

燃焼 (Dumas)法による食品中の全窒素測定 — 技能試験による妥当性確認とKjeldahl法との比較 —

技術の特徴

- ・燃焼法による米の全窒素測定の室間共同試験を3回行い、室間再現標準偏差(S_R)は0.10~0.19%(タンパク質換算)、室間再現相対標準偏差(RSD_R)は1.03~3.03%、HorRatは0.39~0.75の結果が得られ、燃焼法は米の全窒素定量法として十分な測定精度と再現性を持つ妥当な測定法であることを確認した。
- ・各試験室の測定値を評価するz-scoreは、試験室毎にほぼ一定の値を示した。
- ・燃焼法とケルダール法の測定値は各試料でほぼ一致し、試験室間の変動は燃焼法よりもケルダール法が少なく、HorRatも小さかった。

研究の内容

表1. 一回目の室間共同試験の燃焼法の結果概要

	棄却済データ						棄却なし
試料番号	1	2*	3*	4	5	6	1 ~ 6
外れ値棄却後の試験室数	13	12	15	15	14	14	16
解析測定値数	117	108	135	135	126	126	144
窒素含有平均値 (%)	0.98 ~ 1.41						0.98 ~ 1.40
S_r (たんぱく質換算, %)	0.024 ~ 0.053						0.040 ~ 0.068
併行相対標準偏差(RSD_r , %)	0.32 ~ 0.91						0.62 ~ 1.13
S_R (たんぱく質換算, %)	0.113 ~ 0.186						0.144 ~ 0.187
RSD_R (%)	1.73 ~ 2.56						2.21 ~ 2.62
経験的な RSD_R ($PRSD_R$, %)**	3.80 ~ 4.01						3.80 ~ 4.01
HorRat ($RSD_R / PRSD_R$)	0.44 ~ 0.66						0.56 ~ 0.66

*: 試料番号2と3はYoudenペアとして計算

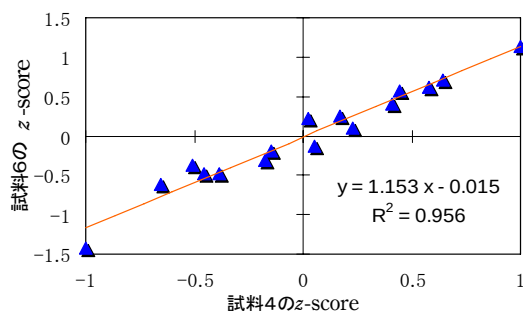
**: $2X^{-0.1505}$ [X: 解析測定値の窒素含有平均値、Horwitz predicted RSD_R]

図1. 各試験室の試料4と6のz-scoreの関係

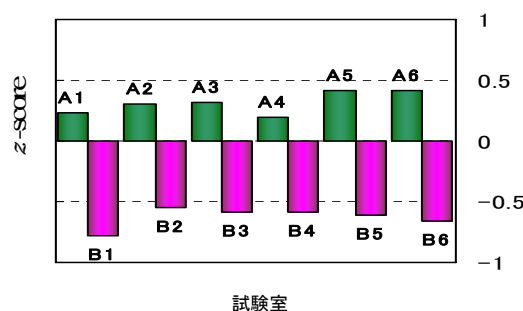


図2. 試験室Aと試験室Bのz-score

z-score = (A - X) / $2X^{0.8495}$ [A: 各試験室の測定値、Xは表1と同じ]

今後の展開

- ・食品中のタンパク質含量を決定する全窒素の定量法として、ケルダール法に加えて燃焼法も公定分析法として採用され、その迅速定量性を生かして、食品産業の現場で品質管理機器として日常的に使われることを目指す。

参 考

燃焼法による玄米中の全窒素定量の室間共同試験, 堀田 博, 分析化学, 55(5), 323-327(2006)