

# 植物性たん白の植物たん白質含有率（燃焼法）測定手順書

独立行政法人農林水産消費安全技術センター

## 1. 適用範囲

この測定手順書は、植物性たん白の日本農林規格に規定する植物性たん白に適用する。

## 2. 測定方法の概要

燃焼法は、試料を純酸素気流中で燃焼させ、さらに還元して、試料中の全窒素分を窒素ガスとして定量する方法である。全窒素分は、試料重量に対する百分比として算出する。植物たん白質含有率は、全窒素分にたん白質換算係数及び補正係数を乗じて算出する。

なお、植物性たん白の日本農林規格では、植物たん白質含有率は無水物に換算した場合の値としている。

## 3. 注意事項

装置は高温になるので取り扱いに注意すること。

## 4. 器具及び装置

### 4.1 試験試料の調製に用いる器具

- (a) 粉砕器：ミキサー等。
- (b) 試験用ふるい：JIS Z 8801-1(2006)に規定する目開き 1mm のもの。

### 4.2 試験に用いる器具及び装置

- (a) 燃焼法全窒素測定装置：次の①～④の能力を有するもの
  - ① 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 °C 以上の操作温度を保持できる燃焼炉をもつこと。
  - ② 熱伝導度検出器による窒素（N<sub>2</sub>）の測定のために、遊離した窒素（N<sub>2</sub>）を他の燃焼生成物から分離できる構造をもつこと。
  - ③ 窒素酸化物（NO<sub>x</sub>）を窒素（N<sub>2</sub>）に変換する機構をもつこと。
  - ④ ニコチン酸を用いて 10 回繰り返し測定したときの窒素分の平均値が理論値  $\pm 0.15$  %（質量分率）であり、相対標準偏差が 1.3% 以下であること。
- (b) 電子天びん  
最小表示桁数が 0.1mg 以下のもの、又はこれと同等以上のもの。

## 5. 試薬

### 5.1 検量線作成用標準品

エチレンジアミン四酢酸（EDTA）（純度 99 % 以上であり、窒素率が記載されたもの）、アスパラギン酸（純度 99 % 以上であり、窒素率が記載されたもの）又は同純度の他の

標準品（ニコチン酸を除く。）のいずれかを用いる。

## 5.2 装置の性能確認のための試薬

ニコチン酸：純度 99 %以上のものを用いる。

## 6. 試験試料の調製

### 6.1 粉末状植物性たん白の調製

試料を試験用ふるいを用いてふるい分けし<sup>(1)</sup>、ふるい目を通過したものを試験試料とする。

### 6.2 粒状植物性たん白（乾燥したもの）の調製

試料を粉砕器等で粉砕し<sup>(2)</sup>、試験用ふるいを用いてふるい分けし<sup>(1)</sup>、ふるい目を通過したものを試験試料とする。

### 6.3 ペースト状植物性たん白、繊維状植物性たん白及び粒状植物性たん白（冷凍したもの）の調製（無水物の状態で測定）

水分測定後の試料をプラスチックフィルム袋から取り出し、粉砕器等で粉砕し<sup>(2)</sup>、試験用ふるいを用いてふるい分けし<sup>(1)</sup>、ふるい目を通過したものを試験試料とする。

(1) 作業中の吸湿を防ぐため、湿度 30 %RH 程度の試験室で行うことが望ましい。

(2) 熱による水分変化が起こらないように注意しながら粉砕する。

## 7. 測定手順

装置の性能を確認した後、試料を測定する。詳細は以下のとおりとする。

### 7.1 装置の性能確認<sup>(3)</sup>

#### 7.1.1 検量線作成

検量線作成用標準品を 0.1 mg 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。

#### 7.1.2 ニコチン酸の測定

ニコチン酸約 100mg ~ 500 mg 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連続して 10 回測定する。

(3) 燃焼法装置の性能 4.2(a)④を確認するために行う。検量線作成用標準品及びニコチン酸は装置に適した量を測定すること。なお、ニコチン酸の窒素分は、11.38 % (純度 100 % の場合) である。

