

粉乳標準物質の安定性評価結果 (ミニ共同実験と技能試験)

2014-11-26

1. いきさつ

第1回技能試験で付与した値に対して、ミニ共同実験による安定性評価と同一試料を使った技能試験結果をまとめたので報告する。

2. 安定性試験 (2007-03-09 報告済み)

(1) 分析試料

栄養成分等分析用粉乳標準物質 (JSAC PT0711)

各試験所 50g 入りガラス瓶 1本。

2004年12月から2005年2月の間に技能試験を行ったもの。

在庫の標準物質から任意の6個(本・瓶)の試料を選択した。

(2) 分析対象成分

原則として認証値の付与された成分とした。

たんぱく質、脂質、灰分、水分、カルシウム、鉄、ナトリウム、リン

(3) 分析方法

原則として共同実験の際に使用した分析方法とした。

“「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”に示された分析方法で、技能試験の際に使用した分析方法。

分析方法それぞれについて、独立した試料採取・分析を2回行い、その平均値を統計処理した。

(4) 参加試験所

財団法人 食品環境検査協会

雪印乳業株式会社

財団法人 岡山県健康づくり財団株式会社

北陸環境科学研究所

明治乳業株式会社 技術開発研究所

(財)日本冷凍食品検査協会

(5) 安定性の評価

認証値とその不確かさ及び安定性試験における付与値のその不確かさを使って下記の判定を行う。

En の絶対値 ≤ 1 安定

En の絶対値 > 1 不安定

但し、

$$En = (x - X) / (U_{95\% x}^2 + U_{95\% X}^2)^{0.5} \dots \dots \dots (B1)$$

ここで

x : 安定性試験付与値

X : 認証値

$U_{95\% x}$: 安定性試験付与値の不確かさ

$U_{95\% X}$: 認証値の不確かさ

$$\text{但し、 } U_{95\%} = t \times SD_R / \sqrt{N}$$

ここで t : スチューデントの t

SD_R : 所間標準偏差

N : 採用データ数 (試験所数)

U_x (安定性試験付与値の不確かさ) は必ずしも U_Y (認証値の不確かさ) に等しくないの
で、 $U_x = U_Y$ として計算したものを En' として併記し、認証値の不確かさでの安定性の確
認を行った。

(6) 結果

2007年4月から5月に共同実験を行った。

表-1に各試験所の分析値を示す。

表-2に統計指標を示す。

表-3, 図-1に En を示す。

(7) 評価

全ての元素でほぼ En 絶対値 ≤ 1 であり、粉乳標準物質 JSAC PT0711 は約 2.5 年 付
与値の不確かさの範囲内で安定であったといえる。

表-1

粉乳標準物質 安定性試験結果

分析所名	1	2	3	4	5	6
たんぱく質 g/100g	26.628	27.360	26.400	26.600	26.600	26.640
z-score	0.503	27.300	-7.820	-0.503	-0.503	0.960
		#	#			
脂質 g/100g	24.584	25.510	25.100	24.700	25.215	24.760
z-score	-0.990	1.660	0.487	-0.658	0.816	-0.487
灰分 g/100g	5.787	5.710	5.730	5.820	5.800	5.710
z-score	0.467	-0.797	-0.467	1.021	0.690	-0.797
水分 g/100g	3.153	3.540	3.580	3.310	3.800	3.740
z-score	-1.651	-0.081	0.081	-1.014	0.974	0.730
カルシウム mg/100g	934.370	917.500	953.500	925.000	926.000	922.500
z-score	1.307	-1.179	4.127	-0.074	0.074	-0.442
			#			
鉄 mg/100g	0.2033	0.1710	0.2200	0.2255	0.1290	0.1900
z-score	0.224	-0.863	0.786	0.971	-2.277	-0.224
ナトリウム mg/100g	326.295	305.500	325.000	306.500	303.000	327.000
z-score	0.703	-0.684	0.617	-0.617	-0.851	0.750
リン mg/100g	732.85	765.00	767.50	739.40	751.00	755.50
z-score	-1.354	0.780	0.946	-0.919	-0.149	0.149

