

P-FSX-2015

報告書番号-JSAC/PTP-44

ISO/IEC 17043 に基づく技能試験報告書

第 10 回
食品成分の分析
(魚肉ソーセージ)

実施期間 : 2015 年 1 月～3 月

最 終 報 告 書

2015 年 5 月 22 日

公益社団法人 日本分析化学会

報告書番号	JSAC/PTP 44
発行年月日	2015-05-22

ISO/IEC 17043 に基づく技能試験
第 10 回 食品成分の分析最終報告書

概 要	
1. 実施期間:2015-01-19/03-20	
2. 技能試験実施のための手順書:	
QPC-301 ; 2006-12-01 均質性試験実施手順書	
第 10 回食品分析 技能試験実施要領 ; 2015-01-16	
3. 参加試験所数: 42 試験所	
4. 試験項目: 試料の魚肉ソーセージ中のたんぱく質、脂質、灰分、水分、カルシウム、鉄、ナトリウム、リン (8 成分) を分析した。	
5. 評価結果	
ロバストな指標による z スコアで評価した結果は次頁のとおりであった。	

(公社)日本分析化学会
技能試験委員会

承認	作成
	

〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2 五反田サンハイツ 304 号
Tel : 03-3490-3351 FAX : 03-3490-3572 E-mail: shokuhin-pro.test@jsac.or.jp

z スコアによる技能試験の評価結果

たんぱく質、脂質、水分は分析条件をかえたものも含み、全 11 項目の評価を行った。

	参加試験所数	$ z \leq 2$		$2 < z < 3$		$ z \geq 3$	
		数	%	数	%	数	%
たんぱく質①ケルダール法 g/100g	38	35	92%	2	5%	1	3%
たんぱく質②燃焼法 g/100g	6	6	100%	0	0%	0	0%
脂質①エーテル抽出法 g/100g	15	13	87%	1	7%	1	7%
脂質②酸分解法 g/100g	26	21	81%	5	19%	0	0%
灰分 550°C g/100g	41	38	93%	3	7%	0	0%
水分 ①105°C、5時間 g/100g	33	30	91%	0	0%	3	9%
水分 ②135°C、2時間 g/100g	11	10	91%	0	0%	1	9%
カルシウム mg/100g	34	30	88%	2	6%	2	6%
鉄 mg/100g	32	26	81%	3	9%	3	9%
ナトリウム mg/100g	35	30	86%	1	3%	4	11%
リン mg/100g	32	26	81%	4	13%	2	6%

但し、ISO/IEC 17043 による評価；

$|z| \leq 2$: 満足

$2 < |z| < 3$: 疑わしい (どちらともいえない)

$|z| \geq 3$: 不満足

目 次

1	はじめに	1
2	技能試験の実施要領	1
2. 1	実施試験所	1
2. 2	試料と分析項目	1
2. 3	技能試験実施のための手順書	1
2. 4	実施日程	1
2. 5	試料の調達と均質性試験及び配付	1
3	評価指標の計算方法と用語の説明	2
4	参加試験所の報告値と評価	3
5	技能試験結果	3
6	考察	20
7	技能試験委員会	23
参考資料A	試料の調達と均質性試験	24
参考資料B	実施要領	27
参考資料C	参加試験所の分析条件	29

第 10 回食品成分の分析 (魚肉ソーセージ) 技能試験結果 最終報告書

1. はじめに

試験所間比較・技能試験は ISO/IEC 17043 (JIS Q 17043) に従って、通常下記のいずれか又はふたつを組み合わせた方法で行われることが多い。

(1) 逐次参加スキーム (Sequential participation scheme)

参照試験所が値付けをした、特性値が既知の機器や試料を試験所間に逐次回付して技能試験を行うもの。この時、その特性値は試験所には前もって知らされない。評価は E_n 数で行うことが多い。

(2) 同時参加スキーム (Simultaneous participation scheme)

均質な試料を試験所間に同時に配付して技能試験を行うもの。特性値は未知で、評価は z スコアで行うことが多い。

今回の技能試験は、未知の均質な試料を使用する (2) 同時参加スキームで実施した。

2. 技能試験の実施要領

2. 1 実施機関

主催者 (公社) 日本分析化学会

〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2 五反田サンハイツ 304 号

Tel : 03-3490-3351 FAX : 03-3490-3572

協力者 均質性試験 : (一財) 日本食品分析センター

〒151-0062 東京都渋谷区元代々木町 52-1

試料配付 : 環境テクノス (株)

〒804-0003 福岡県北九州市戸畑区中原新町 2 - 4

2. 2 試料と分析項目

試料 魚肉ソーセージ 75 g 樹脂フィルム密封 2 本

分析項目 : たんぱく質、脂質、灰分、水分、カルシウム、鉄、ナトリウム、リン (8 成分)。但し、たんぱく質、脂質、水分は分析条件をかえたものも含み、全 11 項目とした。

2. 3 技能試験実施のための手順書

(1) 技能試験品質マニュアル QPC-301 ; 2006-12-01 均質性試験実施手順書

(2) 第 10 回食品分析 技能試験実施要領 2015-01-16

2. 4 実施日程

受験申込締切 : 2015 年 1 月 15 日

技能試験用試料の配付 : 2015 年 1 月 19 日

分析結果の報告締切 : 2015 年 3 月 20 日

中間報告書の発行 : 2015 年 3 月 26 日

最終報告書の発行 : 2015 年 5 月 22 日

2. 5 試料の調達と均質性試験及び配付

試料は、日本水産 (株) より製品と同じ形体に密封された同じロットの魚肉ソーセージを (公社) 日本分析化学会が購入した。均質性試験は (一財) 日本食品分析センターに委託し、その結果は良好であった。結果の詳細は参考資料 A に示す。試料は環境テク

ノス（株）より試験所に配付した。

3. 評価指標の計算方法と用語の説明

試験所間比較による技能試験結果の評価は、ISO/IEC 17043 を指針とした。

共同実験では、ISO 5725-2(JIS Z 8402-2)等に従い、一つの試験項目について繰り返し測定を行い、その結果から併行精度、室内精度及び室間精度を求めるのが一般的である。またその際には、外れ値の検出のために Cochran の検定や Grubbs の検定等が使用されてきた。一方、試験所間比較による技能試験に用いられる統計方法を定めた規格である ISO 13528 では、外れ値を除外せず、ロバスト法を使用することが推奨されている。ロバスト法では外れ値も計算に含めるが、その影響を受けにくい平均値及び標準偏差が推定される。以下に示す z スコアの計算に用いる平均値及び標準偏差は、改訂中の ISO/DIS 13528:2014 に記載されているロバスト法のうちメディアン-NIQR(又は $nIQR$)法により計算した。

3. 1 試験所名（試験所番号）

各試験所に任意の番号を付した。番号と試験所名の対応は試験所に別々に知らされるのみで、一般には公表されない。各試験所は番号により自分の評価結果を把握できる。

(注) 試験所から提出されたデータに、桁の間違いなど、明らかな誤りなどがあり、試験所に確認後修正して掲載した場合は分析所番号の後に R を付した。また、締切日を過ぎてから提出されたデータは、統計計算には含まず、それまでに提出されたデータから得られた統計指標をもとに評価を行って掲載した（同じく分析所番号の後に R を付した）。

3. 2 報告値

各試験所の試料の 2 回の測定値を報告してもらいその平均値を報告値とした。平均値の計算結果は、Excel 表計算で得られる値を表示した。

3. 3 測定結果の z スコア

参加試験所の評価の指標である z スコアは下記の式で計算した。

$$z = (x - \bar{X})/s$$

但し、 x : 参加試験所の報告値（2回測定の平均値）

\bar{X} : 参加試験所報告値のロバスト平均値（メディアン）

s : 参加試験所報告値のロバスト標準偏差(NIQR)

z スコアは、ISO/IEC 17043 において

$|z| \leq 2$: 満足

$2 < |z| < 3$: 疑わしい（どちらともいえない）

$|z| \geq 3$: 不満足

と評価される。

3. 4 ロバスト法

外れ値も計算に含めるが、その影響を受けにくい平均値及び標準偏差(ロバスト平均値及びロバスト標準偏差)の計算方法

3. 5 表-2 の記号

3. 5. 1 参加試験所数(N) : その項目のデータを報告した試験所の数

3. 5. 2 $|z| \geq 3$: z スコアの絶対値が 3 以上となった試験所の数及び全試験所数に占める%。

3. 5. 3 平均値(*average*) : 全報告値の算術平均

3. 5. 4 ロバスト平均値(*median*) : 全報告値の中央値。全体数が偶数の場合は二つの中

中央値の平均値。

3. 5. 5 ロバスト平均値の拡張不確かさ ($U95\%$) : ISO 13528:2005 (JIS Z 8405) の式(8) に従って求めたロバスト平均値の標準不確かさに包含係数 2 を乗じてもので $2.5 \times NIQR / \sqrt{N}$ 。

3. 5. 6 標準偏差 (SD) : 全報告値から求めた標準偏差

3. 5. 7 ロバスト標準偏差 ($NIQR$; normalized interquartile range)

$$NIQR = IQR \times 0.7413$$

但し、 $IQR =$ 上四分位数と下四分位数の差 (四分位範囲)

3. 5. 8 Horwitz's SD

下記の式により求められる試験所間標準偏差。AOAC International (米国) における共同実験結果から得られた種々の分析法・成分・マトリックスの平均的な室間標準偏差。技能試験結果の評価のための指標、分析法評価時の目標精度設定などに使用される。

文献 1) による計算式

$$s_R = 0.02 \times C^{0.8495}$$

文献 2) による計算式

$$s_R = 0.22 \times C \quad \text{但し} \quad C < 1.2 \times 10^{-7}$$

$$s_R = 0.02 \times C^{0.8495} \quad \text{但し} \quad 1.2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0.138$$

$$s_R = 0.01 \times C^{0.5} \quad \text{但し} \quad C > 0.138$$

但し、 s_R : 共同実験における平均的な標準偏差

C : 共同実験における平均値

(いずれも無次元表示 ; 例えば g/100 g は 0.01)

1) : W. Horwitz, L. R. Kamps and K. W. Boyer, "Quality Assurance in the Analysis of Foods for Trace Constituents" *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 1980, Vol. 63, No. 6 1344-1354

2) M. Thompson, "Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing", *Analyst*, 2000, 125, 385-386

3. 5. 9 ロバスト標準偏差と Horwitz's SD の比 分析法を統一した室間共同試験では、得られた室間精度と Horwitz's SD を比較し、その比が 2 以下であれば分析法の性能は妥当と考えられている。技能試験は厳密に分析法が統一されていないが、試験所間で得られた精度の評価の参考として、ロバスト標準偏差と Horwitz's SD の比を示した。

4. 参加試験所の報告値と評価

表-1 に、参加試験所の報告値及び z スコアを示した。

5. 技能試験結果

5. 1 試験項目毎の結果

表-2 に今回の技能試験結果をまとめた。

z スコアを昇順で配列して図-1-1 から図-1-11 に示した。

表-1

第10回 食品成分の分析 技能試験 結果 (魚肉ソーセージ)

試験所番号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14
たんぱく質①ケルダール法 g/100g	8.757	8.856	8.745		8.645	8.815	8.788	8.911	8.805	8.725	9.001	8.790	8.832	8.907
z-score	-0.291	0.443	-0.376		-1.117	0.139	-0.061	0.854	0.065	-0.524	1.518	-0.046	0.265	0.821
たんぱく質②燃烧法 g/100g				9.231							8.794			
z-score				1.248							-0.660			
脂質①エーテル抽出法 g/100g		4.835	6.640	7.368				8.848		6.543				
z-score		-2.848	-0.763	0.079				1.788		-0.874				
脂質②酸分解法 g/100g	8.560				8.517	8.930	8.584		8.739		8.480	7.851	8.686	7.859
z-score	0.078				-0.049	1.188	0.151		0.614		-0.160	-2.046	0.457	-2.021
灰分 550°C g/100g	2.995	3.037	3.048	3.168	2.978	2.837	2.907	3.122	3.196	3.143	3.020	2.987	2.980	3.003
z-score	-0.974	-0.653	-0.573	0.344	-1.108	-2.182	-1.651	-0.004	0.558	0.157	-0.787	-1.039	-1.089	-0.917
水分 ①105°C、5時間 g/100g		65.27	65.545	64.095	65.600	65.315	65.510	65.840	65.885	65.630	65.510		65.460	65.620
z-score		-0.866	0.262	-5.577	0.483	-0.664	0.121	1.450	1.631	0.604	0.121		-0.081	0.564
				#										
水分 ②135°C、2時間 g/100g	65.74		65.71									65.87		65.82
z-score	0.000		-0.368									1.594		1.042
カルシウム mg/100g	498.35	499.35	484.30	524.00	490.35	483.50	439.75	548.60	484.35	530.30	471.40	499.25	481.75	495.70
z-score	0.188	0.229	-0.393	1.248	-0.143	-0.426	-2.234	2.265	-0.391	1.509	-0.926	0.225	-0.498	0.079
鉄 mg/100g	0.4990	0.7320	0.4756	0.4801	0.5490		0.4520	0.5030		0.5055	0.6221	0.4802	0.4499	0.5100
z-score	-0.030	4.377	-0.473	-0.387	0.916		-0.920	0.046		0.092	2.297	-0.386	-0.959	0.177
		#												
ナトリウム mg/100g	698.2	709.1	550.2	751.8	687.2	703.5	697.1	732.4	728.6	749.9	744.9	673.9	766.5	713.6
z-score	-0.399	-0.044	-5.202	1.342	-0.756	-0.226	-0.435	0.713	0.588	1.279	1.117	-1.187	1.818	0.101
			#											
リン mg/100g			79.88	80.43	80.42	80.91	83.94	81.58	75.27	79.11	78.19	80.39	80.10	80.89
z-score			-0.306	0.003	-0.003	0.270	1.951	0.639	-2.865	-0.734	-1.242	-0.022	-0.181	0.258

