

【成果情報名】 米中の全窒素は、燃焼法によって再現性良く定量できる

【要 約】 燃焼法(改良デュマ法)による米の全窒素測定のための16試験室による室間共同試験を行い、室間再現標準偏差(S_R)は0.10~0.19%、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測定法であることが示された。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の方が小さかった。

【部 署】 食品総合研究所・分析科学部・分析研究室

【連絡先】 分析研究室 029-838-8059 horita@affrc.go.jp

【成果区分】 参考

【キーワード】 燃焼法、全窒素、ケルダール法、室間共同試験

【背景・ねらい】

食品の全窒素測定法として広く使われているケルダール分解法は、分析操作に濃硫酸や濃アルカリを使用、設備としてドラフトが必要、銅含有廃液が出る、測定に最低3時間を要する、などの短所がある。その代替法である燃焼法による全窒素測定は、通常の実験室内に設置した装置により数分間で測定でき、AOAC インターナショナルの小麦や肉類の公定分析法となっている。そこで、燃焼法による全窒素測定を食品の公定分析法として日本でも普及・採用されることを目的に、AOAC インターナショナルの「穀類」の公定法では取り上げられていない米を試料として室間共同試験を実施し、燃焼法がケルダール分析法と同等の測定精度や再現性を有していることを確認する。

【成果の内容・特徴】

1. 均質性を統計的に確認した6点の米粉砕試料を、明示反復で2回、非明示反復で1回、試料の測定方法などを記したプロトコール[同じ機器で測定。同一バッチの標準物質で校正。試料は100mg以上使う。3点繰返して測定し、室内再現性試験は3回、異なる日に行う(明示反復の場合)。1回のみ測定(非明示反復の場合)。]を添付して16試験室に配付した。試験室間共同試験のHarmonized protocolに基づき、回収した全窒素測定値を、Cochran検定、Grubbs検定により外れ値を棄却後、統計解析し、併行標準偏差(S_r ; repeatability)や室間再現標準偏差(S_R ; reproducibility)、RSD_R、HorRatなどを算出した。なお、Youdenペア(測定対象物質の含量の差が5%以内の試料対)の S_r は反復試料と別の計算式で求めた。
2. 燃焼法の3回の室間共同試験で得られた、検定で棄却済のデータによる解析値の含量範囲は、 S_r が0.02~0.06%、 S_R が0.10~0.19%、RSD_Rが1.03~3.03%、HorRatは0.39~0.75であった(表1)。これらの結果は燃焼法が米の全窒素定量法としても十分な測定精度と再現性を有する妥当な測定法であることを示していた。
3. 室間再現精度(S_R の2乗、分析誤差)の由来を、試験室間、試験室内(日間変動)及びその他の試験室内(日内変動)の誤差に分けると、その80%以上が試験室間によるものであった。
4. 燃焼法とケルダール法による全窒素測定値を比較すると、各試料の測定平均値は±1%以内になり、試験室間の変動は燃焼法よりもケルダール法の方が小さかった。
5. ある試験室のz-scoreは、試料が異なっても相関が高く、ほぼ同じ値となった(図1、2)。例示以外の試料・試験室でも同じ傾向であり、これは、各試験室の測定値には一定の偏りがあることを示していた(図2)。

【成果の活用面・留意点】

1. 食品中の全窒素成分(粗たんぱく質)の公定分析法の一つとして燃焼法(改良デュマ法)を採用するための資料として活用される。

2. 現時点で、燃焼法(改良デュマ法)は参考法として全窒素測定に使用できる。

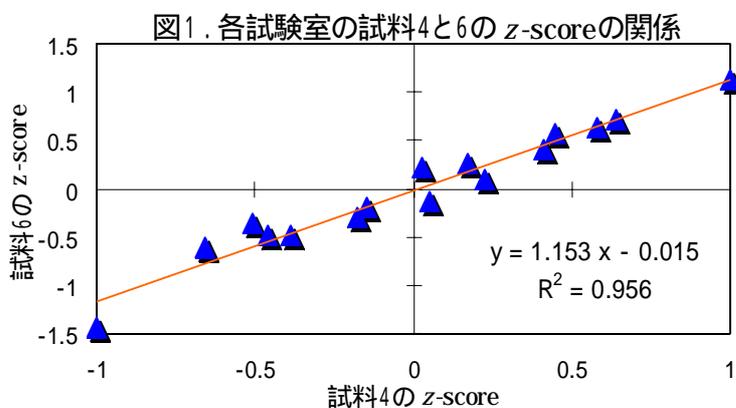
[具体的データ]

表1. 一回目の室間共同試験の燃焼法の結果概要

試料番号	棄却済データ						棄却なし
	1	2	3	4	5	6	
外れ値棄却後の試験室数	13	12	15	15	14		0
解析測定値数	117	108	135	135	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

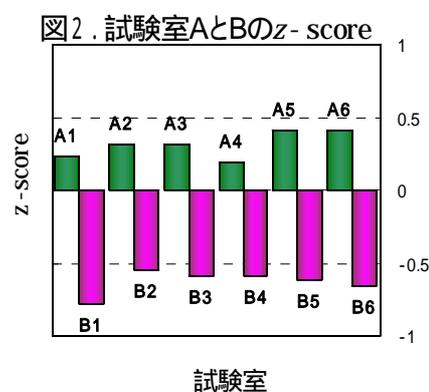
試料番号2と3はYoudenペアとして計算

* ; $0.02\bar{X}^{-0.1505}$ [\bar{X} ; 解析測定値の窒素含有平均値、Horwitz predicted RSD_R]



$$z\text{-score} = (M - \bar{X}) / 0.02\bar{X}^{0.8495}$$

(M ; ある試験室の測定平均値、 \bar{X} ; 表1と同じ)



A(B)1 ~ 6; A(B)試験室の試料1 ~ 6の略

[その他]

研究課題名: 食品中の全窒素測定法の標準化に関する研究

予算区分: 経常

研究期間: 2003 ~ 2005年度(2005年度)

研究担当者: 堀田博、法邑雄司

発表論文等:

- 1) 堀田博、燃焼法による玄米中の全窒素測定の室間共同試験、分析化学、印刷中