

改正後	改正前				
日本農林規格JAS0310：2024 風味調味料Flavored seasoning 1（略） 2引用規格 次に掲げる引用規格は、この規格に引用されることによって、<u>その一部又は全部がこの規格の要求事項を構成している</u>。これらの引用規格は、その最新版（追補を含む。）を適用する。 （略） JIS K 0557 用水・排水の試験に用いる水 JIS K 8102 エタノール（95）（試験） （略） 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風味原料 節類（かつおぶし等）、煮干魚類、こんぶ、貝柱、乾しいたけ等の粉末又は抽出濃縮物 3.2風味調味料 調味料（アミノ酸等）及び風味原料に砂糖類、食塩等（香辛料を除く。）を加え、乾燥し、粉末状、か粒状等にしたものであって、調理の際風味原料の香り及び味を付与するもの 4品質 風味調味料の品質は、表 1 の品質基準に適合していなければならない。 表 1－風味調味料の品質基準 <table><tr><th>区分</th><th>基準</th></tr><tr><td>性状</td><td>次による。 a) 香味及び色沢が良好であり、かつ、異味異臭がないこと。 b) 粉末状又はか粒状のものにあっては吸湿による塊等がなく粒子が</td></tr></table>	区分	基準	性状	次による。 a) 香味及び色沢が良好であり、かつ、異味異臭がないこと。 b) 粉末状又はか粒状のものにあっては吸湿による塊等がなく粒子が	日本農林規格JAS0310：2019 風味調味料Flavored seasoning 1（略） 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。 （略） JIS K 0557 用水・排水の試験に用いる水 （新設） （略） 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風味原料 節類（かつおぶし等）、煮干魚類、こんぶ、貝柱、乾しいたけ等の粉末又は抽出濃縮物。 3.2風味調味料 調味料（アミノ酸等）及び風味原料（3.1）に砂糖類、食塩等（香辛料を除く。）を加え、乾燥し、粉末状、か粒状等にしたものであって、調理の際風味原料（3.1）の香り及び味を付与するもの。 4品質 （新設） 4.1性状 性状は、次による。 a) 香味及び色沢が良好であり、かつ、異味異臭があつてはならない。 b) 粉末状又はか粒状のものにあっては、吸湿による塊等がなく粒子が分離しているものであり、その他の形状のものにあっては、くずれ等がなく、本来の形状を保持していなければならない。
区分	基準				
性状	次による。 a) 香味及び色沢が良好であり、かつ、異味異臭がないこと。 b) 粉末状又はか粒状のものにあっては吸湿による塊等がなく粒子が				

	<u>分離しているものであり、その他の形状のものにあつてはくずれ等がなく、本来の形状を保持していること。</u>
糖分及び食塩分	糖分は、5.2 によって試験したとき、40 %以下、食塩分は、5.3 によって試験したとき、35 %以下であり、かつ、糖分及び食塩分の合計量は、65 %以下であること。
全窒素分	5.4 によって試験したとき、次による。 a) 風味原料としてかつおぶしの粉末及び抽出濃縮物並びにかつおの抽出濃縮物を使用したものにあっては、2.7 %以上であること。 b) 風味原料として煮干いわし、煮干とびうおの粉末及び抽出濃縮物を使用したものにあっては、2.5 %以上であること。
でん粉及びデキストリンの配合量	原料として使用したでん粉及びデキストリンの重量の原材料及び添加物に対する割合として2 %以下であること。
風味原料の配合率	次の式によって求めた風味原料の粉末及び抽出濃縮物の配合率は、8.3 %以上であること。 $R = \frac{W_1 \times C_1 + W_2 \times C_2}{S} \times 100$ ここで、<u> </u> R : 風味原料の配合率 (%) <u> </u> W_1 : 使用する粉末の風味原料の重量 (g) <u> </u> W_2 : 使用する抽出濃縮物の風味原料の重量 (g) <u> </u> C_1 : 使用する粉末の風味原料の固乾物含有率 (%) <u> </u> C_2 : 使用する抽出濃縮物の風味原料の固乾物含有率 (%) <u> </u> S : 製品の内容量 (g)
原材料	次のもの以外のものを使用していないこと。 a) <u>風味原料</u> かつおぶし、そうだかつおぶし、さばぶし、あじぶし及びびいわしぶしの粉末又は抽出濃縮物、かつお、そうだかつお及びさばの抽出濃縮物並びに煮干いわし、煮干とびうお、こんぶ、貝柱及び乾しいたけの粉末又は抽出濃縮物 b) <u>砂糖類</u> 砂糖、ぶどう糖、果糖、ぶどう糖果糖液糖、果糖ぶどう糖液糖、高果糖液糖、砂糖混合ぶどう糖果糖液糖、砂糖混合果糖ぶどう糖液糖、砂糖混合高果糖液糖及び乳糖 c) <u>食塩</u> d) <u>たん白加水分解物及び酵母エキス</u> e) <u>でん粉及びデキストリン</u>

