th><th>基 準</th></tr><tr><td>(略)</td><td>(略)</td></tr><tr><td>野外の飼育場</td><td>1 (略) 2 1の(5)の基準にかかわらず、有機飼料等及びこの表飼料の給与の項基準の欄1の(2)から(4)までに掲げる飼料（以下「有機畜産用購入飼料」という。）の合計が乾物重量換算で平均採食量の50%未満である場合は、使用禁止資材が使用されていないものであること。この場合においては、ほ場等に放牧された家畜は、当該ほ場等において使用禁止資材を最後に使用した日から起算して2年以上経過するまで飼養しなければならない。</td></tr><tr><td>家畜又は家さん</td><td>1 家畜にあつては、出産前に6月以上有機飼養された母親の子供であつて、出生のときからその家畜を飼養する有機畜産物の認定生産行程管理者により有機飼養されたもの又はこの規格により格付の表示が付されているものであること。 2 家さんにあつては、ふ化のときからその家さんを飼養する有機畜産物の認定生産行程管理者により有機飼養されたもの又はこの規格により格付の表示が付されているものであること。 3 1及び2に掲げるもののほか、農場において新たに有機畜産物の生産に用いるための家畜又は家さんの飼養を開始する場合にあつては、当該家畜又は家さんの有機飼養を開始する以前から当該農場において飼養していた家畜又は家さんを飼養の対象とすることができる。この場合においては、別表7の期間以上有機飼養しなければならぬ。 4 1から3までに掲げる家畜又は家さんの入手が困難な場合は、次のいずれかのものを飼養の対象とすることができる。この場合においては、別表7の期間以上有機飼養しなければならぬ。 (1)～(4) (略)</td></tr><tr><td>飼料の給与</td><td>1・2 (略) 3 1の基準にかかわらず、有機畜産用購入飼料の合計が乾物重量換算で平均採食量の50%未満である場合にあっては、次の(1)及び(2)に掲げる基準に適合するほ場等において生産した農産物を給与し、又は給与する飼料の原</td></tr></table>	用 語	定 義	有 機 畜 産 物	次条の基準に従い飼養された家畜若しくは家さん又は次条の基準に従いこれらから生産されたものをいう。	(略)	(略)	事 項	基 準	(略)	(略)	野外の飼育場	1 (略) 2 1の(5)の基準にかかわらず、有機飼料等及びこの表飼料の給与の項基準の欄1の(2)から(4)までに掲げる飼料（以下「有機畜産用購入飼料」という。）の合計が乾物重量換算で平均採食量の50%未満である場合は、使用禁止資材が使用されていないものであること。この場合においては、ほ場等に放牧された家畜は、当該ほ場等において使用禁止資材を最後に使用した日から起算して2年以上経過するまで飼養しなければならない。	家畜又は家さん	1 家畜にあつては、出産前に6月以上有機飼養された母親の子供であつて、出生のときからその家畜を飼養する有機畜産物の認定生産行程管理者により有機飼養されたもの又はこの規格により格付の表示が付されているものであること。 2 家さんにあつては、ふ化のときからその家さんを飼養する有機畜産物の認定生産行程管理者により有機飼養されたもの又はこの規格により格付の表示が付されているものであること。 3 1及び2に掲げるもののほか、農場において新たに有機畜産物の生産に用いるための家畜又は家さんの飼養を開始する場合にあつては、当該家畜又は家さんの有機飼養を開始する以前から当該農場において飼養していた家畜又は家さんを飼養の対象とすることができる。この場合においては、別表7の期間以上有機飼養しなければならぬ。 4 1から3までに掲げる家畜又は家さんの入手が困難な場合は、次のいずれかのものを飼養の対象とすることができる。この場合においては、別表7の期間以上有機飼養しなければならぬ。 (1)～(4) (略)	飼料の給与	1・2 (略) 3 1の基準にかかわらず、有機畜産用購入飼料の合計が乾物重量換算で平均採食量の50%未満である場合にあっては、次の(1)及び(2)に掲げる基準に適合するほ場等において生産した農産物を給与し、又は給与する飼料の原	(有機畜産物の生産の原則) 第2条 有機畜産物は、農業の自然循環機能の維持増進を図るため、環境への負荷をできる限り低減して生産された飼料を給与すること及び動物用医薬品の使用を避けることを基本として、動物の生理学的及び行動学的要求に配慮して飼養した家畜又は家さんから生産することとする。 (定義) 第3条 この規格において、次の表左欄の用語の定義は、それぞれ同表右欄のとおりとする。 <table><tr><th>用 語</th><th>定 義</th></tr><tr><td>有 機 畜 産 物</td><td>次条の基準に従い生産された畜産物をいう。</td></tr><tr><td>(略)</td><td>(略)</td></tr></table> (生産の方法についての基準) 第4条 有機畜産物の生産の方法についての基準は、次のとおりとする。 <table><tr><th>事 項</th><th>基 準</th></tr><tr><td>(略)</td><td>(略)</td></tr><tr><td>野外の飼育場</td><td>1 (略) 2 1の(5)の基準にかかわらず、有機飼料等及びこの表飼料の給与の項基準の欄1の(2)から(4)までに掲げる飼料（以下「有機畜産用購入飼料」という。）の合計が乾物重量換算で平均採食量の50%未満である場合は、使用禁止資材が使用されていないものであること。この場合においては、ほ場等において使用禁止資材を最後に使用した日から起算して2年以上経過した場合でなければ、当該ほ場等に放牧された家畜を有機畜産物の生産に用いることができない。</td></tr><tr><td>飼養の対象となる家畜又は家さん</td><td>1 家畜にあつては、出産前に6月以上有機飼養された母親の子供であつて、出生のときから有機飼養されたものであること。 2 家さんにあつては、ふ化のときから有機飼養されたものであること。 3 1及び2に掲げるもののほか、農場において新たに有機畜産物の生産に用いるための家畜又は家さんの飼養を開始する場合にあつては、当該家畜又は家さんの有機飼養を開始する以前から当該農場において飼養していた家畜又は家さんを飼養の対象とすることができる。この場合においては、別表7の期間以上有機飼養しなければ有機畜産物の生産に用いることができない。 4 1から3までに掲げる家畜又は家さんの入手が困難な場合は、次のいずれかのものを飼養の対象とすることができる。この場合においては、別表7の期間以上有機飼養しなければ有機畜産物の生産に用いることができない。 (1)～(4) (略)</td></tr><tr><td>飼料の給与</td><td>1・2 (略) 3 1の基準にかかわらず、有機畜産用購入飼料の合計が乾物重量換算で平均採食量の50%未満である場合にあっては、次の(1)及び(2)に掲げる基準に適合するほ場等において生産した農産物を給与し、又は給与する飼</td></tr></table>	用 語	定 義	有 機 畜 産 物	次条の基準に従い生産された畜産物をいう。	