

[成果情報名] 蛍光 X 線を活用した高精度な米の無機成分迅速評価法の開発

[要約] 蛍光 X 線分析を低リン米に適応することで、リン・カリウムを迅速に評価できる。なお、分析に要する時間は慣行の 10 分の 1 程度に短縮できる。

[キーワード] 低リン米、蛍光 X 線分析

[担当] 三重県農業研究所 フード・循環研究課 森芳広、原正之

[分類] 研究

[背景・ねらい]

日本食品標準成分表が定めるリン・カリウムの分析公定法は試料の乾式灰化（500℃, 5 時間）、塩酸を用いた無機成分の抽出、ICP や原子吸光もしくはバナドモリブデン法を用いた測定が必要であり、薬品を扱える実験設備や高価な分析機器を必要とする。そこで、蛍光 X 線分析法が有する無機元素分析の迅速性を利用し、米の無機成分を分析することで分析にかかる時間と費用の大幅な削減を目指す。また、本技術を低リン米製品に活用し、成分の迅速評価を行うことで低リン米製品の競争力を強化する。

[成果の内容・特徴]

1. 分析に用いる蛍光 X 線分析装置は試料に X 線を照射し、反射される元素毎特定の蛍光 X 線の強度を測定することで元素量を測定できる。測定時間による反射強度の増加は試料や元素により異なるが、米のリン・カリウムを測定するのに適した測定時間は 300 秒である（図 1、図 2）。
2. 分析手順は米をサイクロンミルにより 500 μ m 以下の粒度に粉砕をした後、専用容器に充填し、レオメーターで圧縮する（約 8kgN）。次に、サンプルを大気条件下で装置にセットし測定する（300 秒）。また、別途、内標準元素の R h（ロジウム）を測定し（100 秒）、リン・カリウムの測定強度を補正した後、検量線から含有量を算出する。
4. 低リン米製品に蛍光 X 線分析を適応した際の検量線は、リン： $y=11718x+318.5$ （決定係数 0.719）、カリウム： $y=2521.2x+115.17$ （決定係数 0.944）である（図 3）。
5. 測定誤差を考慮し、本検量線での推定値がリン 534ppm、カリウム 495 p p m 以下であれば、保証値（4 割以上削減値 リン：564ppm カリウム：528ppm）を 99.7%（4 割以上削減値から誤差の 3 シグマ値を引いた値）の確率で担保できる。
6. 本分析手法を用いることで 1 点あたりの分析時間は約 3 0 分（試料粉砕 5 分、容器充填 5 分、蛍光 X 線測定 1 0 分、解析 1 0 分）となる。
（参考）公定法：約 1 0 時間（試料調製（乾式灰化等） 9 時間、塩酸抽出 3 0 分、I C P 分析 1 時間）

[成果の活用面・留意点]

1. 本手法で算出される数値は推定値であり、目標値近辺のものについては公定法を用いた確認が必要である。
2. 実際のサンプル分析の際には検量線を引く際に用いた 3-5 点を分析し、検量線のずれが無いことの確認が必要である。
3. リンについての測定誤差を考慮した上限値 534 ppm は、検量線の範囲より高い値なので目安値とする。

[具体的データ]

リン・カリウム測定手順

手順 1：試料粉碎から容器への充填

①米試料はサイクロンミルを用い粒度500μm以下に粉碎。②10 ml（底円φ25mm、高さ20mm）の試料容器に摺り切り一杯の粉末を充填
③レオメーターで圧縮し、試料密度を均一化（図1）

手順 2：蛍光X線装置の運転条件

①分析時間：リン・カリウムは分析時間300秒。
Rh（内標準元素）は測定時間100秒。
②測定されたリン・カリウム強度はRhで補正（図2）

手順 3：解析

リン・カリウムの測定強度を検量線（表1）に代入し濃度算出

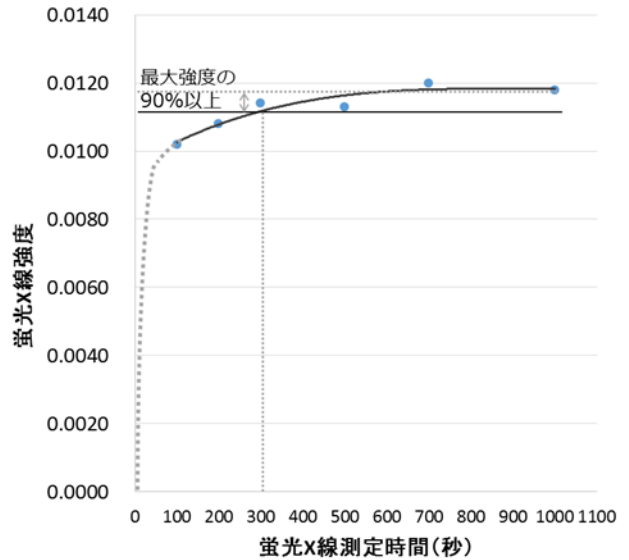


図2 リンの蛍光X線強度と分析時間

表 1 .解析に用いる検量線

対象元素	検量線*1
リン	(測定強度) × 11718 + 318.5
カリウム	(測定強度) × 2521.2 + 115.2

* 1 検量線は測定強度と I C P 分析値を元に最小二乗法を用いて算出した。

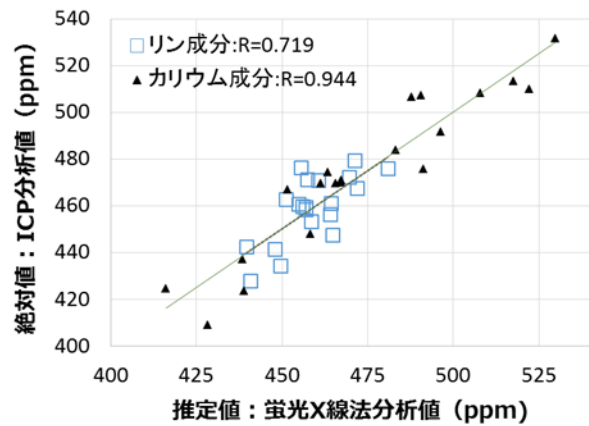


図3 公定法（ICP）と蛍光X線の関係

（森芳広）

[その他]

研究課題名：蛍光 X 線を活用した高精度な米の無機成分迅速評価法の開発

予算区分：共同研究（研究促進型）

研究期間： H 2 7 年度

研究担当者：森芳広・原正之