4.2 糖分及び食塩分 糖分は、5.2 によって試験したとき、40 %以下、食塩分は、5.3 によって試験したとき、35 %以下であり、かつ、糖分及び食塩分の合計量は、65 %以下でなければならない。
4.3 全窒素分 全窒素分は、5.4 によって試験したとき、次による。 a) 風味原料としてかつおぶしの粉末及び抽出濃縮物並びにかつおの抽出濃縮物を使用したものにあっては、2.7 %以上。 b) 風味原料として煮干いわし、煮干とびうおの粉末及び抽出濃縮物を使用したものにあっては、2.5 %以上。
4.4 でん粉及びデキストリンの配合量 でん粉及びデキストリンの配合量は、原料として使用したでん粉及びデキストリンの重量の原材料及び添加物に対する割合として2 %以下とする。
4.5 風味原料の配合率 次の式によって求めた風味原料の粉末及び抽出濃縮物の配合率は、8.3 %以上とする。 $\text{風味原料の配合率 (\%)} = \frac{W_1 \times C_1 + W_2 \times C_2}{S} \times 100$ ここに、 <u> </u> W_1 : 使用する粉末の風味原料の重量 (g) <u> </u> W_2 : 使用する抽出濃縮物の風味原料の重量 (g) <u> </u> C_1 : 使用する粉末の風味原料の固乾物含有率 (%) <u> </u> C_2 : 使用する抽出濃縮物の風味原料の固乾物含有率 (%) <u> </u> S : 製品の内容量 (g)
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) <u>風味原料</u> かつおぶし、そうだかつおぶし、さばぶし、あじぶし及びびいわしぶしの粉末又は抽出濃縮物、かつお、そうだかつお及びさばの抽出濃縮物並びに煮干いわし、煮干とびうお、こんぶ、貝柱及び乾しいたけの粉末又は抽出濃縮物 b) <u>砂糖類</u> 砂糖、ぶどう糖、果糖、ぶどう糖果糖液糖、果糖ぶどう糖液糖、高果糖液糖、砂糖混合ぶどう糖果糖液糖、砂糖混合果糖ぶどう糖液糖、砂糖混合高果糖液糖及び乳糖 c) <u>食塩</u> d) <u>たん白加水分解物及び酵母エキス</u> e) <u>でん粉及びデキストリン</u>

添加物	次による。 a) <u>CODEX STAN 192 3.2</u> 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。 b) <u>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。</u> c) <u>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って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。</u> 1) <u>インターネットを利用し公衆の閲覧に供する方法</u> 2) <u>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</u> 3) <u>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</u> 4) <u>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</u>
内容量	<u>表示重量に適合していること。</u>

5 試験方法

5.1 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
- c) エタノール (95) JIS K 8102 に規定する 1 級又は同等以上のもの
- d) アセトニトリル 高速液体クロマトグラフ用のもの
- e) 分解促進剤 硫酸カリウム 9 g と硫酸銅 (Ⅱ) 五水和物 1 g を混合したもの
- f) 1 %～4 %ほう酸溶液 ほう酸を水で加温溶解し、1 000 mL 中に 10 g～40 g のほう酸を含むように調製したもの
- g) 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 中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 を含むように調製したもの
- h) メチルレッド・メチレンブルー混合指示薬 95 %エタノール 200 mL 中にメチルレッド 0.1 g 及びメチレンブルー 0.1 g を含むように調製したもの
- i) 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
- j) アスパラギン酸 純度 99 %以上で窒素率が記載されたもの
- k) 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 [5.3.1 及び 5.4.2 a)に限る。]
- l) ろ紙 JIS P 3801 に規定する定量分析用に該当するもの

4.7 添加物

添加物は、次による。

- a) CODEX STAN 192 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なければならない。
- 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るものでなければならない。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、表示重量に適合していなければならない。

