

# 玉米粉小麦粉大豆粉基体参比物质的研制\*

顾晓红

(黑龙江省农业科学院谷物中心)

标准物质是进行量值传递,检验分析方法和测试结果准确性,再现性和可此性的最简便可靠的手段,是实现实验室科学管理的必备物质

## 1 材料和方法

取 1986年收获的玉米品种龙单 3号(M<sub>5</sub>)、龙辐 7647(M<sub>6</sub>)、甸 11(M<sub>7</sub>)各 5kg和 1990年收获的小麦品种龙麦 12(W<sub>1</sub>)、80生 892(W<sub>2</sub>)、黑农 33(S<sub>3</sub>)、黑农 34(S<sub>4</sub>)各 10kg,挑选干净在 50℃± 2℃干燥箱中干燥 16h水分含量控制在 10%以下,待降至室温后,用 3100锤式旋风磨粉碎,使之全部通过 80目筛。用 20目筛全部过筛 4~ 5次,充分混匀,按多点取样法分装于大塑料瓶中密封,经 6<sup>60</sup>Co γ射线 4.9Mrad照射后,储存在低温冰箱(- 15℃~ 20℃)备用。

粗蛋白方法是采用(GB- 2905- 82)半微量凯氏法,粗脂肪是采用(GB2906- 82)索氏提取法,总淀粉采用(GB(5006- 85)醋酸氯化钙法,氨基酸采用(GB7649- 87)法,均匀度采用精密度高,取样量小的 GB2905半微量凯氏法作方差分析检验,稳定性检验是对已制备定值的均匀性进行定期监测,观察年度间的波动值的随机不确定度,用 $\pm t_{\alpha}(n- 1)S/\sqrt{n}$ 判定。测定值数据统计处理,按 GB6379- 86作克科伦方差检验,格拉布检验和狄克检验,剔除离群值后,按 ISO2602统计加权平均值和平均值的 95%置信限。

## 2 结果与讨论

2.1 均匀性评价 从每个包装瓶中各取 5个小样,重复进行粗蛋白含量测定,以方差分析为判据,作均匀性检验。表 1结果表明,样本混合是均匀的。

表 1 4个瓶间差异显著性检验

变异来源	自由度	样品代号			
		W <sub>1</sub>	W <sub>2</sub>	S <sub>3</sub>	S <sub>4</sub>
总方差	19	0.3685	0.8405	1.5904	2.2041
瓶间方差	3	0.3345	0.7611	1.0416	1.8147
机误方差	16	0.0340	0.0794	0.1886	0.0389
F值		9.84	9.59	7.43	4.66

F<sub>0.05</sub>(3, 16) 26.83

的重现性不确定度区间。

## 3 定值结果

采用多实验室合作,用一种公认的标准分析方法定值,按国家标准 GB6319- 86处理离群值,统计加权平均值及 S<sub>r</sub>和 S<sub>t</sub>,再按公式 $\bar{X} - \frac{10.0975}{n}$ 。  $S < m < \bar{X} + \frac{10.0975}{n}$ 。 S分别计算

2.2 稳定性评价 对小麦粉 W<sub>1</sub>及大豆粉 S<sub>3</sub>于 1991年至 1997年间每隔一年监测的平均值,玉米粉 M<sub>5</sub>在 1987~ 1989年连续监测,在 1991~ 1997年每隔一年监测结果平均值,各组分统计年分为 20次重复测定平均值见表 2

表 3结果表明小麦、大豆、玉米的粗蛋白,粗脂肪,总淀粉,赖氨酸及蛋氨酸组分在 1987~ 1997年间测定值、变异幅度均分布在测定值

重现性不确定度及再现性不确定度,最后按公式  $t_{0.05} \frac{S}{\bar{x}}$  分别计算重现性和再现性相对不确定度。定值结果见表 3

表 2 玉米小麦大豆粉不同年份间各组分稳定性比较

组分	样品代号	年份						
		1987	1988	1989	1990	1991	1993	1995
粗蛋白	W <sub>1</sub>	-	-	-	12.24	12.38	12.17	12.26
	S <sub>3</sub>	-	-	-	39.73	40.00	39.56	39.50
	M <sub>5</sub>	9.61	9.68	9.57	9.52	9.83	9.44	9.41
粗脂肪	S <sub>3</sub>	-	-	-	21.77	21.58	21.88	21.56
	M <sub>5</sub>	4.78	4.68	4.81	4.72	4.87	4.70	4.67
总淀粉	M <sub>5</sub>	70.79	70.74	71.10	71.04	71.40	71.07	70.96
赖氨酸	S <sub>3</sub>	-	-	-	2.530	2.641	2.480	2.572
	M <sub>5</sub>	0.265	0.281	0.260	0.293	0.298	0.259	0.288
蛋氨酸	S <sub>3</sub>	-	-	-	0.523	0.566	0.491	0.574
	M <sub>5</sub>	0.176	0.204	0.173	0.209	0.218	0.146	0.196

表 3 标准参比物质参比值及不确定度

组份		加权平均值	重现性不确定度	再现性不确定度	重现性相对不	再现性相对不
		(%)	(%)	(%)	确定度 (%)	确定度 (%)
蛋白质	W <sub>1</sub>	12.24	0.10	0.16	0.82	1.31
	W <sub>2</sub>	15.69	0.07	0.24	0.42	1.53
	S <sub>3</sub>	39.73	0.25	0.37	0.63	0.93
	S <sub>4</sub>	44.57	0.26	0.44	0.50	0.99
	M <sub>5</sub>	9.61	0.28	0.38	1.36	2.64
	M <sub>6</sub>	14.75	0.20	0.39	1.36	2.64
	M <sub>7</sub>	13.36	0.15	0.30	1.12	2.25
	S <sub>3</sub>	21.77	0.14	0.23	0.64	1.06
脂肪	S <sub>4</sub>	19.88	0.13	0.29	0.65	1.46
	M <sub>5</sub>	4.72	0.05	0.10	1.06	2.01
	M <sub>6</sub>	4.17	0.09	0.17	2.23	4.08
	M <sub>7</sub>	3.18	0.06	0.15	1.29	4.72
淀粉	M <sub>5</sub>	71.01	0.53	0.63	0.75	0.89
	M <sub>6</sub>	66.33	0.44	0.56	0.66	0.84
	M <sub>7</sub>	68.87	0.66	0.85	0.96	1.23
氨基酸 M <sub>5</sub>	LYS	0.265	0.015	0.033	5.66	12.45
	MET	0.176	0.028	0.059	15.91	33.41
	TRP	0.054	0.003	0.015	572	27.68
	LYS	0.303	0.015	0.028	4.95	9.24
氨基酸 M <sub>7</sub>	MET	0.170	0.367	0.0613	21.59	36.06
	TRP	0.062	0.0027	0.0210	4.32	33.60

## 4 结论

4.1 大豆、小麦、玉米粉基体参比物的粗蛋白质、粗脂肪、总淀粉、氨基酸等组分均具有良好的可靠性和稳定性,有效性在 -15℃ 保存达 10 年以上。

4.2 该定值结果仅符合国家一级物质信息值要求。建议试用二种不同原理方法参考值,3~5 个实验室定值后,可满足国家一级标准物质标准值要求。