表-1

第10回 食品成分の分析 技能試験 結果 (魚肉ソーセージ)

試験所番号	15	15R	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27
たんぱく質①ケルダール法 g/100g	8.693		8.850	9.041	8.798	8.888	8.867	8.776	9.139	8.355		8.521	8.794	
z-score	-0.765		0.402	1.818	0.013	0.684	0.524	-0.146	2.544	-3.267		-2.036	-0.013	
										#				
たんぱく質②燃焼法 g/100g											9.074			9.120
z-score											0.564			0.763
脂質①エーテル抽出法 g/100g	3.824						6.156			8.460		7.585		
z-score	-4.016						-1.322			1.339		0.329		
	#													
脂質②酸分解法 g/100g			8.550	8.400	8.603	8.617		8.300	8.744		7.580		8.352	7.834
z-score			0.049	-0.400	0.208	0.249		-0.700	0.629		-2.856		-0.545	-2.096
灰分 550°C g/100g	3.131		3.150	3.193	3.193	3.230	3.132	3.122	3.263	2.926	3.165	3.108	2.989	2.913
z-score	0.065		0.210	0.539	0.539	0.818	0.069	-0.008	1.070	-1.506	0.325	-0.115	-1.024	-1.601
水分 ①105°C、5時間 g/100g	62.155		65.500	64.990	65.355	64.995			64.675	65.375	65.225	65.600	65.480	65.455
z-score	-13.389		0.081	-1.973	-0.503	-1.953			-3.242	-0.423	-1.027	0.483	0.000	-0.101
	#								#					
水分 ②135°C、2時間 g/100g							65.81	65.44						
z-score							0.858	-3.618						
								#						
カルシウム mg/100g	542.05		523.00	468.35	481.00		524.90	488.25	492.35	419.70	495.25	486.25	502.00	519.10
z-score	1.994		1.207	-1.052	-0.529		1.285	-0.229	-0.060	-3.063	0.060	-0.312	0.339	1.046
										#				
鉄 mg/100g		0.3822	0.6000	0.5054	0.4842		0.4076	0.3353	0.4506	0.5340	0.4450	0.5086	0.6102	1.3125
z-score		-2.239	1.880	0.091	-0.310		-1.758	-3.126	-0.946	0.632	-1.051	0.151	2.072	15.356
								#						#
ナトリウム mg/100g	830.1		667.0	707.1	709.9		713.3	718.7	704.0	560.3	772.5	751.3	724.7	865.8
z-score	3.884		-1.411	-0.110	-0.018		0.093	0.268	-0.209	-4.874	2.014	1.326	0.463	5.042
	#									#				#
リン mg/100g	80.74		81.50	76.54	79.22		80.67	75.28	83.48	79.31		80.10	90.08	85.49
z-score	0.172		0.597	-2.162	-0.672		0.133	-2.862	1.698	-0.620		-0.181	5.363	2.812
													#	

表-1

第10回 食品成分の分析 技能試験 結果 (魚肉ソーセージ)

試験所番号	28	29	30	31	32	33	34	35	36	37	38	39	40	41
たんぱく質①ケルダール法 g/100g	8.814	8.856	8.773	8.606	8.928	8.908	8.611		8.633	8.999	8.907	8.534	8.650	8.750
z-score	0.132	0.447	-0.172	-1.410	0.980	0.828	-1.373		-1.210	1.503	0.821	-1.940	-1.080	-0.339
たんぱく質②燃焼法 g/100g			8.816					8.710						
z-score			-0.564					-1.027						
脂質①エーテル抽出法 g/100g	8.054					6.595			5.884				7.450	7.350
z-score	0.871					-0.815			-1.636				0.173	0.058
脂質②酸分解法 g/100g		8.511	8.959	7.996	8.573		7.611	9.060		8.128	8.623			
z-score		-0.069	1.273	-1.610	0.118		-2.764	1.577		-1.215	0.268			
灰分 550°C g/100g	2.854	3.160	3.040	2.970	3.141	3.123	3.128	2.827	3.198	3.124	3.141		3.200	3.200
z-score	-2.052	0.287	-0.631	-1.165	0.141	0.000	0.042	-2.258	0.573	0.011	0.140		0.592	0.592
水分 ①105°C、5時間 g/100g	65.140	65.695	65.520	65.575	65.340		65.750	65.690	65.585	65.355	65.140			
z-score	-1.369	0.866	0.161	0.383	-0.564		1.087	0.846	0.423	-0.503	-1.368			
水分 ②135°C、2時間 g/100g			65.74			65.66							65.85	65.75
z-score			0.000			-0.981							1.410	0.184
カルシウム mg/100g	468.80	495.80	520.35	520.90	464.75		484.00			108.00	496.19			
z-score	-1.033	0.083	1.097	1.120	-1.201		-0.405			-15.946	0.099			
										#				
鉄 mg/100g	0.4873	0.6424	0.4713	0.6450	0.4820		0.5022			0.3856	0.5180			
z-score	-0.251	2.682	-0.555	2.731	-0.352		0.030			-2.175	0.330			
ナトリウム mg/100g	687.9	747.9	712.2	710.5	687.8	724.4	704.9			693.4	697.1			
z-score	-0.734	1.214	0.057	0.000	-0.735	0.453	-0.180			-0.553	-0.434			
リン mg/100g	82.78	80.48	80.60		83.10		77.66			78.30	95.34			79.05
z-score	1.306	0.028	0.097		1.484		-1.539			-1.184	8.290			-0.764
										#				

表-1

2R, 37R, 43Rは中間報告書発行後に提出された値。いずれも統計計算に含まず。15は当初の報告値。桁間違いを修正した15Rの値で統計計算をした。

試験所番号		42
たんぱく質①ケルダール法	g/100g	8.650
	z-score	-1.080
たんぱく質②燃焼法	g/100g	
	z-score	
脂質①エーテル抽出法	g/100g	7.300
	z-score	0.000
脂質②酸分解法	g/100g	
	z-score	
灰分 550°C	g/100g	3.200
	z-score	0.592
水分 ①105°C、5時間	g/100g	
	z-score	
水分 ②135°C、2時間	g/100g	65.70
	z-score	-0.429
カルシウム	mg/100g	
	z-score	
鉄	mg/100g	
	z-score	
ナトリウム	mg/100g	
	z-score	
リン	mg/100g	78.30
	z-score	-1.181

2R	15	37R	43R	43R修正
			8.853	
			0.424	
6.181				
-1.293				
			8.1535	
			-1.138	
			2.889	
			-1.788	
			34.520	65.480
			-124.670	0.000
			#	
		501.70	490.45	
		0.327	-0.138	
	38.2200		0.6705	
	713.394		3.214	
	#		#	
			685.7	
			-0.805	
			76.43	
			-2.220	

表-2 第10回 食品成分の分析 技能試験 統計指標 (魚肉ソーセージ)

	<i>N</i>	$ z \geq 3$	<i>average</i>	<i>median</i>	<i>U95%</i>	<i>SD</i>	<i>NIQR</i>	Horwitz's <i>SD</i>	<i>NIQR/HSD</i>
たんぱく質①ケルダール法 g/100g	38	1	8.7871	8.7958	0.0547	0.1538	0.1349	0.2536	0.53
		3%							
たんぱく質②燃焼法 g/100g	6	0	8.9573	8.9450	0.2335	0.2109	0.2288	0.2573	0.89
		0%							
脂質①エーテル抽出法 g/100g	15	1	6.8593	7.3000	0.5588	1.3226	0.8657	0.2165	4.00
		7%							
脂質②酸分解法 g/100g	26	0	8.4093	8.5335	0.1637	0.4041	0.3338	0.2472	1.35
		0%							
灰分 550°C g/100g	41	0	3.0789	3.1225	0.0511	0.1153	0.1308	0.3534	0.37
		0%							
水分 ①105°C、5時間 g/100g	33	3	65.2991	65.4800	0.1081	0.6616	0.2483	0.8092	0.31
		9%							
水分 ②135°C、2時間 g/100g	11	1	65.7327	65.7350	0.0615	0.1175	0.0815	0.8108	0.10
		9%							
カルシウム mg/100g	34	2	483.2925	493.8000	10.3732	71.4672	24.1942	21.9635	1.10
		6%							
鉄 mg/100g	32	3	0.5302	0.5006	0.0234	0.1649	0.0529	0.0628	0.84
		9%							
ナトリウム mg/100g	35	4	714.2012	710.4500	13.0171	56.2784	30.8042	29.9163	1.03
		11%							
リン mg/100g	32	2	80.9078	80.4250	0.7953	3.8856	1.7995	4.7007	0.38
		6%							