5 試験方法

5.1 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。
- (新設)
- c) アセトニトリル 高速液体クロマトグラフ用のもの。
- d) 分解促進剤 硫酸カリウム 9 g と硫酸銅 (Ⅱ) 五水和物 1 g を混合したもの。
- e) 1～4 %ほう酸溶液 ほう酸を水で加温溶解し、1 000 mL 中に 10～40 g のほう酸を含むように調製したもの。
- f) 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 中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 を含むように調製したもの。
- 注記 1 95 %エタノールは、1 級以上の規格に適合するもの又は同等以上のもの。
- g) メチルレッド・メチレンブルー混合指示薬 95 %エタノール 200 mL 中にメチルレッド 0.1 g 及びメチレンブルー 0.1 g を含むように調製したもの。
- 注記 2 95 %エタノールは、1 級以上の規格に適合するもの又は同等以上のもの。
- h) 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。
- i) アスパラギン酸 純度 99 %以上で窒素率が記載されたもの。
- j) 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 [5.3.1 及び 5.4.2 a)に限る。]
- k) ろ紙 JIS P 3801 に規定する定量分析用に該当するもの。

m) 固相抽出ミニカラム 約 3 mL 容の有機溶媒に耐性の材質のカラム管にジビニルベンゼンと N-ビニルピロリドンの共重合体 60 mg を充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するもの（使用の際は、あらかじめメタノール 2 mL、水 2 mL を順次通過させ、残っている水を排出しておく。）

n) ろ過膜 孔径が 0.45 μm 又はそれより小さいもので有機溶媒に耐性の材質のもの

o) 高速液体クロマトグラフ 脱気装置、カラム恒温槽及び示差屈折率検出器が備えられているもの

p) 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 ℃～420 ℃のうち **5.4.2 a) 1.2)** で使用する温度に設定した加熱ブロックにチューブを設置したとき、2 分 30 秒以内に沸騰する能力を有するものであって、排気マニホールド付きのもの

q) 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（自動蒸留装置と自動滴定装置を組み合わせた装置を含む。）

r) 燃烧法全窒素測定装置 次の能力を有するもの

1)～5) （略）

5.2 糖分

5.2.1 （略）

5.2.2 混合標準溶液の調製

混合標準溶液の調製は、次による。

a) （略）

b) **a)** を 50 %エタノールで正確に希釈し、0.2 mg/mL、1.0 mg/mL、2.0 mg/mL、4.0 mg/mL 及び 6.0 mg/mL 希釈混合標準溶液とする。

c) （略）

5.2.3 （略）

5.2.4 高速液体クロマトグラフの条件

高速液体クロマトグラフの条件は、次による。

a) 分析カラム 内径 4.6 mm、長さ 250 mm のステンレス管にポリビニルアルコールゲル若しくはシリカゲルにポリアミンを化学結合したものを充填したもの又はこれと同等の分離能力を有するもの。また、試験を行う測定条件において、希釈混合標準溶液を測定したときに **JIS K 0124** に規定する分離度が各糖ともに 1.5 以上であること、かつ、試験溶液を測定したときに定量を妨害するピークがないことを確認したもの

b) 保護カラム 使用する場合には、分析カラムと同じ充填剤を充填したもの

c) （略）

d) 移動相 60 %～80 %のアセトニトリルで混合比が一定のもの

e) 流速 0.5 mL/min～1.5 mL/min の一定流速 [**d)** 及び **e)** を微調整して乳糖標準品の保持時間が 10 分～20 分程度となるようにする。]

5.2.5 計算

糖分は、次によって求める。

a) （略）

b) 試験溶液 20 μL を高速液体クロマトグラフに注入し、各糖のピーク面積をデータ処理装置を用いて自動積分法で測定し、検量線によって各糖の濃度を求める。各糖含有量は、次の式によって求める。

l) 固相抽出ミニカラム 約 3 mL 容の有機溶媒に耐性の材質のカラム管にジビニルベンゼンと N-ビニルピロリドンの共重合体 60 mg を充填したもの又はこれと同等の分離特性を有するもの（使用の際は、あらかじめメタノール 2 mL、水 2 mL を順次通過させ、残っている水を排出しておく。）

m) ろ過膜 孔径が 0.45 μm 又はそれより小さいもので有機溶媒に耐性の材質のもの。

n) 高速液体クロマトグラフ 脱気装置、カラム恒温槽及び示差屈折率検出器が備えられているもの。

o) 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 400～420 ℃のうち **5.4.2 a) 1.2)** で使用する温度に設定した加熱ブロックにチューブを設置したとき、2 分 30 秒以内に沸騰する能力を有するものであって、排気マニホールド付きのもの。

