

新（平成20年6月3日農林水産省告示第864号）		旧	
<p>（規格）</p> <p>第3条 マカロニ類の規格は、次のとおりとする。</p>		<p>（規格）</p> <p>第3条 マカロニ類の規格は、次のとおりとする。</p>	
区分	基準	区分	基準
一般状態	(略)	一般状態	(略)
異物	(略)	異物	(略)
食味	(略)	食味	(略)
見かけの比重	(略)	見かけの比重	(略)
粗たん白質	<u>11%</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%</u> 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>0.9%</u> 以下であること。（卵又は野菜を加えたものを除く。）	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	(略)	水素イオン濃度	(略)
原材料	(略)	原材料	(略)
内容重量	(略)	内容重量	(略)
2	(略)	2	(略)
3	(略)	3	(略)
<p>（測定方法）</p> <p>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。</p>		<p>（測定方法）</p> <p>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。</p>	
事項	測定方法	事項	測定方法
見かけの比重	(略)	見かけの比重	(略)
粗たん白質	<p><u>1. ケルダール法</u></p> <p>(1) 測定の手順</p> <p>ア 試料の調製</p> <p>粉砕器等で粉砕し、日本工業規格Z8801-1に規定する目開き<u>850μm</u>のふるいを通り、目開き<u>500μm</u>のふるいの上に残つたものを試料とする。</p> <p>イ 分解</p> <p>(7) <u>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></p> <p>a <u>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</u></p>	<p>粗たん白質</p> <p><u>試料約1g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></p>	

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。

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

(j) 水蒸気蒸留装置を用いる方法(試料の分解をイの(i)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、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0.15g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、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。

(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) 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つては蒸留液を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つては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

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

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

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

ウ 自動蒸留装置（自動滴定）を用いる場合

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

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、日本工業規格R3505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

粉碎器で粉碎し、日本工業規格Z8801-1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。

(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。）

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、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。

	<p>エ <u>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±0.15%であり、標準偏差が0.15以下であること。</u></p> <p>(3) <u>測定</u></p> <p>ア <u>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。</u></p> <p>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。</u></p> <p>(4) <u>計算</u></p> <p><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(%)を求める。</u></p> <p><u>窒素分(%) × 5.7 = 粗たん白質(%)</u></p>		
灰 分	<p>1 <u>試料の調製</u></p> <p><u>粉砕器等で粉砕し、日本工業規格Z8801-1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></p> <p>2 <u>測定</u></p> <p>(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R1301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のものを用いる。ふたは使用しない。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。</u></p> <p>(2) <u>るつぼを電気マッフル炉に入れ、550℃になつた後6時間加熱し、灰化する。</u></p> <p>(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></p> <p>(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></p> <p>(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></p> <p>(6) <u>(4)から(5)の操作を恒量になるまで繰り返す。</u></p> <p>3 <u>計算</u></p> <p><u>灰分(%) = (W₂ - W₀) / W₁ × 100</u></p>	灰 分	<p><u>試料約5g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></p>

	<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量 (g)</u>		
水素イオン濃度	(略)	水素イオン濃度	(略)