(略)	(略)	事 項	基 準	(略)	(略)	野外の飼育場	1 (略) 2 1の(5)の基準にかかわらず、有機飼料等及びこの表飼料の給与の項基準の欄1の(2)から(4)までに掲げる飼料（以下「有機畜産用購入飼料」という。）の合計が乾物重量換算で平均採食量の50%未満である場合は、使用禁止資材が使用されていないものであること。この場合においては、ほ場等において使用禁止資材を最後に使用した日から起算して2年以上経過した場合でなければ、当該ほ場等に放牧された家畜を有機畜産物の生産に用いることができない。	飼養の対象となる家畜又は家さん	1 家畜にあつては、出産前に6月以上有機飼養された母親の子供であつて、出生のときから有機飼養されたものであること。 2 家さんにあつては、ふ化のときから有機飼養されたものであること。 3 1及び2に掲げるもののほか、農場において新たに有機畜産物の生産に用いるための家畜又は家さんの飼養を開始する場合にあつては、当該家畜又は家さんの有機飼養を開始する以前から当該農場において飼養していた家畜又は家さんを飼養の対象とすることができる。この場合においては、別表7の期間以上有機飼養しなければ有機畜産物の生産に用いることができない。 4 1から3までに掲げる家畜又は家さんの入手が困難な場合は、次のいずれかのものを飼養の対象とすることができる。この場合においては、別表7の期間以上有機飼養しなければ有機畜産物の生産に用いることができない。 (1)～(4) (略)	飼料の給与	1・2 (略) 3 1の基準にかかわらず、有機畜産用購入飼料の合計が乾物重量換算で平均採食量の50%未満である場合にあっては、次の(1)及び(2)に掲げる基準に適合するほ場等において生産した農産物を給与し、又は給与する飼
用 語	定 義																																
有 機 畜 産 物	次条の基準に従い飼養された家畜若しくは家さん又は次条の基準に従いこれらから生産されたものをいう。																																
(略)	(略)																																
事 項	基 準																																
(略)	(略)																																
野外の飼育場	1 (略) 2 1の(5)の基準にかかわらず、有機飼料等及びこの表飼料の給与の項基準の欄1の(2)から(4)までに掲げる飼料（以下「有機畜産用購入飼料」という。）の合計が乾物重量換算で平均採食量の50%未満である場合は、使用禁止資材が使用されていないものであること。この場合においては、ほ場等に放牧された家畜は、当該ほ場等において使用禁止資材を最後に使用した日から起算して2年以上経過するまで飼養しなければならない。																																
家畜又は家さん	1 家畜にあつては、出産前に6月以上有機飼養された母親の子供であつて、出生のときからその家畜を飼養する有機畜産物の認定生産行程管理者により有機飼養されたもの又はこの規格により格付の表示が付されているものであること。 2 家さんにあつては、ふ化のときからその家さんを飼養する有機畜産物の認定生産行程管理者により有機飼養されたもの又はこの規格により格付の表示が付されているものであること。 3 1及び2に掲げるもののほか、農場において新たに有機畜産物の生産に用いるための家畜又は家さんの飼養を開始する場合にあつては、当該家畜又は家さんの有機飼養を開始する以前から当該農場において飼養していた家畜又は家さんを飼養の対象とすることができる。この場合においては、別表7の期間以上有機飼養しなければならぬ。 4 1から3までに掲げる家畜又は家さんの入手が困難な場合は、次のいずれかのものを飼養の対象とすることができる。この場合においては、別表7の期間以上有機飼養しなければならぬ。 (1)～(4) (略)																																
飼料の給与	1・2 (略) 3 1の基準にかかわらず、有機畜産用購入飼料の合計が乾物重量換算で平均採食量の50%未満である場合にあっては、次の(1)及び(2)に掲げる基準に適合するほ場等において生産した農産物を給与し、又は給与する飼料の原																																
用 語	定 義																																
有 機 畜 産 物	次条の基準に従い生産された畜産物をいう。																																
(略)	(略)																																
事 項	基 準																																
(略)	(略)																																
野外の飼育場	1 (略) 2 1の(5)の基準にかかわらず、有機飼料等及びこの表飼料の給与の項基準の欄1の(2)から(4)までに掲げる飼料（以下「有機畜産用購入飼料」という。）の合計が乾物重量換算で平均採食量の50%未満である場合は、使用禁止資材が使用されていないものであること。この場合においては、ほ場等において使用禁止資材を最後に使用した日から起算して2年以上経過した場合でなければ、当該ほ場等に放牧された家畜を有機畜産物の生産に用いることができない。																																
飼養の対象となる家畜又は家さん	1 家畜にあつては、出産前に6月以上有機飼養された母親の子供であつて、出生のときから有機飼養されたものであること。 2 家さんにあつては、ふ化のときから有機飼養されたものであること。 3 1及び2に掲げるもののほか、農場において新たに有機畜産物の生産に用いるための家畜又は家さんの飼養を開始する場合にあつては、当該家畜又は家さんの有機飼養を開始する以前から当該農場において飼養していた家畜又は家さんを飼養の対象とすることができる。この場合においては、別表7の期間以上有機飼養しなければ有機畜産物の生産に用いることができない。 4 1から3までに掲げる家畜又は家さんの入手が困難な場合は、次のいずれかのものを飼養の対象とすることができる。この場合においては、別表7の期間以上有機飼養しなければ有機畜産物の生産に用いることができない。 (1)～(4) (略)																																
飼料の給与	1・2 (略) 3 1の基準にかかわらず、有機畜産用購入飼料の合計が乾物重量換算で平均採食量の50%未満である場合にあっては、次の(1)及び(2)に掲げる基準に適合するほ場等において生産した農産物を給与し、又は給与する飼																																