p) 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（自動蒸留装置と自動滴定装置を組み合わせた装置を含む。）

q) 燃烧法全窒素測定装置 次の能力を有するもの。

1)～5) （略）

5.2 糖分

5.2.1 （略）

5.2.2 混合標準溶液の調製

混合標準溶液の調製は、次による。

a) （略）

b) **a)** を 50 %エタノールで正確に希釈し、0.2、1.0、2.0、4.0 及び 6.0 mg/mL 希釈混合標準溶液とする。

c) （略）

5.2.3 （略）

5.2.4 高速液体クロマトグラフの条件

高速液体クロマトグラフの条件は、次による。

a) 分析カラム 内径 4.6 mm、長さ 250 mm のステンレス管にポリビニルアルコールゲル若しくはシリカゲルにポリアミンを化学結合したものを充填したもの又はこれと同等の分離能力を有するもの。また、試験を行う測定条件において、希釈混合標準溶液を測定したときに **JIS K 0124** に規定する分離度が各糖ともに 1.5 以上であること、かつ、試験溶液を測定したときに定量を妨害するピークがないことを確認したもの。

b) 保護カラム 使用する場合には、分析カラムと同じ充填剤を充填したもの。

c) （略）

d) 移動相 60～80 %のアセトニトリルで混合比が一定のもの。

e) 流速 0.5～1.5 mL/分の一定流速 [**d)** 及び **e)** を微調整して乳糖標準品の保持時間が 10～20 分程度となるようにする。]

5.2.5 計算

糖分は、次により求める。

a) （略）

b) 試験溶液 20 μL を高速液体クロマトグラフに注入し、各糖のピーク面積をデータ処理装置を用いて自動積分法で測定し、検量線により各糖の濃度を求める。各糖含有量は、次の式によって求める。

$$C = \frac{A \times 25 \times 20}{W}$$

ここで、
 C : 各糖含有量 (mg/g)
 A : 検量線から求めた試験溶液中の各糖の濃度 (mg/mL)
 W : 試料質量 (g)

c) (略)

5.3 食塩分

5.3.1 測定

食塩分の測定は、次による。

a) (略)

b) 滴定 滴定は、次のいずれかによる。

1) 自動滴定 (電位差滴定装置を用いた方法) 試験溶液 10 mL を全量ピペットで 100 mL ビーカーに取り、希硝酸 (硝酸 10 mL を水で希釈して 1 L としたもの) 50 mL を加え、さらに 1 % ポリオキシエチレン (20) ソルピタンモノラウレート (ポリソルベート 20) 溶液 1 mL を全量ピペットを用いて加えて電位差滴定装置に装着し、振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液で滴定する。装置の操作に従い終点を検出する。試験溶液に替えて水 10 mL を用いて同様に操作し空試験を行う。空試験において、終点が検出されない場合には、その滴定値は 0 mL とする。

2) (略)

5.3.2 計算

食塩分は、次の式によって求める。

a) 自動滴定

$$D = \frac{0.005844 \times (T - B) \times F}{W} \times 50 \times 100$$

ここで、
 D : 食塩分 (%)
 T : 本試験における 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液の滴定値 (mL)
 B : 空試験における 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液の滴定値 (mL)
 F : 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液のファクター
 W : 試料質量 (g)
0.005844 : 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液 1 mL に相当する食塩の質量 (g)

b) 手動滴定

$$D = \frac{0.002922 \times (T - B) \times F}{W} \times 50 \times 100$$

ここで、
 D : 食塩分 (%)
 T : 本試験における 0.05 mol/L 硝酸銀標準溶液の滴定値 (mL)
 B : 空試験における 0.05 mol/L 硝酸銀標準溶液の滴定値 (mL)
 F : 0.05 mol/L 硝酸銀標準溶液のファクター
 W : 試料質量 (g)
0.002922 : 0.05 mol/L 硝酸銀標準溶液 1 mL に相当する食塩の質量 (g)

5.4 全窒素分

$$\text{各糖含有量 (mg/g)} = \frac{A \times 25 \times 20}{W}$$

ここに、
 A : 検量線から求めた試験液の各糖濃度 (mg/mL)
 W : 試料質量 (g)

c) (略)

