⑵2　粗脂肪定量法

粗脂肪定量法は、試料中の脂肪その他のエーテル可溶性物質を定量する方法である。

各条に、例えば、「20.0%以下（２g）」と規定するものは、本品約２gを0.001gの桁まで量り、その数値を記録し、次の操作法により粗脂肪を定量するとき、その量が本品１gにつき、200mg以下であることを示す。

操作法

別に規定する場合を除き、次の方法によるものとする。

試料２～５gを0.01gの桁まで量り、その数値を記録し、径約2.2cm、高さ約９cmの円筒ろ紙に入れ、その上に脱脂綿を少量ずつ数回に分け軽く押さえるようにして詰める。これを95～100℃の乾燥器中で２時間乾燥し、デシケーター（シリカゲル）で放冷した後、脂肪秤量瓶（あらかじめ95～100℃で乾燥し、デシケーターで放冷した後、質量を測定しておいたもの）を連結したソックスレー脂肪抽出装置に入れ、エーテルで抽出する。16時間抽出した後、円筒ろ紙を除き、脂肪秤量瓶中のエーテルを回収する。

脂肪秤量瓶を外して残りのエーテルを揮発させ、95～100℃で３時間乾燥し、デシケーターで放冷した後、その質量を0.01gの桁まで量り、その数値を記録する。

⑵3　粗繊維定量法

粗繊維定量法は、試料を1.25%硫酸、1.25%水酸化ナトリウム液で順次処理し、セルロースその他の不溶又は難溶性の成分を定量する方法である。

各条に、例えば、「5.0%以下（２g）」と規定するものは、本品約２gを0.001gの桁まで量り、その数値を記録し、次の操作法により粗繊維を定量するとき、その量が本品１gにつき、50mg以下であることを示す。

操作法

別に規定する場合を除き、次の方法によるものとする。

試料２～５gを0.001gの桁まで量り、その数値を記録し、500mLのトールビーカーに入れ、５%硫酸溶液50mLを加え、さらに、水を加えて200mLとし、静置した液面に沿ってトールビーカーの外壁に標線を付しておく。次に、トールビーカーを時計皿又は冷却器で覆い、30分間激しく煮沸する。その間蒸発する水分は、常時熱水を補って硫酸の濃度を1.25%に保つ。30分経過後、酸不溶解物を0.044mmのステンレス金網（325号のふるい又はこれに相当するもの）でろ過し、酸性を呈しなくなるまで熱水で洗浄する。

酸不溶解物を水130～140mLを用いて元のトールビーカーに移し、５%水酸化ナトリウム液50mLを加え、標線まで水を加えて200mLとし、時計皿又は冷却器で覆い30分間激しく煮沸した後、ろ紙（あらかじめ秤量皿に入れ、135±２℃で２時間乾燥し、デシケーター（シリカゲル）で放冷した後、質量を測定しておいたもの）でろ過し、ろ液がアルカリ性を呈しなくなるまで熱水で洗浄し、アルコール、エーテルの順にそれぞれ３～４回洗浄した後、３～４時間風乾する。

次に、この酸・アルカリ不溶解物をろ紙と共に前の秤量皿に移し、135±２℃で２時間乾燥し、デシケーターで放冷した後、その質量を0.001gの桁まで量り、記録しておく。

その後、これをるつぼ（あらかじめ強熱し、デシケーターで放冷した後、質量を測定しておいたもの）に入れ、穏やかに加熱して炭化させた後、550～600℃で２時間灰化し、デシケーターで放冷した後、その質量を0.001gの桁まで量って粗灰分の量を求める。酸・アルカリ不溶解物の量から粗灰分の量を控除し、粗繊維の量とする。

⑵4　窒素定量法

窒素定量法は、窒素を含む有機化合物を硫酸で分解し、硫酸アンモニウムとし、そのアンモニアを定量する方法である。

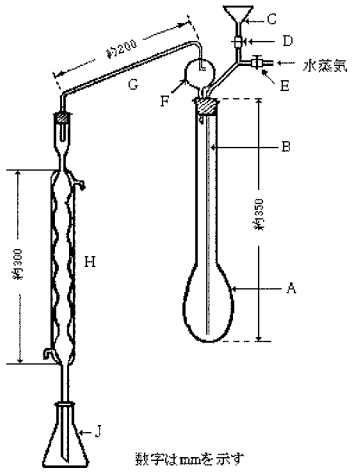
各条に、例えば、「5.0～7.0%（ケルダール法）」と規定するものは、窒素約20～30mgを含む量の本品を有効数字３桁まで量り、その数値を記録し、次のケルダール法により窒素を定量するとき、その量が本品１gにつき、50～70mgであることを示す。

ケルダール法

装置

図に示すものを用いる。総硬質ガラス製で、接続部をすり合わせにすることができる。装置に用いるゴムは、全て１mol/L水酸化ナトリウム試液中で10～30分間煮沸し、次に、水中で30～60分間煮沸し、最後に、水でよく洗ってから用いる。

A：ケルダールフラスコ
B：ガラス管
C：アルカリ溶液注入用漏斗
D，E：ピンチコック付ゴム管
F：しぶき止め
G：蒸留管
H：冷却管
J：受器



操作法

別に規定する場合を除き、次の方法によるものとする。

窒素（N）20～30mgを含む量の試料を有効数字３桁まで量り、その数値を記録し、ケルダールフラスコAに入れ、これに硫酸カリウムの粉末５g（4.5～5.4g）、硫酸銅0.5g（0.45～0.54g）及び硫酸20mLを加える。次に、フラスコを約45°に傾け、泡立ちがほとんど止むまで静かに加熱し、更に温度を上げて沸騰させ、内容物が青色で、透明な溶液となった後、更に１～２時間加熱する。

放冷した後、適量の水を徐々に加え、放冷し、あらかじめ水蒸気を通じて洗った蒸留装置にフラスコを連結する。

受器Jには、ホウ酸溶液（１→25）20mL及びブロムクレゾールグリーン・メチルレッド試液３滴を入れ、適量の水を加え、冷却器Hの下端をこの溶液に浸す。次に、漏斗Cから水酸化ナトリウム溶液（２→５）85mLを徐々に加え、さらに、少量の水で洗い込み、Dの部分のピンチコックを閉じ、ケルダールフラスコを軽く揺り動かして内容物を混和した後、水蒸気を通じて留液約120mLを得るまで蒸留する。その後、冷却器の下端を受器の液面から離し、更にしばらく蒸留を続けた後、冷却器の下端を少量の水で洗い込み、0.05mol/L硫酸で滴定する。この場合において、滴定の終点は、溶液の緑色が微灰色を経て微灰赤紫色に変わるときとする。

同様の方法で空試験を行い補正する。

0.05mol/L硫酸１mL＝1.401mgN

セミミクロケルダール法

装置

図に示すものを用いる。総硬質ガラス製で、接続部をすり合わせにすることができる。装置に用いるゴムは、全て１mol/L水酸化ナトリウム試液中で10～30分間煮沸し、次に、水中で30～60分間煮沸し、最後に、水でよく洗ってから用いる。