	材料に用いることができる。この場合においては、<u>当該飼料を給与した家畜は、当該ほ場等が次の(1)及び(2)に掲げる基準に適合した日から起算して2年以上経過するまで飼養しなければならない。</u> (1)・(2) (略) 4～7 (略)		料の原材料に用いることができる。この場合においては、当該ほ場等が次の(1)及び(2)に掲げる基準に適合した日から起算して2年以上経過した<u>場合でなければ、当該飼料を給与した家畜を有機畜産物の生産に用いることができない。</u> (1)・(2) (略) 4～7 (略)
(略)	(略)	(略)	(略)
と殺、解体、選別、調製、洗浄、貯蔵、包装その他の工程に係る管理	1 この表畜舎又は家きん舎の項、野外の飼育場の項、家畜又は家きんの項、飼料の給与の項、健康管理の項及び一般管理の項の基準（以下「畜舎又は家きん舎の項等の基準」という。）に適合しない畜産物が混入しないよう管理を行うこと。 2～6 (略)	と殺、解体、選別、調製、洗浄、貯蔵、包装その他の工程に係る管理	1 この表畜舎又は家きん舎の項、野外の飼育場の項、飼養の対象となる家畜又は家きんの項、飼料の給与の項、健康管理の項及び一般管理の項の基準（以下「畜舎又は家きん舎の項等の基準」という。）に適合しない畜産物が混入しないよう管理を行うこと。 2～6 (略)