5.3 食塩分

5.3.1 測定

食塩分の測定は、次による。

a) (略)

b) 滴定 滴定は、次のいずれかによる。

1) 自動滴定 (電位差滴定装置を用いた方法) 試験溶液 10 mL を全量ピペットで 100 mL ビーカーに取り、希硝酸 (硝酸 10 mL を水で希釈して 1 L としたもの) 50 mL を加え、さらに 1 % ポリオキシエチレンソルピタンモノラウレート 1 mL を全量ピペットを用いて加えて電位差滴定装置に装着し、振り混ぜながら 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液で滴定する。装置の操作に従い終点を検出する。試験溶液に替えて水 10 mL を用いて同様に操作し空試験を行う。空試験において、終点が検出されない場合には、その滴定値は 0 mL とする。

2) (略)

5.3.2 計算

食塩分は、次の式によって求める。

a) 自動滴定

$$\text{食塩分 (\%)} = \frac{0.005844 \times (T - B) \times F}{W} \times 50 \times 100$$

ここに、
 T : 本試験における 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液の滴定値 (mL)
 B : 空試験における 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液の滴定値 (mL)
 F : 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液のファクター
 W : 試料質量 (g)
0.005844 : 0.1 mol/L 硝酸銀標準溶液 1 mL に相当する食塩の質量 (g)

b) 手動滴定

$$\text{食塩分 (\%)} = \frac{0.002922 \times (T - B) \times F}{W} \times 50 \times 100$$

ここに、
 T : 本試験における 0.05 mol/L 硝酸銀標準溶液の滴定値 (mL)
 B : 空試験における 0.05 mol/L 硝酸銀標準溶液の滴定値 (mL)
 F : 0.05 mol/L 硝酸銀標準溶液のファクター
 W : 試料質量 (g)
0.002922 : 0.05 mol/L 硝酸銀標準溶液 1 mL に相当する食塩の質量 (g)

5.4 全窒素分

5.4.1 (略)

5.4.2 測定

測定は、次のいずれかによる。

a) ケルダール法

1) 分解

- 1.1) 試料約 0.5 g を 0.1 mg の桁まで正確に薬包紙にはかりとり、250 mL～300 mL 容ケルダール分解チューブに薬包紙ごと入れ、分解促進剤 10 g 及び硫酸 15 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。
- 1.2) 最初は 200 °C で加熱し、30 分～40 分経過して泡立ちが収まったら 400 °C～420 °C 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 60 分間そのまま加熱する。
- 1.3) 加熱終了後室温まで放冷し、分解液に水 20 mL を加え、振り混ぜる。なお、分解終了後に加える水の量が 20 mL 以上 50 mL 以下の場合にあつては 5.4.2 a) 2) の蒸留の際に分解液に加える水の量を調整して合計量を 50 mL とするものとし、加える水の量が 50 mL を超える場合にあつてはあらかじめ硫酸アンモニウム等を用いて蒸留操作を行い、アンモニアが十分に回収される蒸留時間を確認する。

1.4) (略)

- 2) 蒸留 自動蒸留装置の操作方法に従って蒸留する。5.4.2 a) 3.1) のビュレットを用いる滴定を行う場合は、0.3 g 以上のほう酸を含む量の 1 %～4 % ほう酸溶液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 滴を捕集液として加えた 300 mL 容三角フラスコを留液流出口が液中に浸るように置く。分解液に水 30 mL 及び 24 g 以上の水酸化ナトリウムを含む量の 25 %～45 % 水酸化ナトリウム溶液を加えてアルカリ性とし、蒸留する。蒸留時に用いる水酸化ナトリウム溶液は、蒸留終了時にアルカリ性になることが確認可能であれば規定量以下としてよいが、この場合であっても試料分解液及び空試験試料分解液において同量の水酸化ナトリウム溶液を加える。留液が 150 mL 以上得られるまで蒸留を行う。留液流出口を液面から離し、少量の水で先端を洗い込む。5.4.2 a) 3.2) の自動滴定装置を用いる滴定を行う場合は、捕集液として 0.3 g 以上のほう酸を含む量の 1 %～4 % ほう酸溶液に、プロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合指示薬若しくはメチルレッド・メチレンブルー混合指示薬を加えた溶液又は指示薬を加えない溶液（指示薬を使用しない自動滴定装置を用いる場合に限る。）を用いる。混合指示薬の調製方法が異なる場合は、あらかじめ硫酸アンモニウム等を用いて蒸留から滴定までの操作を行い、アンモニアが十分に回収されることを確認する。空試験で得られた分解液についても、同様に蒸留する。