図-1-1 Robust z-score bar chart

たんぱく質①ケルダール法 g/100g

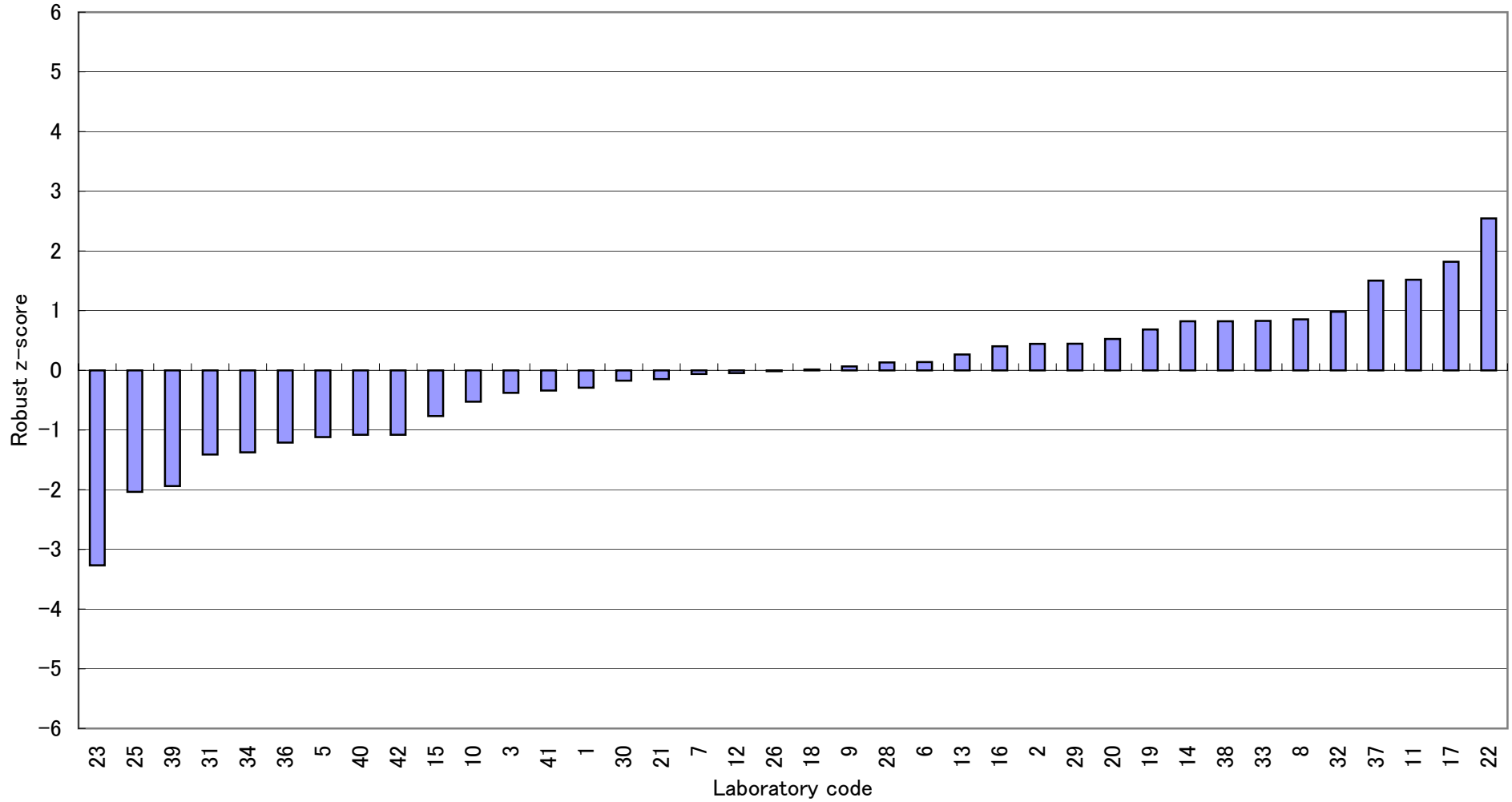


図-1-2 Robust z-score bar chart

たんぱく質②燃焼法 g/100g

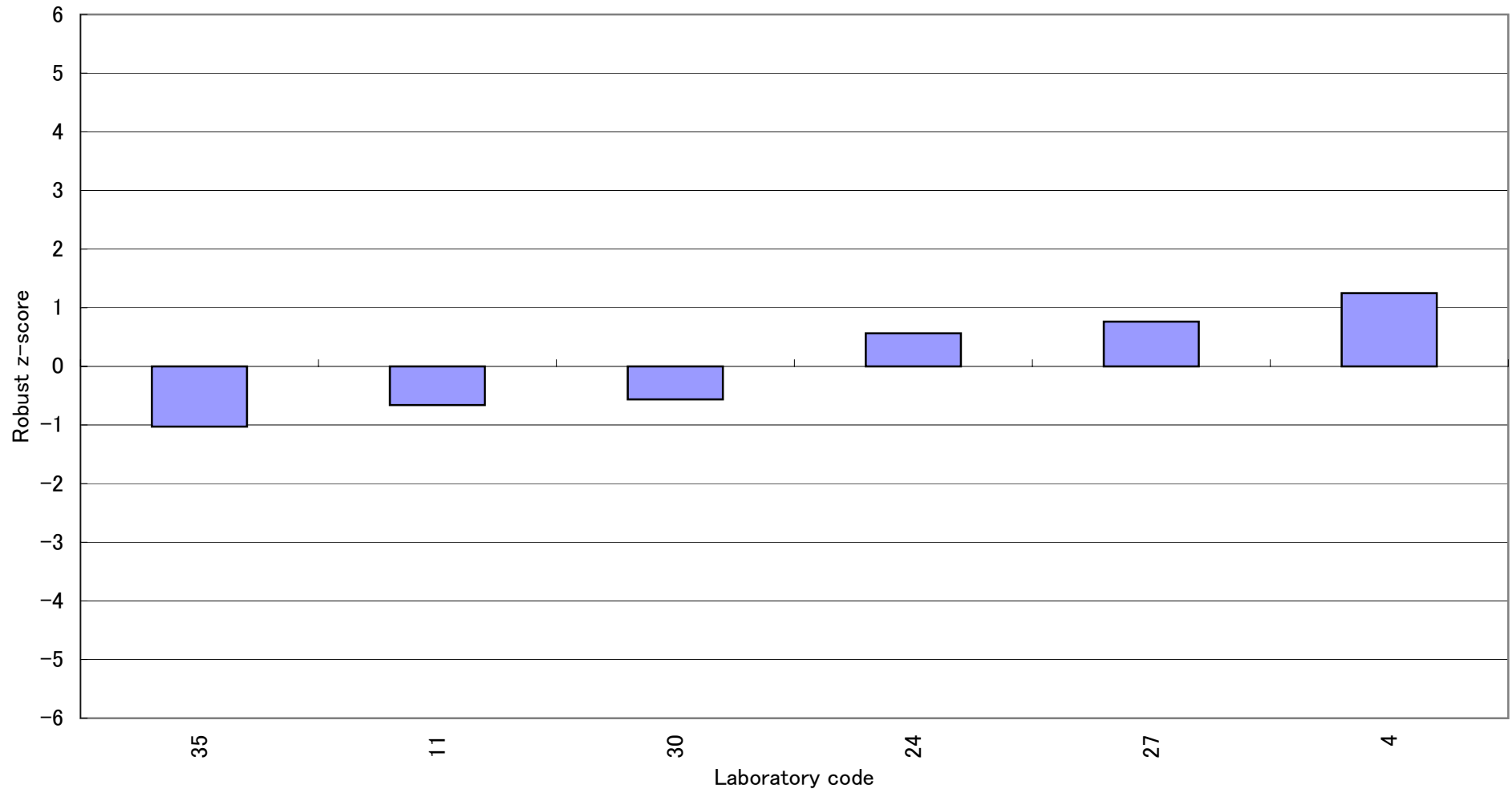


図-1-3 Robust z-score bar chart

■ 脂質①エーテル抽出法 g/100g

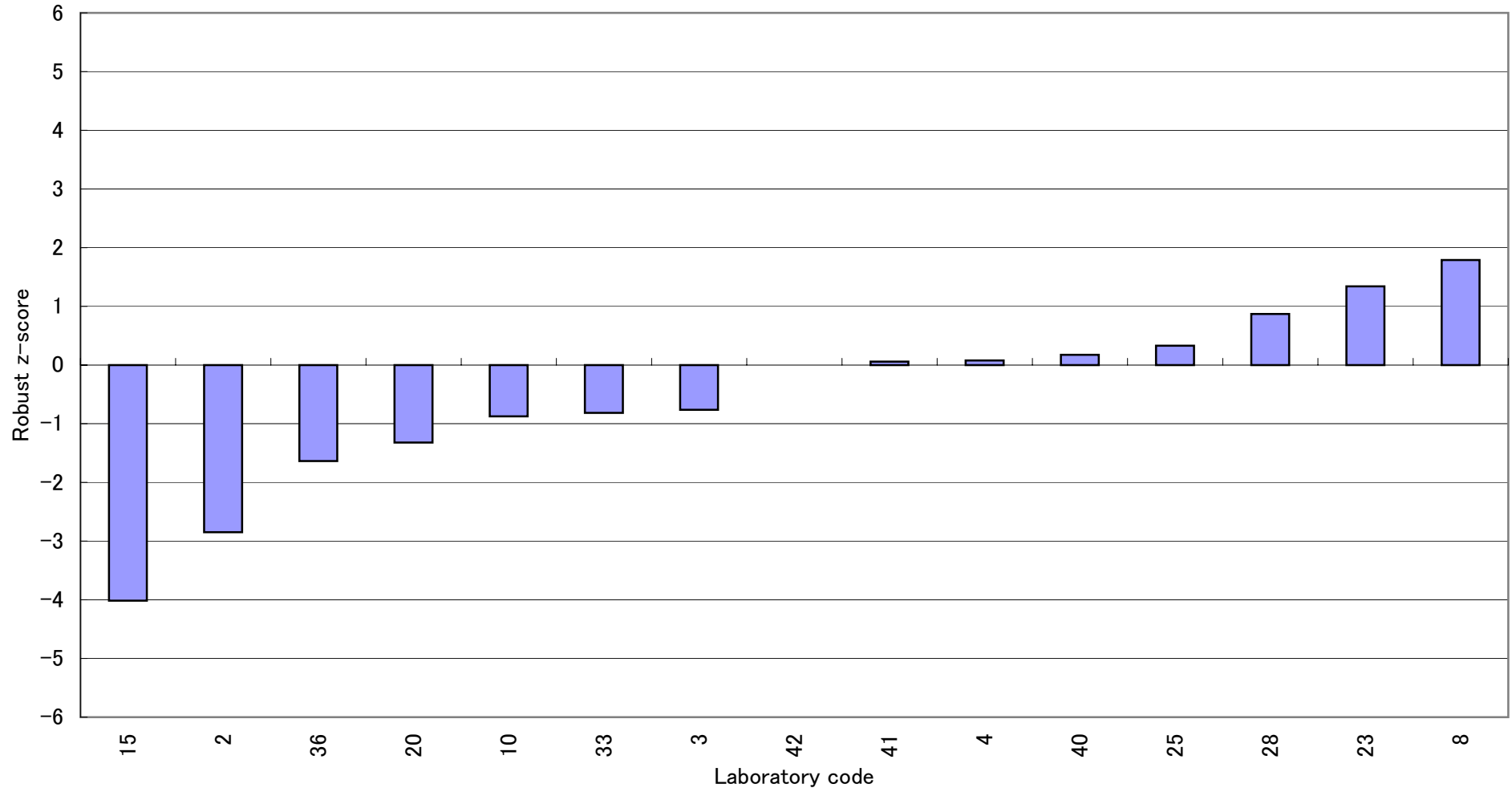


図-1-4 Robust z-score bar chart

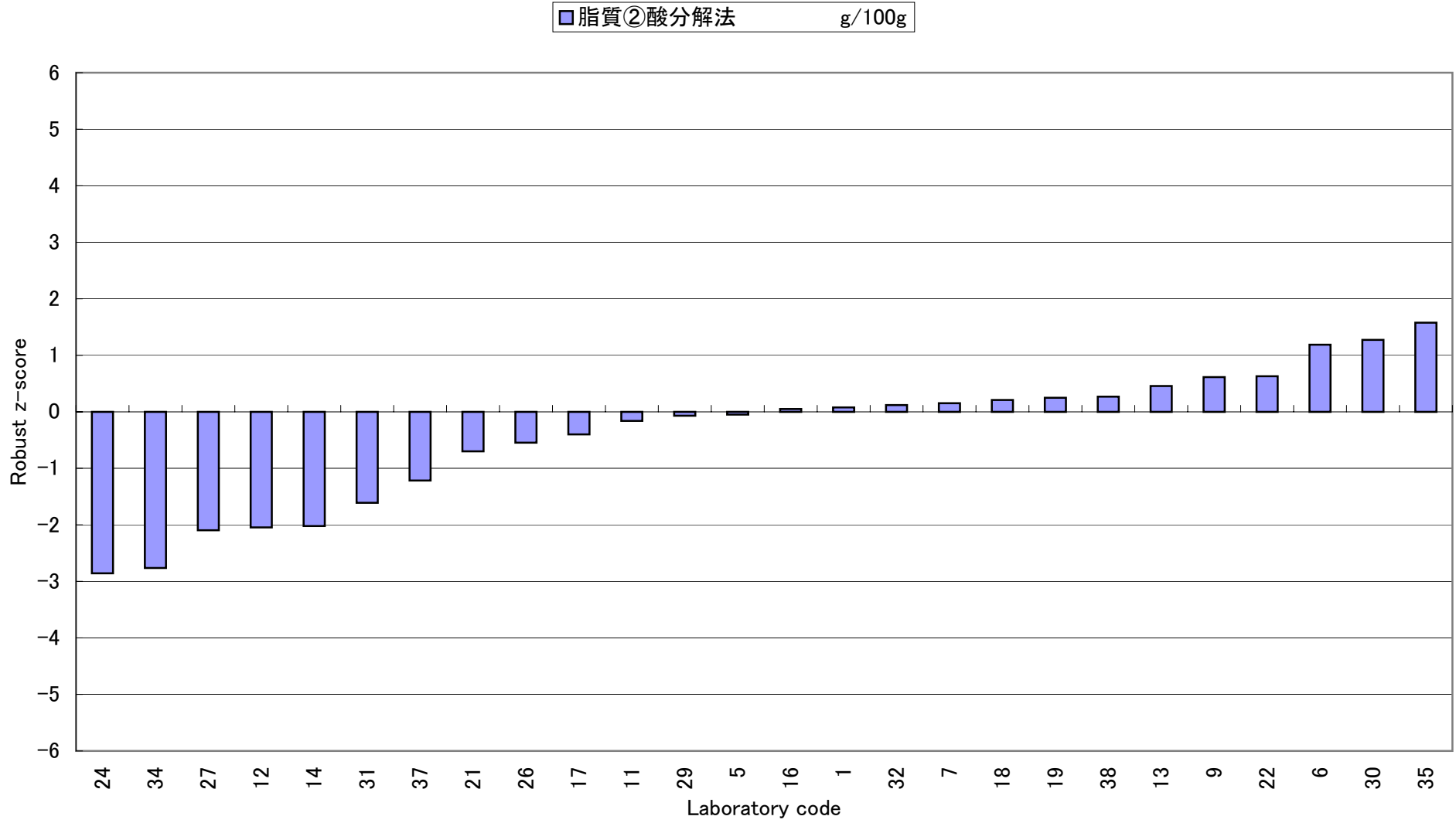


图-1-5 Robust z-score bar chart

■ 灰分 550°C g/100g

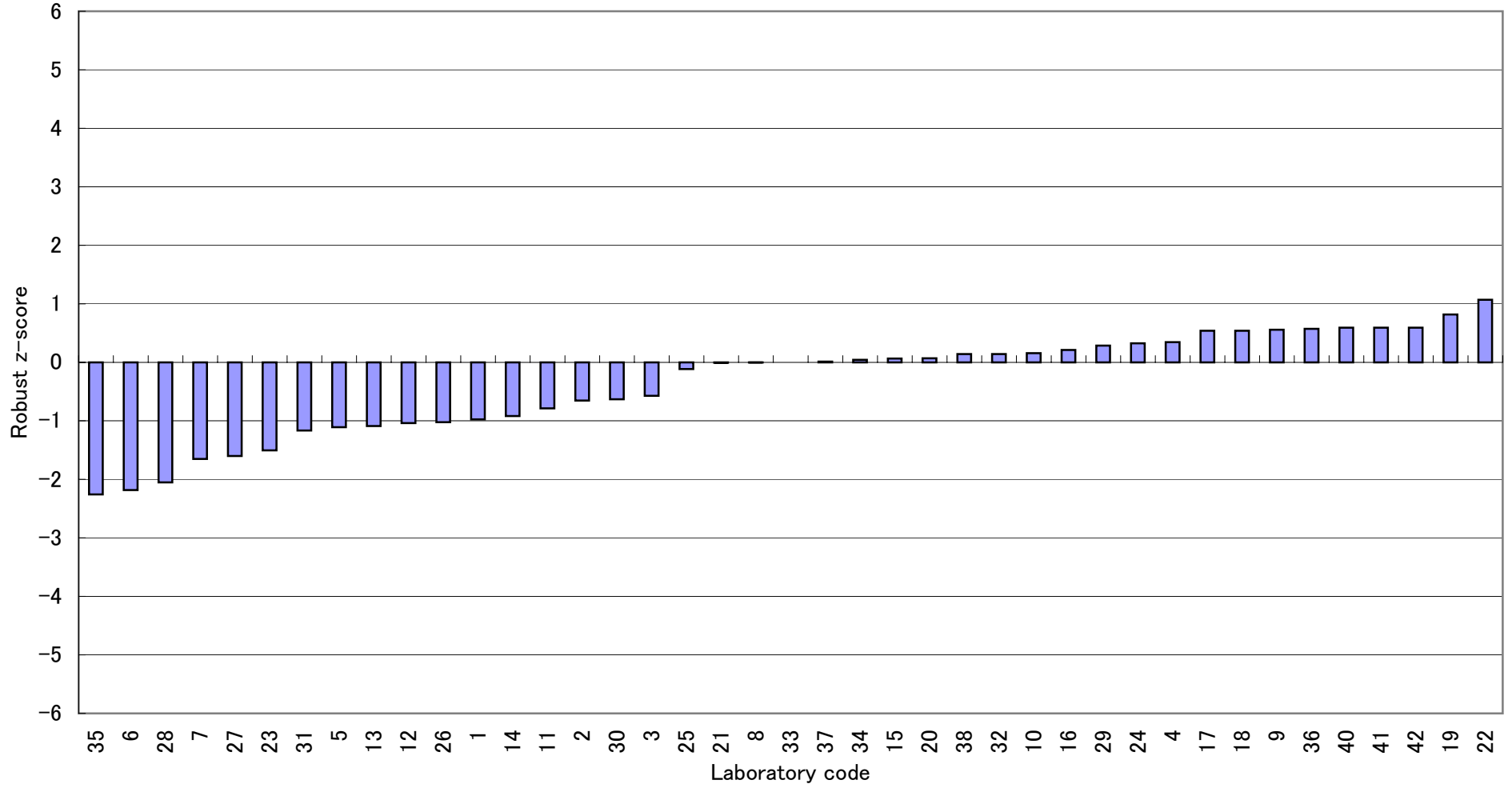


図-1-6 Robust z-score bar chart

■水分 ①105°C、5時間 g/100g