畳表の日本農林規格

制 定 平成19年 8 月 2 日農林水産省告示第1017号
 改 正 平成25年 4 月 1 日農林水産省告示第 807号
 最終改正 平成27年 3 月27日農林水産省告示第 714号

(適用の範囲)

第 1 条 この規格は、畳表（着色表及び青表を除く。）のうち、一枚物に適用する。

(定義)

第 2 条 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。

用 語	定 義
原料いぐさ	刈取り後泥染め（いぐさを染土（いぐさの乾燥の促進及び変色の防止に効果がある土をいう。）の懸濁液に浸漬する作業をいう。）を行った上で乾燥させた畳表の原料となるいぐさをいう。
畳 表	いぐさを緯とし、糸を経として製織したもの（上敷及びござの類を除く。）をいう。
着 色 表	着色剤（染料及び顔料をいう。以下同じ。）による着色（色を定着させるための樹脂加工を含む。以下同じ。）をしたいぐさを製織した畳表及び畳表であって着色剤による着色をしたものをいう。
青 表	七島いを緯として製織した畳表をいう。
長 物	連続的に製織した畳表であって、1 畳分等（別表 1 の長さ以内をいう。以下同じ。）に相当するものとして切り加工を施していないものをいう。
一 枚 物	連続的に製織した畳表であって、1 畳分等に相当するものとして切り加工を施したものをいう。
幅	側から側までの長さ（小目の部分を含み、耳毛の部分を除く。）をいう。
長 さ	端から端までの長さをいう。
小 目	両側の目せき織り（1 本糸で幅狭く織ることをいう。）をした部分をいう。
耳 毛	製織されたいぐさの根元及び先端のうち、小目から出ている部分をいう。
つ き 出 し	耳毛のうち、いぐさの根元部分をいう。
う ら 毛	耳毛のうち、いぐさの先端部分をいう。
通 織 り	いぐさが織り幅を十分引き通るように製織することをいう。
1 m ² 当 たり の重量	一枚物の重量を 1 m ² 当りに換算したものをいう。

耳	糸	小目がほぐれないように耳毛の基部に施したたて糸（遊び糸）をいう。
麻	糸	麻のみを原料とした糸をいう。
綿	糸	綿を原料とした糸のうち、綿以外の繊維の混紡率が50%未満のものをいう。

（規格）

第3条 畳表の規格は、次のとおりとする。

区 分		基 準		
		特 等	1 等	2 等
品 質	幅	別表1のとおりであること。	同左	同左
	長さ	別表1のとおりであること。	同左	同左
	たて糸（耳糸を除く。以下同じ。）の種類	麻糸又は綿糸であること。	同左	同左
	たて糸の本数	別表1のとおりであること。	同左	同左
	織 り 方	通織りをしたものであること。	同左	同左
	耳毛の長さ	つき出し	8.0cm以上	5.0cm以上
		うら毛	11.0cm以上	8.0cm以上
1 ㎡ 当 た り の 重 量	麻 糸	単芯	0.92kg以上	0.87kg以上
		2本芯	0.96kg以上	0.91kg以上
	綿 糸	単芯	0.88kg以上	0.82kg以上
		2本芯	0.89kg以上	0.83kg以上
	麻糸及び綿糸の2		0.93kg以上	0.88kg以上