### 7.2 試料測定<sup>(4)</sup>

#### 7.2.1 検量線作成

検量線作成用標準品を 0.1 mg 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。

## 7.2.2 試料の測定

よく混ぜた試料約 100mg ～ 500 mg 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。

- (4) 検量線作成用標準品及び試料は装置に適した量を測定すること。試料量は 100 mg 以上になるようにすること。

## 8. 計算

「7.2.1 検量線作成」で作成した検量線を用いて、「7.2.2 試料の測定」で測定した結果から、試料に含まれる全窒素分％（質量分率）を算出し、植物たん白質含有率％（質量分率）を小数第 2 位まで求める。

### (a) 粉末状植物性たん白及び粒状植物性たん白（乾燥したもの）

$$\text{植物たん白質含有率 \% (質量分率)} = P \times D \times C \times (100 / (100 - M))$$

### (b) ペースト状植物性たん白、繊維状植物性たん白及び粒状植物性たん白（冷凍したもの）

$$\text{植物たん白質含有率 \% (質量分率)} = P \times D \times C$$

P：たん白質換算係数

主原料が大豆又は脱脂大豆であるものは 6.25

主原料が小麦粉又は小麦グルテンであるものは 5.70

主原料が大豆又は脱脂大豆であるものと主原料が小麦又は小麦グルテンであるものを混合したものにあっては、それらの混合割合で加重平均した値

D：試料の全窒素分％（質量分率）

C：補正係数<sup>(5)</sup>

主原料が大豆又は脱脂大豆であるものは 0.986

主原料が小麦粉又は小麦グルテンであるものは 0.993

主原料が大豆又は脱脂大豆であるものと主原料が小麦又は小麦グルテンであるものを混合したものにあっては、それらの混合割合で加重平均した値

M：試料の水分％（質量分率）

- (5) 補正係数は、同一試料をケルダール法と燃焼法により測定した全窒素分（％）について回帰分析を行い算出した。補正可能な範囲は、回帰分析に用いた試料の濃度範囲（主原料が大豆又は脱脂大豆であるものは全窒素分 7.3％～14.1％、主原料が小麦粉又は小麦グルテンであるものは 8.4％～13.8％）とする。なお、補正係数は、原材料の変動の影響を受けると考えられるので、その使用には細心の注意を払うこと。

**植物性たん白の全窒素分(燃焼法)共同試験結果\***

- (1) 参加試験室数：10
- (2) マテリアル数：5（大豆試料3、小麦試料2）
- (3) 濃度：8.50 ～ 14.28 %（質量分率）
- (4) 併行標準偏差（ $S_r$ ）：0.017 ～ 0.060 %（質量分率）
- (5) 空間再現標準偏差（ $S_R$ ）：0.084 ～ 0.16 %（質量分率）
- (6) 併行相対標準偏差（ $RSD_r$ ）：0.14 ～ 0.67 %
- (7) 空間再現相対標準偏差（ $RSD_R$ ）：0.59 ～ 1.9 %

\* 手順書「6. 試験試料の調製」により調製済みの試料を配付した。

履歴

年月日	改訂内容等
2009/08/21	手順書（2009年版）を用いた「植物性たん白の植物たん白質含有率（燃焼法）共同試験（2009/03）」の結果を検査方法妥当性委員会において評価し、測定方法の妥当性が確認されたが、ケルダール法との同等性は確認されなかった。
2013/10/04	「燃焼法」について、規格に記載された「植物性たん白の植物たん白質含有率（ケルダール法）の測定方法」との相関を調査し、その結果を妥当性確認調査検討・評価委員会において評価し、補正式、補正係数による補正に問題は認められないこととなった。
2014/11/07	農林物資規格調査会（2014）の議決を受けて、植物性たん白の日本農林規格の植物たん白質含有率測定方法が改正された。
2014/11/19	手順書 2014 公表。 （手順書（2009年版）から手順書 2014 への主な変更点） ・ 計算に補正係数を採用した