5.4.1 (略)

5.4.2 測定

測定は、次のいずれかによる。

a) ケルダール法

1) 分解

- 1.1) 試料約 0.5 g を 0.1 mg の単位まで正確に薬包紙にはかりとり、250～300 mL 容ケルダール分解チューブに薬包紙ごと入れ、分解促進剤 10 g 及び硫酸 15 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。
- 1.2) 最初は 200 °C で加熱し、30～40 分経過して泡立ちが収まったら 400～420 °C 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 60 分間そのまま加熱する。
- 1.3) 加熱終了後室温まで放冷し、分解液に水 20 mL を加え、振り混ぜる。

注記 1 分解終了後に加える水の量が 20 mL 以上の場合は、加える水の量が 20 mL 以上 50 mL 以下の場合にあつては 5.4.2 a) 2) の分解液に加える水の量を調整して合計量を 50 mL とするものとし、加える水の量が 50 mL を超える場合にあつてはあらかじめ硫酸アンモニウム等を用いて蒸留操作を行い、アンモニアが十分に回収される蒸留時間を確認するものとする。

1.4) (略)

- 2) 蒸留 自動蒸留装置の操作方法に従って蒸留する。5.4.2 a) 3.1) のビュレットを用いる滴定を行う場合は、0.3 g 以上のほう酸を含む量の 1～4 % ほう酸溶液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 滴を捕集液として加えた 300 mL 容三角フラスコを留液流出口が液中に浸るように置く。分解液に水 30 mL 及び 24 g 以上の水酸化ナトリウムを含む量の 25～45 % 水酸化ナトリウム溶液を加えてアルカリ性とし、蒸留する。留液が 150 mL 以上得られるまで蒸留を行う。留液流出口を液面から離し、少量の水で先端を洗い込む。5.4.2 a) 3.2) の自動滴定装置を用いる滴定を行う場合は、捕集液として 0.3 g 以上のほう酸を含む量の 1～4 % ほう酸溶液に、プロモクレゾールグリーン・メチルレッド混合指示薬若しくはメチルレッド・メチレンブルー混合指示薬を加えた溶液又は指示薬を加えない溶液（指示薬を使用しない自動滴定装置を用いる場合に限る。）を用いる。空試験で得られた分解液についても、同様に蒸留する。

注記 2 蒸留時に用いる水酸化ナトリウム溶液は、蒸留終了時にアルカリ性になることが確認可能であれば規定量以下とすることができるが、この場合であっても試料分解液及び空試験試料分解液において同量の水酸化ナトリウム溶液を加えるものとする。

注記 3 混合指示薬の調製方法が異なる場合は、あらかじめ硫酸アンモニウム等を用いて蒸

3) (略)

4) 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、空試験の滴定値を 0 mL とする。

$$N = \frac{(T-B) \times F \times M \times A \times 2}{1\,000 \times W} \times 100$$

ここで、

N : 全窒素分 (%)

T : 試料溶液の滴定に要した滴定液の体積 (mL)

B : 空試験の滴定に要した滴定液の体積 (mL)

F : 滴定に用いた硫酸のファクター

M : 窒素の原子量 14.007

A : 滴定に用いた硫酸の濃度 (mol/L)

W : 試料質量 (g)

b) 燃焼法

1) 測定 測定は、次による。

1.1) 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 (EDTA)、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 0.1 mg 以下の桁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。

1.2) 試料約 100 mg～500 mg を 0.1 mg の桁まで正確にはかりとり、装置に適した方法で測定する。

2) (略)

留から滴定までの操作を行い、アンモニアが十分に回収されることを確認するものとする。

3) (略)

4) 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、空試験の滴定値を 0 mL とする。

$$\text{全窒素分 (\%)} = \frac{(T-B) \times F \times M \times A \times 2}{1\,000 \times W} \times 100$$

ここに、

T : 試料溶液の滴定に要した滴定液の体積 (mL)

B : 空試験の滴定に要した滴定液の体積 (mL)

F : 滴定に用いた硫酸のファクター

M : 窒素の原子量 14.007

A : 滴定に用いた硫酸の濃度 (mol/L)

W : 試料質量 (g)

b) 燃焼法

1) 測定 測定は、次による。

1.1) 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 (EDTA)、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 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。

1.2) 試料約 100～500 mg を 0.1 mg 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。

2) (略)