		本芯			
	水	分	13%以下	同左	同左
	品	色	色沢	いぐさ固有の色沢を有すること。	同左
	位	合	色調	特に優良であること。	優良であること。
		い	色段	混入が全くないこと。	同左
					混入がほとんどないこと。
		変	色	混入が全くないこと。	同左
					混入がほとんどないこと。
		粒	ぞろ	特によいこと。	よいこと。
					—
		地	合	特に密であること。	密であること。
					同左
		糸切れ、 片ざしそ 他の織 り傷		全くないこと。	同左
				同左	同左
		仕上げ		優良であること。	良好であること。
				良好であること。	おおむね良好であること。
		汚れそ 他の欠点		全くないこと。	同左
				同左	ほとんどないこと。
		端	止	容易にほつれないように 適切にしてあること。	同左
		め			同左
表	一括表示事項	次に掲げる事項を一括して表示してあること。 (1) 種類 (2) 等級 (3) たて糸の種類 (4) 原料いぐさの産地名 (5) 格付年月日 (6) 製織地名 (7) 製造業者又は販売業者（輸入品にあつては、輸入業者）の氏名又は名称 その他製造業者又は販売業者（輸入品にあつては、輸入業者）を表す文字			
示	表示の方法	1 一括表示事項の項の(1)から(6)までに掲げる事項の表示は、次に規定する方法により行われていること。 (1) 種類 別表 1 の幅の項に掲げる区分に応じ、同表の種類の欄に掲げる種類名を記載すること。 (2) 等級			

	特等にあつては「特等」と、1等にあつては「1等」と、2等にあつては「2等」と記載すること。 (3) たて糸の種類 製織に使用したたて糸が麻糸の単芯のものである場合にあつては「麻」と、麻糸の2本芯のものである場合にあつては「麻W」と、純綿糸（綿のみを原料とした綿糸をいう。以下同じ。）の単芯のものである場合にあつては「綿」と、純綿糸の2本芯のものである場合にあつては「綿W」と、綿及び綿以外の繊維を混紡した綿糸（以下「混紡綿糸」という。）の単芯のものである場合にあつては「混紡」と、混紡綿糸の2本芯のものである場合にあつては「混紡W」と、純綿糸及び混紡綿糸の2本芯のものである場合にあつては「綿混紡W」と、麻糸及び純綿糸の2本芯のものである場合にあつては「麻綿W」と、麻糸及び混紡綿糸の2本芯のものである場合にあつては「麻混紡W」と記載すること。 (4) 原料いぐさの産地名 国産のものにあつては都道府県名を、輸入したものにあつては原産国名を事実上即して記載すること。 (5) 格付年月日 次のいずれかにより記載すること。 ア 平成19年4月1日 イ 19. 4. 1 ウ 190401 エ 2007. 4. 1 オ 07. 4. 1 カ 070401 (6) 製織地名 畳表を製織した場所の地名について、国産品にあつては都道府県名を、輸入品にあつては原産国名を記載すること。 2 一括表示事項の項に掲げる事項の表示は、別記様式により、各畳表ごとに端止めから6cm以内の箇所にしてあること。ただし、当該事項を別記様式による表示と同等程度に分かりやすく一括して記載する場合は、この限りでない。
表示禁止事項	次に掲げる事項は、これを表示していないこと。 (1) 一括表示事項の項の規定により表示してある事項の内容と矛盾する用語 (2) その他品質を誤認させるような文字、絵その他の表示

2 製織に使用するたて糸について、別表2の左欄に掲げる事項を、それぞれ同表の右欄に掲げる試験方法により測定した場合には、当該たて糸は、別表3に掲げる基準を満たさなければならないものとする。