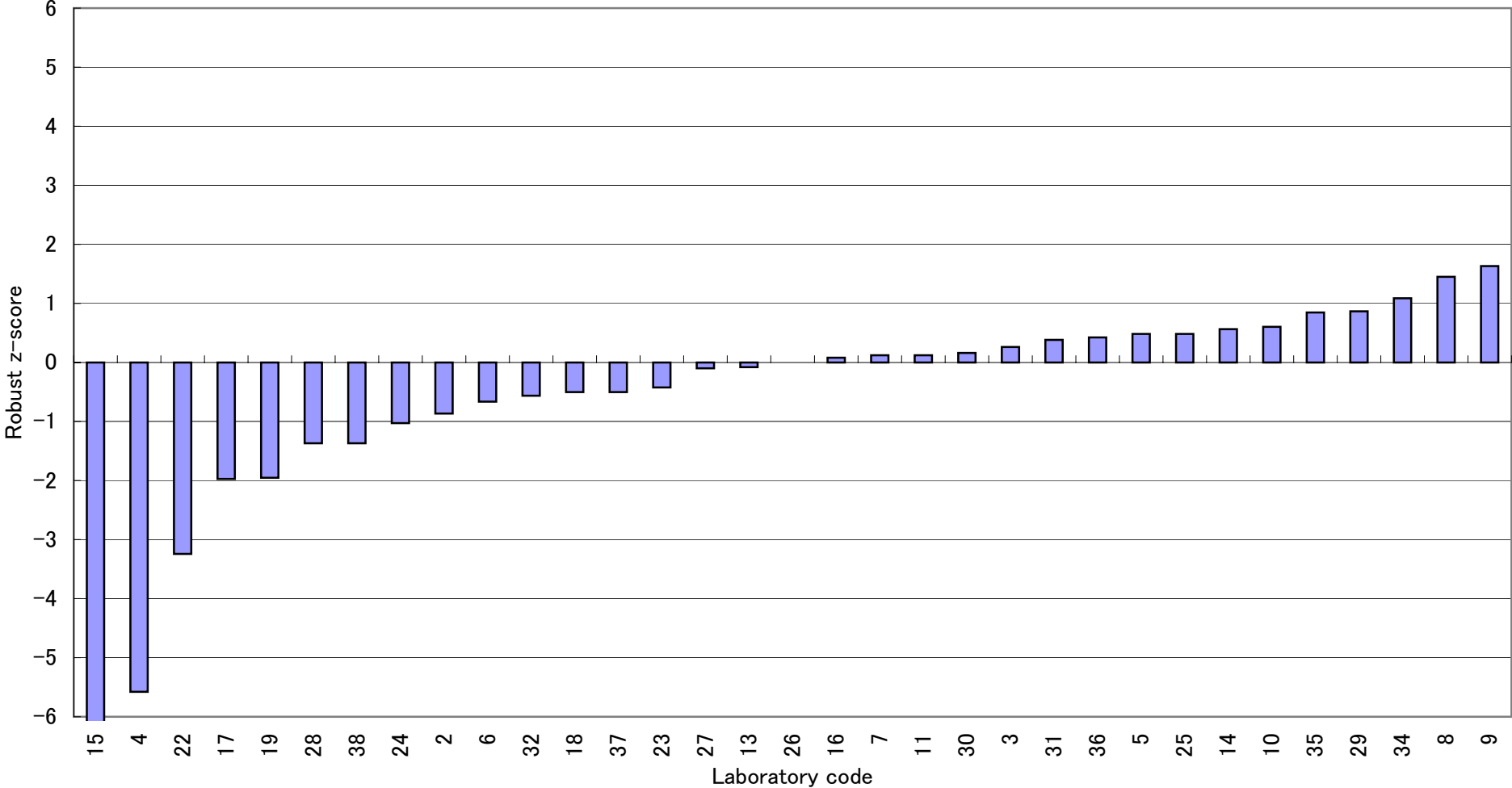


図-1-7 Robust z-score bar chart

■水分 ②135°C、2時間 g/100g

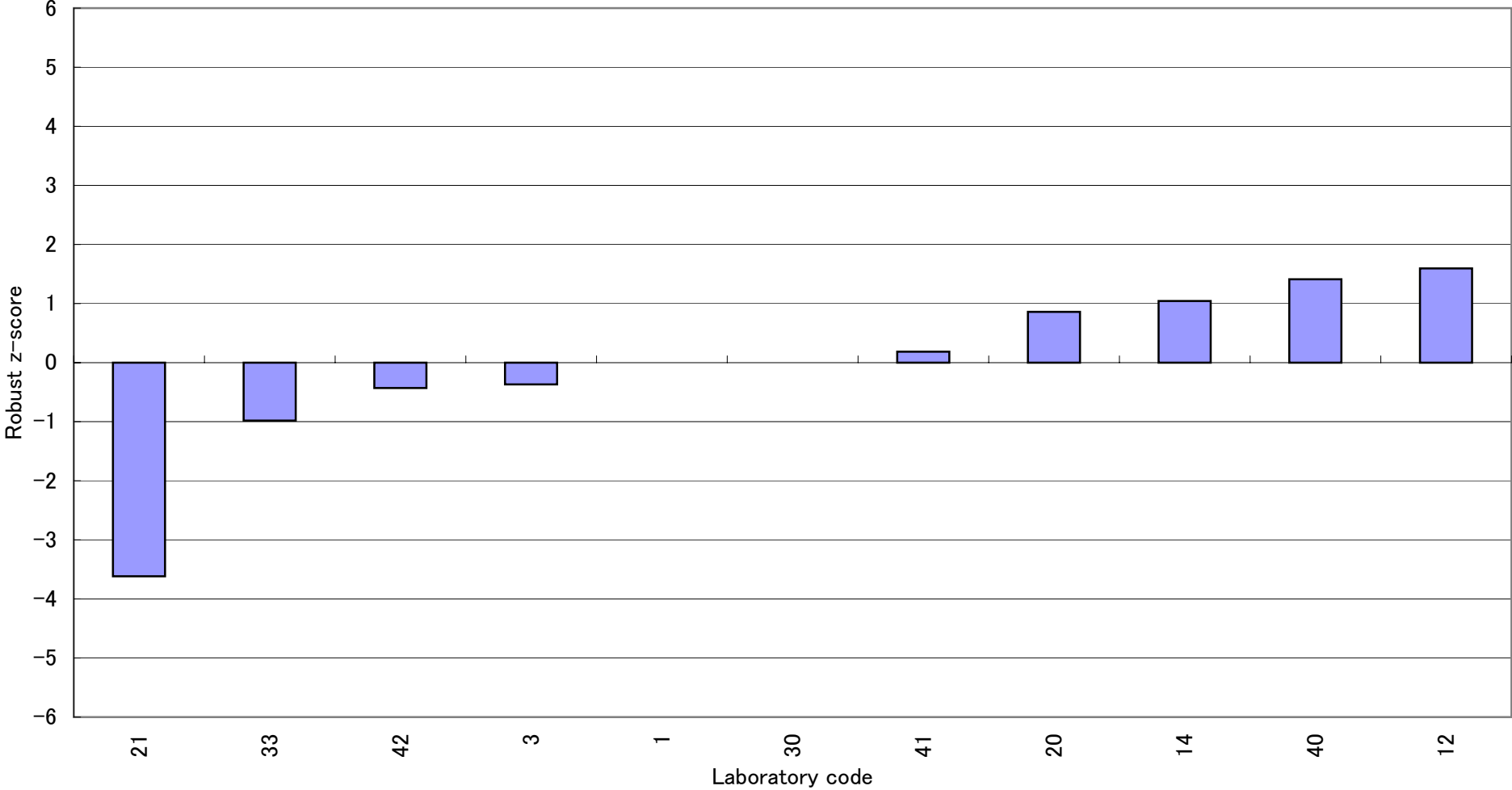


図-1-8 Robust z-score bar chart

■カルシウム mg/100g

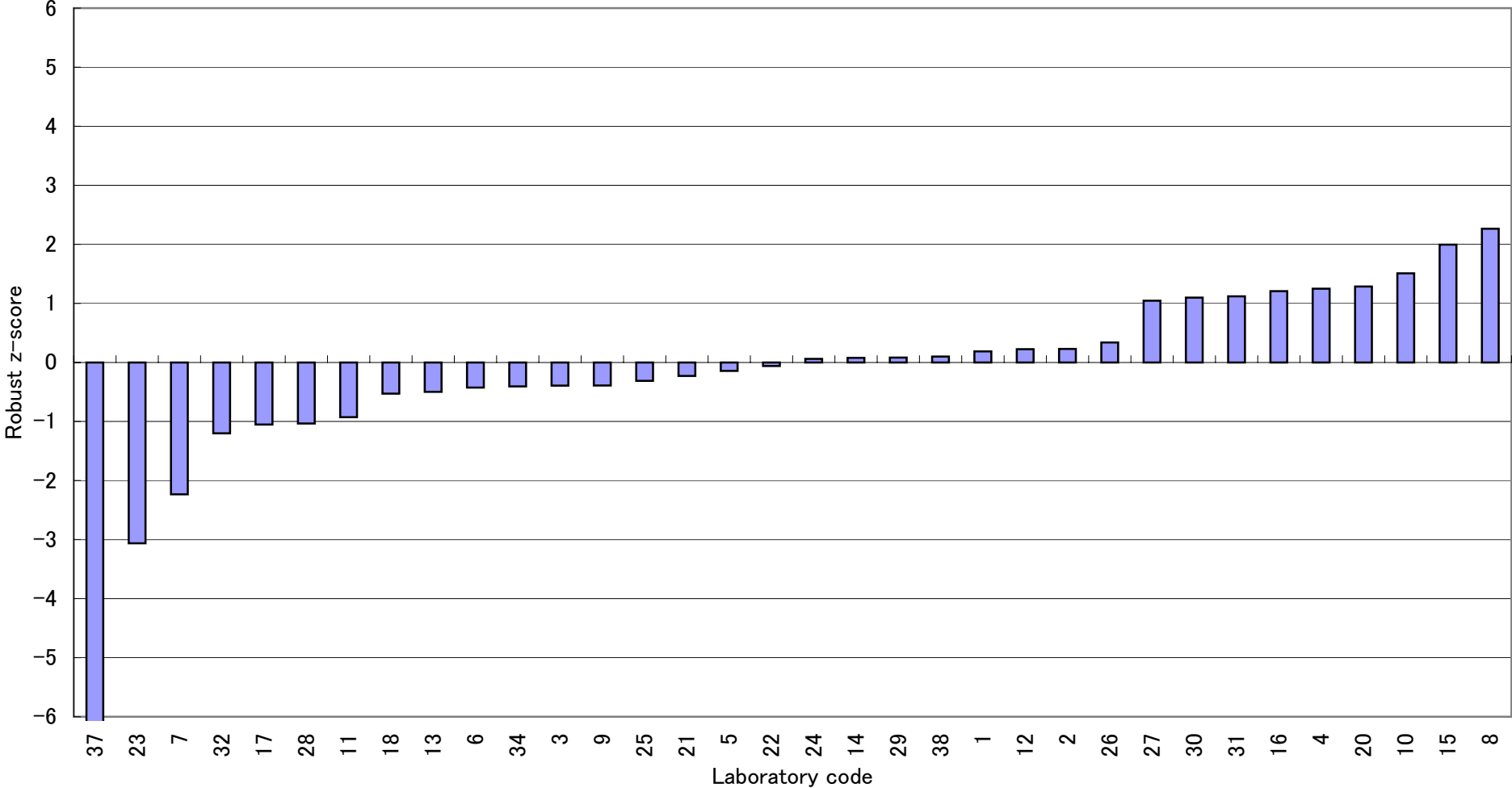
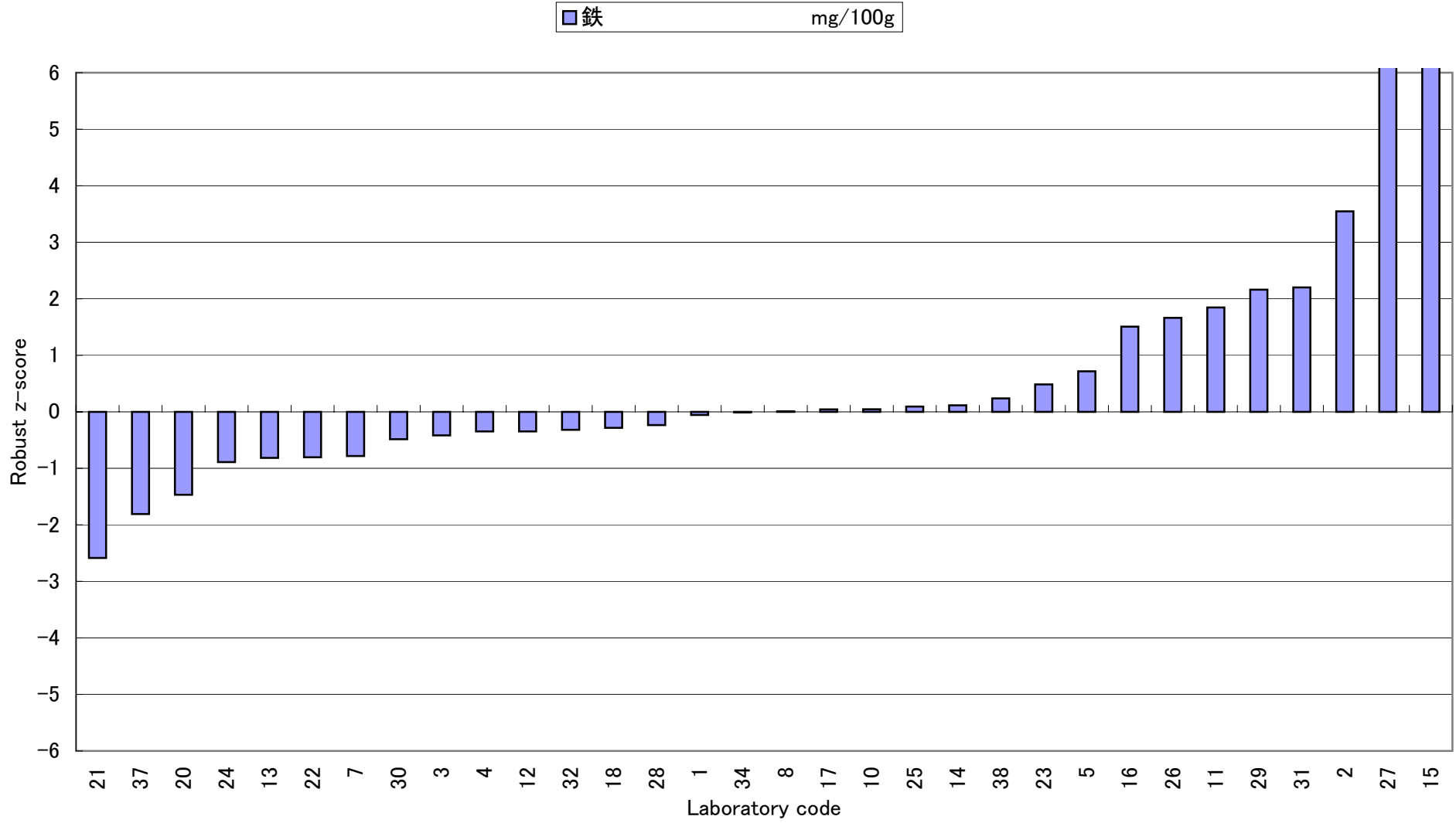
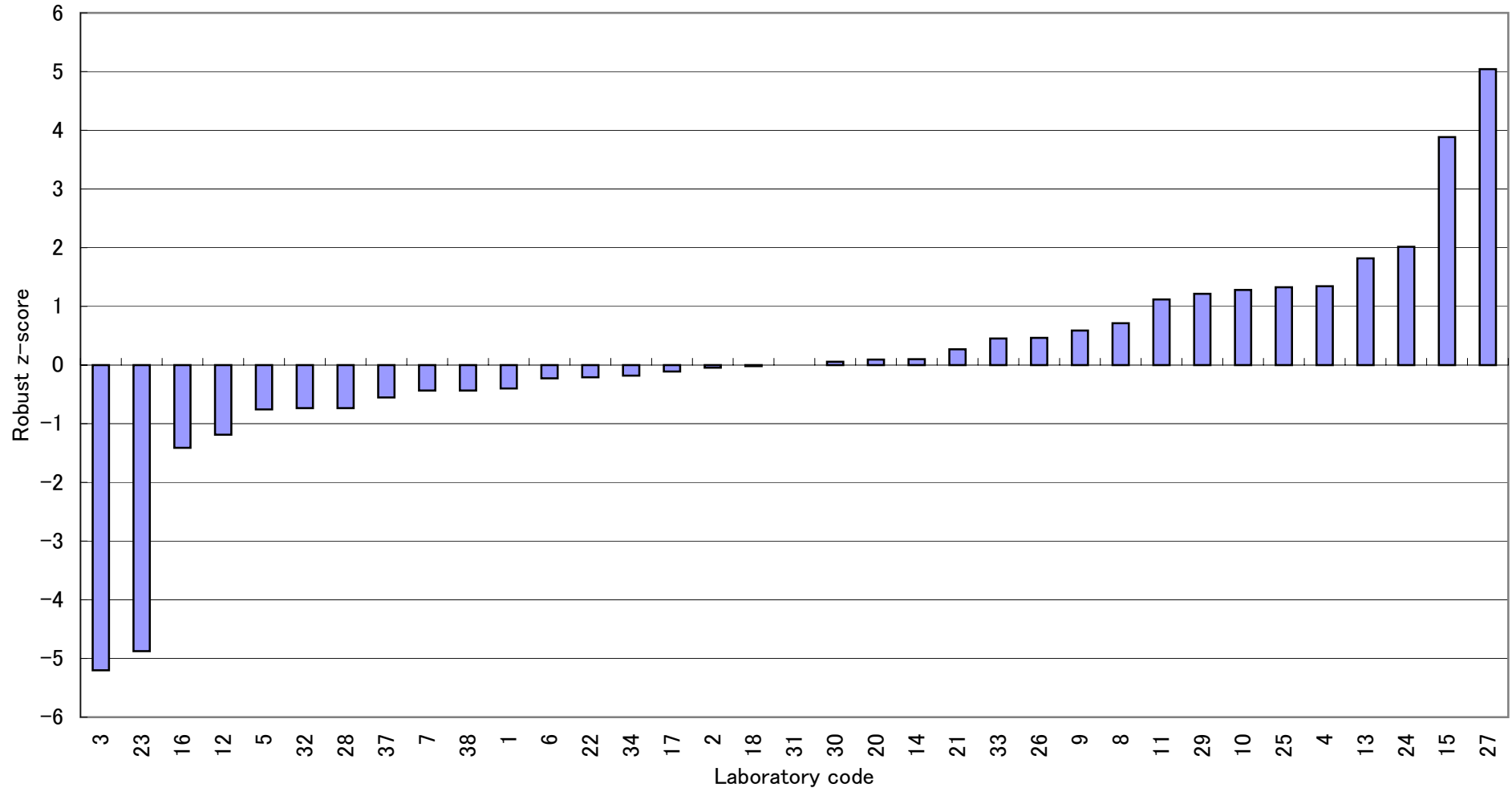


図-1-9 Robust z-score bar chart



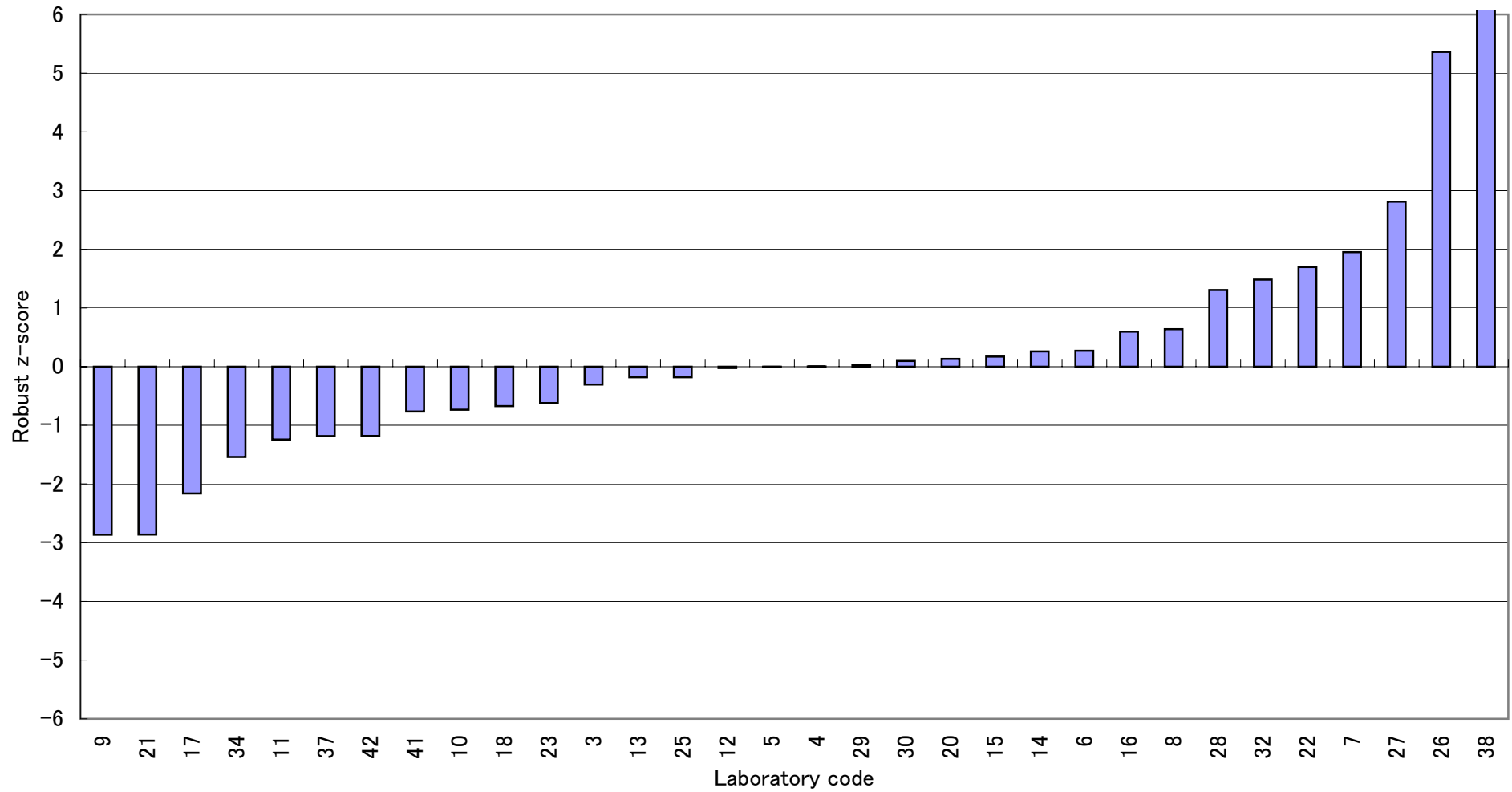
☒-1-10 Robust z-score bar chart

■ ナトリウム mg/100g



☒-1-11 Robust z-score bar chart

■リン mg/100g



5. 2 zスコアの分布

表-3 に各項目の z スコアの分布を示した。

表-3 分析項目ごとの z スコア別試験所の数

	参加試験所数	$ z \leq 2$		$2 < z < 3$		$ z \geq 3$	
		数	割合	数	割合	数	割合
たんぱく質①ケルダール法 g/100g	38	35	92%	2	5%	1	3%
たんぱく質②燃焼法 g/100g	6	6	100%	0	0%	0	0%
脂質①エーテル抽出法 g/100g	15	13	87%	1	7%	1	7%
脂質②酸分解法 g/100g	26	21	81%	5	19%	0	0%
灰分 550°C g/100g	41	38	93%	3	7%	0	0%
水分 ①105°C、5時間 g/100g	33	30	91%	0	0%	3	9%
水分 ②135°C、2時間 g/100g	11	10	91%	0	0%	1	9%
カルシウム mg/100g	34	30	88%	2	6%	2	6%
鉄 mg/100g	32	26	81%	3	9%	3	9%
ナトリウム mg/100g	35	30	86%	1	3%	4	11%
リン mg/100g	32	26	81%	4	13%	2	6%