（測定方法）

第4条 前条第1項の表に掲げる基準における1㎡当たりの重量、水分及び品位についての測定方法は、次のとおりとする。

事 項	測 定 方 法
1㎡当たりの重量	畳表の短辺（左右の耳毛（うら毛に限る。）の端から端までをいう。）及び長さを測定して面積を算出するとともに、畳表1枚の重量を測定する。算出した面積及び測定した重量を基に次式により算出した重量を単位面積（1㎡）当た

	りの重量とする。 $1 \text{ m}^2 \text{ 当たりの重量 (kg)} = \frac{\text{測定した重量 (kg)}}{\text{算出した面積 (m}^2\text{)}}$
水分	電気抵抗式迅速水分計による測定値を水分とする。
品位	1年ごとに農林物資の規格化等に関する法律（昭和25年法律第175号）第2条第5項に規定する登録認定機関（畳表についてのものに限る。）又は同項に規定する登録外国認定機関（畳表についてのものに限る。）の全てが協議して定める特等、1等及び2等の標準品との比較によるものとする。

別表1（第2条、第3条関係）

種類		1種	2種	3種
幅		95.0（＋）0.5cm	91.0（＋）0.5cm	89.0（＋）1.0cm
長さ		103cmの整数倍（ただし、3倍までに限る。）（＋）30cm	98cmの整数倍（ただし、3倍までに限る。）（＋）30cm	96cmの整数倍（ただし、3倍までに限る。）（＋）30cm
たて糸の本数	単芯	134本	128本	126本
	2本芯	268本	256本	252本

（注）（＋）を冠した数は、それぞれの長さの増が許容される範囲を示す。

別表2（第3条関係）

たて糸の太さ	日本工業規格 L 1095（2010）（以下「一般紡績糸試験方法」という。）の9.4.1 正量テックス及び番手により求めた番手をたて糸の太さとする。
たて糸の引張り強さ	一般紡績糸試験方法の9.5単糸引張強さ及び伸び率の9.5.1 J I S 法の a）標準時に規定する定速伸長形試験機により求めた切断時の荷重をたて糸の引張り強さとする。
たて糸の伸び率	一般紡績糸試験方法の9.5単糸引張強さ及び伸び率の9.5.1 J I S 法の a）標準時に規定する定速伸長形試験機により求めた伸びのつかみ間隔に対する比（麻糸にあっては切断時、綿糸にあっては24.5N時）をたて糸の伸び率とする。
合糸本数	一般紡績糸試験方法の9.15より数の9.15.1 J I S 法により解ねんし、目視で確認することができる単糸の数を合糸本数とする。
綿以外の繊維の混紡率	日本工業規格 L 1030－2（2012）（繊維製品の混用率試験方法一第2部：繊維混用率）の5.9.2正量混用率 a）2種類の繊維混用の場合により求めた綿以外の繊維の正量混用率を綿以外の繊維の混紡率とする。

別表 3（第 3 条関係）

たて糸の種類	基 準				
	太さ（正量番手）	引張り強さ（N）	伸び率（％）	合糸本数	綿以外の繊維の混紡率（％）
麻 糸	麻番手 5 番手（ジュート番手 9.6 番手）の太さ以上	49.0 以上	5.0 以下（切断時）	－	－
綿 糸	綿番手 20 番手の太さ以上	27.5 以上	12.0 以下（24.5 N 時）	4 以上	50 未満

別記様式（第 3 条関係）

種 類	
等 級	
た て 糸 の 種 類	
原料いぐさの産地名	
格 付 年 月 日	
製 織 地 名	
製 造 者	

備考

- 1 表示に用いる文字及び枠の色は、背景の色と対照的な色とすること。
- 2 表示に用いる文字は、日本工業規格 Z 8305（1962）に規定する 8 ポイントの活字以上の大きさの統一のとれた活字とすること。
- 3 この様式中「原料いぐさの産地名」とあるのは、これに代えて「いぐさの産地名」又は「産地名（いぐさ）」と記載することができる。
- 4 表示を行う者が販売業者又は輸入業者である場合にあっては、この様式中「製造者」とあるのは、それぞれ「販売者」又は「輸入者」とすること。

最終改正の改正文（平成27年 3 月 27 日農林水産省告示第 714 号） 抄
平成 27 年 4 月 1 日から施行する。

生産情報公表養殖魚の日本農林規格

制 定 平成20年3月21日農林水産省告示第 416号
確 認 平成25年2月25日農林水産省告示第 503号
改 正 平成27年3月27日農林水産省告示第 714号
最終改正 平成28年2月24日農林水産省告示第 489号

(目的)

第1条 この規格は、生産情報公表養殖魚の生産の方法についての基準等を定めることを目的とする。

(定義)

第2条 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。

用 語	定 義
生産情報	養殖魚の生産に係る次に掲げる情報をいう。 (1) 養殖業者（養殖魚を管理する者であつて、その養殖を業とするものをいう。以下同じ。）の氏名又は名称、住所及び連絡先（認定生産行程管理者（農林物資の規格化等に関する法律（昭和25年法律第175号）第14条第2項又は同法第19条の3第2項の規定による認定を受けた生産行程管理者又は外国生産行程管理者をいう。以下同じ。）の情報を公表する場合にあつては、当該認定生産行程管理者の氏名又は名称、住所及び連絡先並びに養殖業者の氏名又は名称及び住所）並びにその管理の開始の年月日 (2) 養殖場の所在地 (3) 養殖魚の水揚げの年月日 (4) 種苗の種類（天然種苗（自然産卵によりふ化した稚魚等を漁具を用いて採捕した種苗をいう。）又は人工種苗（天然種苗以外の種苗をいう。）の別をいう。以下同じ。） (5) 種苗が漁獲された年月日及び場所（種苗の種類が天然種苗である場合に限る。） (6) 養殖業者が給餌した飼料の名称及び当該飼料の製造業者の氏名又は名称 (7) 養殖業者が使用した動物用医薬品（種苗に使用された動物用医薬品を含み、食品衛生法（昭和22年法律第233号）第11条第3項の規定により人の健康を損なうおそれのないことが明らかであるものとして定められた物質を除く。）の薬効別分類及び名称 (8) 養殖に使用された漁網防汚剤（いけすの網に生物が付着することを防ぐ魚類養殖用の資材をいう。）の名称
生産情報公表養殖魚	次条及び第4条の規格に適合する養殖魚をいう。
識別番号	同一の生産情報を有する養殖魚を識別するために必要な

	番号又は記号であって、認定生産行程管理者が養殖魚ごとに定めるものをいう。
--	--------------------------------------

(生産情報公表養殖魚の規格)

第3条 生産情報公表養殖魚の生産の方法についての基準は、生産情報を識別番号ごとに正確に記録するとともに、その記録を保管し、事実在即して公表していることとする。

第4条 生産情報公表養殖魚の表示の基準は、次のとおりとする。

事 項	基 準
表示事項	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、次に掲げる事項を表示してあること。ただし、(2)に掲げる事項にあつては、生産情報が、小売業者以外の販売業者にあつては容器若しくは包装の見やすい箇所、送り状、納品書等に、小売業者にあつては容器若しくは包装の見やすい箇所又は養殖魚に近接した掲示その他見やすい場所に事実在即して表示されている場合には、省略することができる。 (1) 識別番号 (2) 生産情報の公表の方法
表示の方法	食品表示基準の規定に従うほか、名称、識別番号及び生産情報の公表の方法の表示は、次に規定する方法により行われていること。 (1) 名称 その内容を表す一般的な名称に近接して「生産情報公表養殖魚」と記載すること。 (2) 識別番号 小売業者以外の販売業者にあつては容器若しくは包装の見やすい箇所、送り状、納品書等に、小売業者にあつては容器若しくは包装の見やすい箇所又は養殖魚に近接した掲示その他見やすい場所に記載してあること。 (3) 生産情報の公表の方法 ファックス番号、ホームページアドレス等生産情報を入手するために必要な連絡先を、小売業者以外の販売業者にあつては容器若しくは包装の見やすい箇所、送り状、納品書等に、小売業者にあつては容器若しくは包装の見やすい箇所又は養殖魚に近接した掲示その他見やすい場所に記載してあること。
表示禁止事項	食品表示基準の規定に従うほか、表示事項の項に規定する事項及び前条の規定により公表された生産情報の内容と矛盾する用語を表示していないこと。

最終改正の改正文（平成28年2月24日農林水産省告示第489号）抄
平成28年3月25日から施行する。