6. 考 察

6. 1 たんぱく質

表-2 に示すようにケルダール法の報告値であるたんぱく質①では、通常の前平均値 (*average*) とロバストな前平均値 (*robust average*) とがよく一致した。通常の前標準偏差 (*SD*) とロバストな前標準偏差 (*robust SD*) も大きな差はない。Horwitz 式から推定される前標準偏差との比は 0.53 で、全体として良好な室間精度の範囲にあると考えられる。

燃焼法による結果 (たんぱく質②) を報告した試験所は 6 か所で、数が少ないため統計量の前信頼性は低い前、その前平均値、前標準偏差はケルダール法のロバストな前平均値と前標準偏差よりもやや大きくなった。第 6 回技能試験 (粉乳) 依頼、この傾向は同じである。

6. 2 脂質

41 試験所のうち、15 試験所がエーテル抽出法、26 試験所が酸分解法を採用した。エーテル抽出法が酸分解法より小さい値を示し、また、前標準偏差や *NIQR* は酸分解法の方が小さく、ばらつきが小さい結果となっている。この傾向は、第 8 回技能試験 (魚肉ソーセージ) での傾向と同じである。

試験所 2 (エーテル抽出法) からは、「計算ミスがあった」との理由で修正値が報告された。

6. 3 灰分

灰化温度を一定にして技能試験を行ったためもあり、ばらつきも小さくよい結果であった。同じ灰化温度 550 °C でもバイアスのある分析値を示した試験所からは、昇温速度や燃焼時間についての質問があった。今後はそのような分析条件を報告していただき、影響を調べていく必要がある。

6. 4 水分

①105°C、5 時間と②135°C、2 時間の条件で技能試験を実施した。41 試験所のうち、3 試験所が両方の条件で分析を行ったため、①が 33 試験所、②が 11 試験所からの結果が得られた。2 者間で前平均値やメディアンの前有意差は見られなかった。

6. 5 カルシウム

ロバスト前標準偏差 (*NIQR*) と Horwitz 式から推定される前標準偏差の前比率は従来なみの 1.1 であった。試験所 37 の *z* スコアの前絶対値は 3 を大きく上回ったが、再測定の結果「満足」な結果を得た。「分析機器での測定時の解析が間違っていた」との報告がなされた。

6. 6 鉄

図-1-9 のバーチャートに示すように、従来の技能試験の結果と同じく、*z* スコアの高い側に偏った傾向がみられる。鉄は技能試験項目の中で最も低濃度であり、機器分析の定量限界に近いことから、低濃度側への変動は必然的に小さくなるため、このような分布になるものと考えられる。ロバスト前標準偏差 (*NIQR*) と Horwitz 式から推定される前標準偏差との比率は 0.84 と 1 より小さく、従来よりばらつきは小さくなっており、技術の向上がみられる。

6. 7 ナトリウム

図-1-10 のバーチャートはほぼ左右対称になっている。ロバスト前標準偏差は Horwitz 式から推定される前標準偏差とほぼ同じで、参加試験所の大部分は妥当なばらつきの範囲にあ

ると考えられる。

6. 8 リン

Horwitz 式から推定される標準偏差との比は 0.38 で、全体として良好な室間精度の範囲にあると考えられる。

7. 技能試験委員会

(公社)日本分析化学会では、技能試験の実施にあたり ISO/IEC 17043 (JIS Q 17043)に従って、専門家及び試験の参加者等が委員として参加する技能試験全般についての諮問グループ(技能試験委員会)を設置し、技術上、統計手法等に関する意見を頂いている(委員名簿参照)。

参考：ISO/IEC 17043 (JIS Q 17043) 抜粋

“4.4.1.4 技能試験提供者は、関連する試験、校正、サンプリング又は検査、及び統計の分野に関して、必要な技術的専門知識及び経験を利用できなければならない。これは、必要ならば、諮問グループ（適切な名称のもの）を結成して達成してもよい。”

技能試験委員会 (順不同)

2015-04-01

	氏名	所属
委員長	松本 保輔	標準物質協議会
委員	加納 健司	京都大学大学院
	鹿籠 康行	アジレント・テクノロジー(株)
	笹尾 照夫	(一社)日本環境測定分析協会
	浅田 正三	(独)製品評価技術基盤機構
	津越 敬寿	(独)産業技術総合研究所
	山田 明子	(一財)日本食品分析センター
	須藤 和冬	(株)三井化学分析センター
	国村 伸裕	東京理科大学
オブザーバー	保坂 守男	(公財)日本適合性認定協会
	山村 英夫	(独)製品評価技術基盤機構
	山澤 賢	(一財)化学物質評価研究機構
事務局	小熊 幸一	(公社)日本分析化学会
	小島 勇夫	(公社)日本分析化学会
	柿田 和俊	(公社)日本分析化学会

参考資料 A 試料の調達と均質性試験

A.1 均質性試験の手順

均質性試験については、ISO 13528:2005 に準拠し、(公社)日本分析化学会 技能試験品質マニュアルの「均質性試験実施手順書」(QPC-301)に従った。

試料は、同じ混合容器の原料から短時間・同時期に製作されたもので、75 g/本の魚肉ソーセージが4本1束、480本が日本水産(株)より、環境テクノス(株)宛9月25日に送付された。ソーセージの袋に印字されたLOT子番号(製造順)に並べる。ほぼ等間隔に、計10束を採取し、番号を付して均質試験用試料とした。

8項目の分析成分について均質性試験のための分析を行った。1束の試料のうち必要量を十分混合した後二つに分割して20個の試料として分析した。20個の試料の分析順序については乱数表を使ってランダムとした。

A.2 分析方法

- たんぱく質：窒素定量換算法 (係数 6.25)
- 脂肪：酸分解法
- 灰分：直接灰化法 (550℃)
- 水分：加熱乾燥助剤法 (105℃, 5時間)
- カルシウム、リン：ICP 発光分析法
- 鉄、ナトリウム：原子吸光光度法

A.3 均質性試験における統計計算手順

併行標準偏差 s_r は下記の式の s_r^2 から求めた。

$$s_r^2 = \frac{1}{2 \times 10} \sum_1^{10} (x_{i1} - x_{i2})^2 \quad (\text{A1})$$

ここで、 x_{i1} と x_{i2} はそれぞれ同一瓶内の試料を併行条件で求めた二つの値である。10本の瓶で試験を行った。

瓶間標準偏差 (併行標準偏差を含む) s_{b+r} は下記の式の s_{b+r}^2 から求めた。

$$s_{b+r}^2 = \frac{1}{(10-1)} \sum_1^{10} \left(\bar{x}_i - \bar{x} \right)^2 + \frac{s_r^2}{2} \quad (\text{A2})$$

$$\begin{aligned} \text{ここで } \bar{x}_i &= \frac{(x_{i1} + x_{i2})}{2} \\ &= \frac{\sum_1^{10} x_i}{10} \\ \bar{x} &= \frac{1}{10} \end{aligned}$$

瓶間標準偏差 (併行標準偏差を含まない実の瓶間標準偏差) s_b は下記の式の s_b^2 から求めた。

$$s_b^2 = s_{b+r}^2 - s_r^2 \quad (\text{A3})$$

データ数が少ない(N=10)場合は、(A1)式から求められる併行標準偏差 s_r と(A2)式から求められる s_{b+r} に含まれる併行標準偏差分は等しいとは限らない。従って実の瓶間標準偏差が小さいと s_b^2 がマイナスになる時がある。その時はその絶対値の平方根に負号をつけて s_b とした。

A.4 均質性試験結果

均質性試験の結果を表-A1 及び図-A1 に示す。

瓶間標準偏差 s_b は、なかには負の値を示すものもあり、分析のばらつきの範囲で均質といえる。表-A1 には技能試験の室間（所間）標準偏差 NIQR との比較を示す。たんぱく質のように NIQR が瓶間標準偏差 s_b と比較してあまり大きくない場合は、 s_b /NIQR の値が大きくなる。

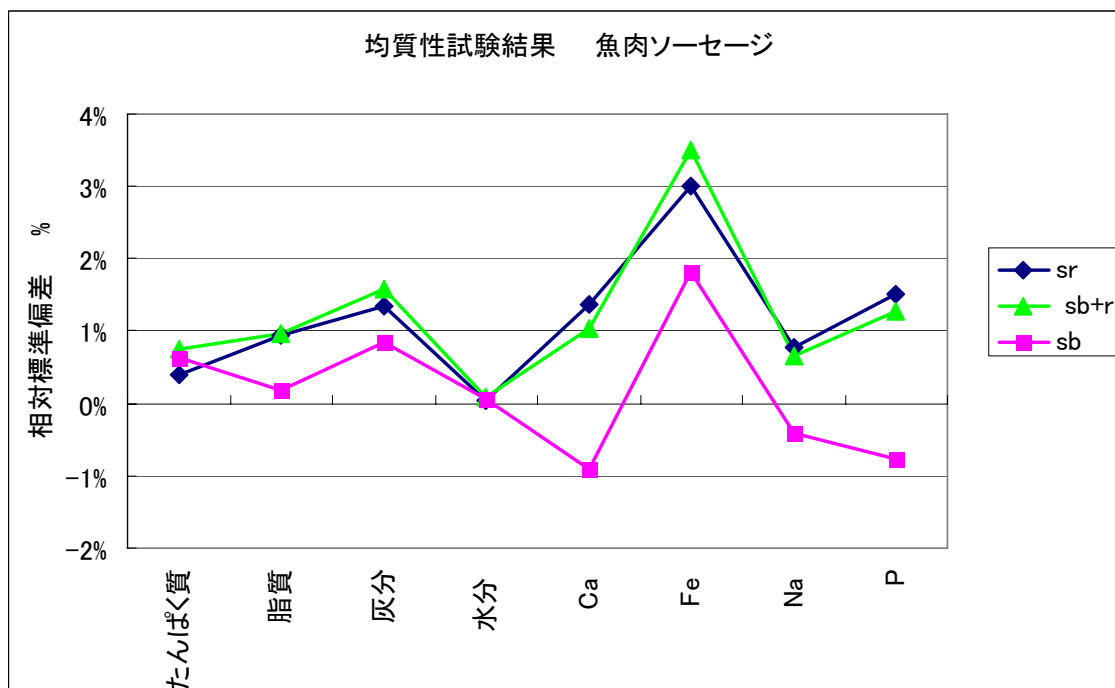


図-A1 均質性試験結果

表-A1 均質性試験結果

測定年月日: 自2014年10月22日 至2014年10月24日

	たんぱく質 g/100g		脂質 g/100g		灰分 g/100g		水分 g/100g		Ca mg/100g		Fe mg/100g		Na mg/100g		P mg/100g	
分析方法→	ケルダール法		酸分解法		直接灰化法(550°C)		常圧加熱乾燥法(105°C/5h)		ICP発光分析法		原子吸光光度法		原子吸光光度法		ICP発光分析法	
試料番号↓	測定1	測定2	測定1	測定2	測定1	測定2	測定1	測定2	測定1	測定2	測定1	測定2	測定1	測定2	測定1	測定2
6	8.690	8.727	8.466	8.481	3.108	3.015	65.571	65.586	482.500	500.000	0.534	0.518	691.500	690.000	79.070	81.240
18	8.887	8.905	8.404	8.537	3.018	3.038	65.574	65.582	495.100	487.900	0.500	0.507	695.300	688.500	80.450	78.070
30	8.865	8.875	8.575	8.382	3.088	3.137	65.537	65.468	486.800	485.600	0.486	0.499	691.300	695.300	79.230	78.730
42	8.710	8.755	8.568	8.451	3.058	3.125	65.527	65.555	481.200	500.000	0.505	0.466	686.200	699.600	78.750	80.720
54	8.786	8.743	8.415	8.467	3.104	3.041	65.460	65.471	487.400	487.900	0.504	0.469	686.800	694.100	78.770	79.800
66	8.730	8.835	8.386	8.366	3.081	3.165	65.587	65.544	488.500	492.300	0.500	0.479	695.300	688.200	78.400	80.260
78	8.826	8.796	8.231	8.393	3.145	3.068	65.521	65.575	486.800	496.000	0.496	0.488	691.300	695.000	78.950	80.780
90	8.746	8.733	8.422	8.447	3.098	3.128	65.580	65.619	488.300	489.600	0.500	0.483	699.300	689.300	81.540	80.240
102	8.758	8.753	8.380	8.532	3.145	3.121	65.445	65.520	488.800	488.300	0.483	0.464	686.900	688.100	78.920	79.380
114	8.772	8.847	8.448	8.512	3.168	3.164	65.559	65.608	484.300	493.700	0.487	0.492	691.600	702.500	78.760	80.810
<i>Average</i>	8.787		8.443		3.101		65.544		489.6		0.49		692.3		79.6	
	<i>s</i>	<i>RSD(CV)</i>	<i>s</i>	<i>RSD(CV)</i>	<i>s</i>	<i>RSD(CV)</i>	<i>s</i>	<i>RSD(CV)</i>	<i>s</i>	<i>RSD(CV)</i>	<i>s</i>	<i>RSD(CV)</i>	<i>s</i>	<i>RSD(CV)</i>	<i>s</i>	<i>RSD(CV)</i>
<i>s_r</i>	0.034	0.39%	0.079	0.94%	0.041	1.34%	0.032	0.05%	6.7	1.37%	0.01	3.01%	5.4	0.78%	1.2	1.50%
<i>s_{btr}</i>	0.065	0.74%	0.081	0.96%	0.049	1.58%	0.051	0.08%	5.1	1.04%	0.02	3.51%	4.6	0.66%	1.0	1.28%
<i>s_b</i>	0.055	0.63%	0.016	0.19%	0.026	0.84%	0.040	0.06%	-4.4	-0.90%	0.01	1.81%	-2.8	-0.41%	-0.6	-0.78%
<i>NIQR</i>	0.135		0.334		0.131		0.248		24.194		0.065		30.804		1.800	
<i>s_b/NIQR</i>	0.410		0.048		0.199		0.162		-0.182		0.138		-0.092		-0.344	

参考資料 B 実施要領

2015年1月16日

第10回 食品成分の分析 技能試験実施要領

(公社)日本分析化学会
技能試験委員会

1. 配付試料

魚肉ソーセージ 75g 樹脂フィルム密封 2本

2. 分析対象成分

たんぱく質, 脂質, 灰分, 水分, カルシウム, 鉄, ナトリウム, リン
原則として上記8項目とするが、事情により分析対象成分を選択してもよい。

3. 前処理・分析方法

前処理

- (1) 樹脂フィルム開封後はなるべく短期間に全ての分析を行なう。
- (2) 端の部分の約10mmは切り捨てて使用しない。配付された2本を混合均質化して分析試料2点を採取する。

分析方法

たんぱく質(燃焼法)を除いて、「栄養表示基準における栄養成分等の分析方法等について」平成11年4月26日 衛新第13号 各都道府県・各政令市・各特別区衛生主管部(局)長宛厚生省生活衛生局食品保健課新開発食品保健対策室長通知に示された方法による。

報告用紙の記入欄には、下記のいずれか又は複数の方法を選択して分析する。これら以外の方法によった場合は、必ず「その他」と記し、分析方法名を修正して記入する。必要な場合は、方法の概要や採用の理由を別紙で報告する。分析成分によって複数の記入欄を設けていますが、必ずしも二つの方法で分析する必要はありません。試料量や時間などを勘案してご判断ください。

たんぱく質

窒素定量換算法

- 1) ケルダール法
- 2) 燃焼法 (ハム類の日本農林規格(制定:昭和56年8月21日農林水産省告示第1260号、最終改正:平成21年7月13日農林水産省告示第926号)による)

脂質

- 1) エーテル抽出法
- 2) 酸分解法

灰分

- 1) 直接灰化法 但し 550℃、恒量

水分

- 1) 常圧加熱乾燥法 但し 105℃、5時間 及び又は 135℃、2時間

カルシウム

- 1) 過マンガン酸カリウム容量法、
- 2) 原子吸光光度法、
- 3) 誘導結合プラズマ発光分析法

鉄

- 1) オルトフェナントロリン吸光光度法、
- 2) 原子吸光光度法、
- 3) 誘導結合プラズマ発光分析法

ナトリウム

- 1) 原子吸光光度法 (灰化法)、2) 原子吸光光度法 (塩酸抽出法)、
- 3) 誘導結合プラズマ発光分析法

リン

- 1) バナドモリブデン酸吸光光度法、2) モリブデンブルー吸光光度法、
- 3) 誘導結合プラズマ発光分析法

4. 分析回数と報告

- (1) 配付試料から分析試料2点を採取し、併行条件(試料を同時に採取し、一連の分析作業を併行して実施する)で分析を行う。
- (2) 報告シート(1)に分析結果を記入する。分析結果の桁数は4桁とする。
- (3) 分析条件などの調査事項を報告シート(2)に記入する。
- (4) 報告シートのダウンロードとアップロードの仕方(1月下旬以降掲載されます)
日本分析化学会ホームページ (<http://www.jsac.jp>→Menu (左カラム) →技能試験 →「2-2 食品成分の分析」→「第10回食品分析技能試験」の結果報告シートExcel ファイルをダウンロードし、結果と分析条件など必要事項をご記入のうえ、同じ結果報告シート欄の「ここを」をクリックし記載された手順でアップロードしてください。

5. 技能試験結果の評価

- (1) 報告された2個の分析値の平均値を事務局で計算して評価の対象とする。
- (2) ISO/IEC 17043に従いzスコアを計算して報告書に掲載する。

6. 報告期限

2015年3月20日(金)

7. 今後のスケジュール

中間報告書の発行送付：2015年4月24日 (インプット数字と統計処理方法など
についての試験所サイドでの確認をしていただきます。
最終報告書の発行送付：2015年5月22日

問合せ先

〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2 五反田サンハイツ 305号
(公社)日本分析化学会 技能試験事務局

E-mail : crmpt@ml.jsac.or.jp TEL : 03-3490-3351 FAX : 03-3490-3572

参考資料 C 参加試験所の分析条件

参加試験所が採用した分析方法と主な分析条件

分析方法の番号は参考資料 B 「3. 分析方法」の番号（報告シートの注*に同じ）を参照。

表C-1 参加試験所の分析条件

成分	項目↓試験所番号→	1	2	3	4	5	6	7
たんぱく質①ケルダール法	試料量 g	1	0.5238g 0.5834g	0.5		0.5	1.0648, 1.0377	0.5
	換算係数	6.25	6.25	6.25		6.25	6.25	6.25
	分解促進剤	硫酸カリウム: 硫酸銅(9:1)	ケルダブ(分解 促進剤) Cu/4.5	4.5gk2SO4+0. 5gCuSO4· 5H2O		ケルタブC	1000 Kjeltabs Cu/4.5(FOSS)	硫酸カリウム· 硫酸銅
	②燃焼法以外のその他の 方法の場合は記入			1				-
たんぱく質②燃 焼法	試料量 g				0.3			-
	換算係数				6.25			-
	燃焼温度 °C				870			-
	検量線作成用標準品名				アスパラギン 酸			-
脂質①エーテル 抽出法	分析方法(注*の番号を 記入)		1	1	1)			-
	試料量 g		5.1413g 5.3749g	3	2.5			-
脂質②酸分解法	分析方法(注*の番号を 記入)	2				2)	2	2
	試料量 g	3				3	3.0047, 3.0042	3
灰分	分析方法(注*の番号を 記入)	1	1	1	1)	1)	1	1
	試料量 g	5	5.2174g 5.0360g	3	2	1	1.0420, 1.0726	3
	灰化温度 °C	550		550	550	550	550	550

成 分	項目↓試験所番号→	1	2	3	4	5	6	7
水分①105℃、5時間	分析方法(注*の番号を記入)		1	1	1)	1)	1	1
	試料量 g		5.1220g 5.0706g	3	2	5	3.613, 3.563	3
	乾燥温度 °C		105℃	105	105	105	105	105
	乾燥時間 時間		5時間	5	5	5	4	5
	乾燥助剤の名称		海砂、425～850μm	なし	使用せず	セライト	無し	セライト
水分②135℃、2時間	分析方法(注*の番号を記入)	1		1				-
	試料量 g	3		3				-
	乾燥温度 °C	135		135				-
	乾燥時間 時間	2		2				-
	乾燥助剤の名称	海砂		なし				-
カルシウム	分析方法(注*の番号を記入)	2	2	3	2)	2)	4 キレート発色法 (オルトクレゾール フタレインコンプレ キシソ<OCPC> 法)	3
	試料量 g	5	0.5395g 1.0661g	3	2	3及び5	3.702, 3.702	2
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	2	1	1	(1)	(1)	1	2
鉄	分析方法(注*の番号を記入)	2	2	3	2)	1)	2	2
	試料量 g	5	2.7236g 2.5563g	3	2	3及び5		5
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	2	1	1	(1)	(1)		2

成 分	項目↓試験所番号→	1	2	3	4	5	6	7
ナトリウム	分析方法(注*の番号を記入)	2	2	3	1)	2)	2	2
	試料量 g	3	1.0378g 1.0065g	3	2	1	5.0060,5.0190	0.5
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	1	1	2	(2)	(1)	1	1
リン	分析方法(注*の番号を記入)			3	1)	1)	2	1
	試料量 g			3	2	3及び5	5.001, 5.001	5
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)			1		(1)	1	2

成分	項目↓試験所番号→	8	9	10	11	12	13	14
たんぱく質①ケルダール法	試料量 g	1.6	0.5	1	1	1	1	0.5
	換算係数	6.25	6.25	6.25	6.25	6.25	6.25	6.25
	分解促進剤	硫酸カリウム： 硫酸銅 9:1	ケルタブ [*] (4.5gK ₂ SO ₄ ・0.5g CuSO ₄ ・5H ₂ O)	ケルタブ	ケルタブ	ケルタブ	ケルタブ	ケルタブ
	②燃焼法以外のその他の方法の場合は記入							
たんぱく質②燃焼法	試料量 g				0.5			
	換算係数				6.25			
	燃焼温度 °C				870			
	検量線作成用標準品名				アスパラギン酸			
脂質①エーテル抽出法	分析方法(注*の番号を記入)	1		1				
	試料量 g	2.1		3				
脂質②酸分解法	分析方法(注*の番号を記入)		2)		2	2)	2	2)
	試料量 g		1.5		1	2	2	4.5
灰分	分析方法(注*の番号を記入)	1	1)	1	1	1)	1	1)
	試料量 g	2.3	1.5	4	3	3	2	2
	灰化温度 °C	550	550	550	550	550	550	550

成 分	項目↓試験所番号→	8	9	10	11	12	13	14
水分①105℃、5時間	分析方法(注*の番号を記入)	1	1)	1	1		1	1)
	試料量 g	2.9	1.5	5	2		2	5
	乾燥温度 °C	105	105	105	105		105	105
	乾燥時間 時間	5	5	5	5		5	5
	乾燥助剤の名称	セライト545	無	ケイ砂	ケイ砂		なし	なし
水分②135℃、2時間	分析方法(注*の番号を記入)					1)		1)
	試料量 g					5		5
	乾燥温度 °C					135		135
	乾燥時間 時間					2		2
	乾燥助剤の名称							なし
カルシウム	分析方法(注*の番号を記入)	2	2)	1	2	2)	3	2)
	試料量 g	5.2	3	2	5	5	1	5
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	1	(2)		1	(1)	1	(1)
鉄	分析方法(注*の番号を記入)	4		2	2	2)	3	2)
	試料量 g	1		5	5	5	1	5
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	3		1	1	(1)	1	(1)

成 分	項目↓試験所番号→	8	9	10	11	12	13	14
ナトリウム	分析方法(注*の番号を記入)	1	2)	1	1	2)	1	1)
	試料量 g	5.3	0.5	2	1.5	1	1	5
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	2	(1)		2	(1)	2	(2)
リン	分析方法(注*の番号を記入)	1	1)	2	2	1)	3	1)
	試料量 g	5.3	3	5	2	5	1	5
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	1	(2)	2	2	(1)	1	(1)

成分	項目↓試験所番号→	15	16	17	18	19	20	21
たんぱく質①ケルダール法	試料量 g	1.0047 0.8956	1.2511	1	1	2	0.4032/0.3868	0.5
	換算係数	6.25	6.25	6.25	6.25	6.25	6.25	6.25
	分解促進剤	ケルタブ	硫酸銅5水和物	ケルタブ	ケルタブ	硫酸カリウム4.5gと硫酸銅(Ⅱ)5水和物0.5g	硫酸銅五水和物	硫酸カリウム・硫酸銅
	②燃焼法以外のその他の方法の場合は記入	自動化装置(ケルテック)		自動化装置(ケルテック)			-	
たんぱく質②燃焼法	試料量 g						-	
	換算係数						-	
	燃焼温度 °C						-	
	検量線作成用標準品名						-	
脂質①エーテル抽出法	分析方法(注*の番号を記入)	1)					1)	
	試料量 g	1.6756 1.6239					1.0097/1.0095	
脂質②酸分解法	分析方法(注*の番号を記入)		2	2)	2)	2)	-	2
	試料量 g		2.8398	2	3	3	-	2
灰分	分析方法(注*の番号を記入)	1)	1	1)	1)	1)	1)	1
	試料量 g	1.1381 1.0596	2.6519	2、3	2	2	3.0368/3.0526	1
	灰化温度 °C	550°C	550	550	550	550	550	550

成分	項目↓試験所番号→	15	16	17	18	19	20	21
水分①105℃、5時間	分析方法(注*の番号を記入)	1)	1	1)	1)	1)	-	
	試料量 g	2.6330 2.5128	2.5835	1、2	1.5	2	-	
	乾燥温度 °C	105	105	105	105	105	-	
	乾燥時間 時間	5	5	5	5	5	-	
	乾燥助剤の名称	海砂		海砂	セライト	海砂	-	
水分②135℃、2時間	分析方法(注*の番号を記入)						1)	1
	試料量 g						1.0508/1.0754	2
	乾燥温度 °C						135	135
	乾燥時間 時間						2	2
	乾燥助剤の名称						-	ハイブローズパーセル
カルシウム	分析方法(注*の番号を記入)	4)	2	2)	2		3)	2
	試料量 g	2.1834 2.1883	10.1987	1、2	3		5.0368/5.0087	5
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	(1)	1	(2)	1		(1)	1
鉄	分析方法(注*の番号を記入)	(1)	2	2)	2		3)	2
	試料量 g	1.5376、1.6282	10.1987	2	3		5.0368/5.0087	5
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	(1)	1	(2)	1		(1)	1

成 分	項目↓試験所番号→	15	16	17	18	19	20	21
ナトリウム	分析方法(注*の番号を記入)	4)	2	2)	2		(2)	1
	試料量 g	2.1834 2.1883	3.288	1、2	1		1.0460/1.0275	1
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	(2)	1	(1)	1		(1)	2
リン	分析方法(注*の番号を記入)	1)	2	3)	2		(3)	1
	試料量 g	2.2760 2.5571	10.1987	1、2	3		5.0368/5.0087	5
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	(1)	1	(2)	1		(1)	1

成分	項目↓試験所番号→	22	23	24	25	26	27	28
たんぱく質①ケルダール法	試料量 g	2	0.5824 0.6307		1	1		0.7
	換算係数	6.25	6.25		6.25	6.25		6.25
	分解促進剤	硫酸銅:硫酸カリウム=1:9	硫酸カリウム		ケルタブCQ	KELTABS-C		使用
	②燃焼法以外のその他の方法の場合は記入		1					
たんぱく質②燃焼法	試料量 g			0.4115 0.3796			0.3	
	換算係数			6.25			6.25	
	燃焼温度 °C			870			870	
	検量線作成用標準品名			DL-アスパラギン酸			DL-アスパラギン酸	
脂質①エーテル抽出法	分析方法(注*の番号を記入)		1		1			1
	試料量 g		5.1081 5.1585		3			4.9
脂質②酸分解法	分析方法(注*の番号を記入)	2		2)酸分解法		2)	2)	
	試料量 g	1.5		2.1904 2.1846		2	4	
灰分	分析方法(注*の番号を記入)	1	1	1)直接灰化法	1	1)	1)	1
	試料量 g	3	2.2044 2.1633	2.8495 3.0421	5	1.5	1	2
	灰化温度 °C	550	550	550	550	550	550	550

成分	項目↓試験所番号→	22	23	24	25	26	27	28
水分①105℃、5時間	分析方法(注*の番号を記入)	1	1	1)常圧加熱乾燥法	1	1)	1)	1
	試料量 g	3	2.2044 2.1633	3.7715 3.9370	5	4	3	6.8
	乾燥温度 °C	105	105	105	105	105	105	105℃
	乾燥時間 時間	5	5	5	5	5	5	5時間
	乾燥助剤の名称	珪砂		海砂	セライト	なし		セライト545
水分②135℃、2時間	分析方法(注*の番号を記入)							
	試料量 g							
	乾燥温度 °C							
	乾燥時間 時間							
カルシウム	分析方法(注*の番号を記入)	3	2	2)原子吸光法	2	2)	2)	2
	試料量 g	5	0.5430 0.5435	2.0901 4.0691	5	2	1	1
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	1	2	(1) 乾式灰化法	1	1	1	1
鉄	分析方法(注*の番号を記入)	3	2	2)原子吸光法	2	2)	2)	2
	試料量 g	5	5.0020 5.0545	2.0901 4.0691	5	2	1	10
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	1	2	(1) 乾式灰化法	1	1	1	1

成 分	項目↓試験所番号→	22	23	24	25	26	27	28
ナトリウム	分析方法(注*の番号を記入)	1	2	2)原子吸光法(塩酸抽出法)	1	1)	1)	1
	試料量 g	5	0.1042 0.1078	2.5547 2.7133	5	2	1	1
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	2	1	(1) 塩酸抽出法	2	2	2	2
リン	分析方法(注*の番号を記入)	1	2		1	2)	2)	2
	試料量 g	2	0.5120 0.5435		5	2	1	1
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	2	2		1	1	1	1

成分	項目↓試験所番号→	29	30	31	32	33	34	35
たんぱく質①ケルダール法	試料量 g	0.2	1	約0.5g	1.0391/1.2019	1	2	
	換算係数	6.25	6.25	6.25	6.25	6.25	6.25	
	分解促進剤	kjeltabs Cu /4.5	ケルタブ(硫酸カリウム4.5g、硫酸銅五水和物0.5g)	硫酸銅(Ⅱ)・五水和物	硫酸カリウム9:硫酸銅(Ⅱ)五水和物1混合	FOSS製1000kjeltabs Cu/4.5	ケルタブ(5g)	
	②燃焼法以外のその他の方法の場合は記入							
たんぱく質②燃焼法	試料量 g		0.3					0.25
	換算係数		6.25					6.25
	燃焼温度 °C		850					870
	検量線作成用標準品名		馬尿酸					特級DL-アスパラギン酸
脂質①エーテル抽出法	分析方法(注*の番号を記入)					1		
	試料量 g					3		
脂質②酸分解法	分析方法(注*の番号を記入)	2)	2	2	2		2	2
	試料量 g	2	1	約5g	5.1914/5.1010		1.3	2
灰分	分析方法(注*の番号を記入)	1)	1	1	1	1	1	1
	試料量 g	2	2	約3g	3.2483/3.2116	1	4	2
	灰化温度 °C	550	550	550	550	550	550	550

成分	項目↓試験所番号→	29	30	31	32	33	34	35
水分①105℃、5時間	分析方法(注*の番号を記入)	1)	1	1	1		1	1
	試料量 g	2	3	約7g	3.2189/3.7868		5	3
	乾燥温度 °C	105	105	105	105		105	105
	乾燥時間 時間	5	5	5	5		5	常圧 5時間
	乾燥助剤の名称		海砂	セライト	石英砂		海砂	珪藻土フィルム法
水分②135℃、2時間	分析方法(注*の番号を記入)		1			1		
	試料量 g		3			5		
	乾燥温度 °C		135			135		
	乾燥時間 時間		2			2		
	乾燥助剤の名称		海砂					
カルシウム	分析方法(注*の番号を記入)	2)	3	2	2		2	
	試料量 g	2.5	2	約3g	2.1678/2.0492		5	
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	(1)	1	1	1		1	
鉄	分析方法(注*の番号を記入)	2)	3	2	2		2	
	試料量 g	10	2	約3g	4.0107/4.1864		5	
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	(1)	1	1	1		1	

成 分	項目↓試験所番号→	29	30	31	32	33	34	35
ナトリウム	分析方法(注*の番号を記入)	2)	3	2	1	2	1	
	試料量 g	2	2	約2g	2.0494/2.1449	1	5	
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	(1)	2	1	2	1	2	
リン	分析方法(注*の番号を記入)	2)	2		1		2	
	試料量 g	3.5	2		4.0107/4.1864		5	
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	(1)	1		1		1	

成分	項目↓試験所番号→	36	37	38	39	40	41	42
たんぱく質①ケルダール法	試料量 g	0.5	1.5	約1g	1	1g	1	1g
	換算係数	6.25	6.25	6.25	6.25	6.25	6.25	6.25
	分解促進剤	KJELTABS-C	あり	1000 KJELTABS KPC	ケルタブ (Cu/4.5)	ケルタブ	ケルタブ	ケルタブ
	②燃焼法以外のその他の方法の場合は記入							
たんぱく質②燃焼法	試料量 g							
	換算係数							
	燃焼温度 °C							
	検量線作成用標準品名							
脂質①エーテル抽出法	分析方法(注*の番号を記入)	1)				1	1	1
	試料量 g	10				10	10	10
脂質②酸分解法	分析方法(注*の番号を記入)		2	2)酸分解法				
	試料量 g		2	約1g				
灰分	分析方法(注*の番号を記入)	1)	1	1)直接灰化法		1	1	1
	試料量 g	2	2gと3g	約2g		3g	3	3g
	灰化温度 °C	550	550°C	550°C		550°C	550	550°C

成分	項目↓試験所番号→	36	37	38	39	40	41	42
水分①105℃、5時間	分析方法(注*の番号を記入)	1)	1	1)常圧加熱乾燥法				
	試料量 g	2	2gと3g	約1g				
	乾燥温度 °C	105	105℃	105℃				
	乾燥時間 時間	5	5時間	5h				
	乾燥助剤の名称	なし	なし					
水分②135℃、2時間	分析方法(注*の番号を記入)					1	1	1
	試料量 g					5g	5	5g
	乾燥温度 °C					135℃	135	135℃
	乾燥時間 時間					2時間	2	2時間
	乾燥助剤の名称							
カルシウム	分析方法(注*の番号を記入)		3	3)誘導結合プラズマ発光分光法				
	試料量 g		2	約1g				
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)		2	(2)湿式灰化法				
鉄	分析方法(注*の番号を記入)		3	3)誘導結合プラズマ発光分光法				
	試料量 g		2	約1g				
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)		2	(2)湿式灰化法				

成分	項目↓試験所番号→	36	37	38	39	40	41	42
ナトリウム	分析方法(注*の番号を記入)		1	3)誘導結合プラズマ発光分光法				
	試料量 g		1	約1g				
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)		2	(2)湿式灰化法				
リン	分析方法(注*の番号を記入)		3	3)誘導結合プラズマ発光分光法			1	1
	試料量 g		2	約1g			3	1.5g
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)		2	(2)湿式灰化法			1	1

成分	項目↓試験所番号→	43
たんぱく質①ケルダール法	試料量 g	3.5
	換算係数	6.25
	分解促進剤	ケルダール錠 (K ₂ SO ₄ 44.5g/ CUSO ₄ 40.5g)
	②燃焼法以外のその他の方法の場合は記入	
たんぱく質②燃焼法	試料量 g	
	換算係数	
	燃焼温度 °C	
	検量線作成用標準品名	
脂質①エーテル抽出法	分析方法(注*の番号を記入)	
	試料量 g	
脂質②酸分解法	分析方法(注*の番号を記入)	2
	試料量 g	4.5
灰分	分析方法(注*の番号を記入)	1
	試料量 g	1.5
	灰化温度 °C	550

成 分	項目↓試験所番号→	43
水分①105℃、5 時間	分析方法(注*の番号を 記入)	2
	試料量 g	3.5
	乾燥温度 ℃	100
	乾燥時間 時間	5
	乾燥助剤の名称	海砂
水分②135℃、2 時間	分析方法(注*の番号を 記入)	
	試料量 g	
	乾燥温度 ℃	
	乾燥時間 時間	
カルシウム	分析方法(注*の番号を 記入)	2
	試料量 g	1.5
	前処理法(下記Noのい ずれかを記入)	1
鉄	分析方法(注*の番号を 記入)	2
	試料量 g	1.5
	前処理法(下記Noのい ずれかを記入)	1

成 分	項目↓試験所番号→	43
ナトリウム	分析方法(注*の番号を記入)	1
	試料量 g	1.5
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	2
リン	分析方法(注*の番号を記入)	1
	試料量 g	4.5
	前処理法(下記Noのいずれかを記入)	1

ISO/IEC17043 に基づく技能試験報告書
第 10 回食品成分の分析（魚肉ソーセージ）
最終報告書
2015 年 5 月 22 日発行

〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2 五反田サンハイツ
公益社団法人日本分析化学会
技能試験委員会
電話：03-3490-3351