表-2 粉乳標準物質 安定性試験結果

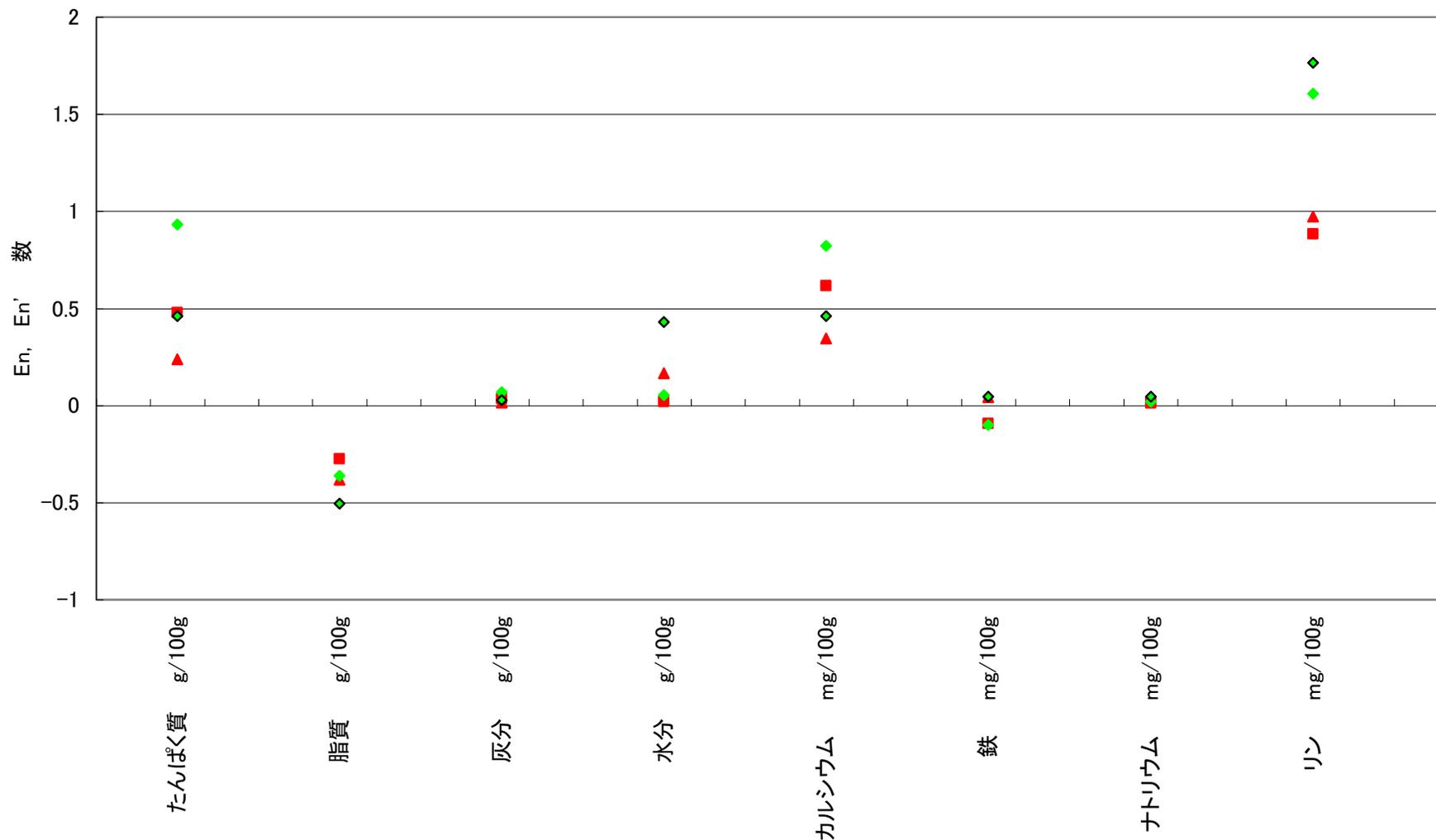
	N	$ z \geq 3$	average	median	U95%*	SD	NIQR	Huber's SD	Horwitz's SD	U95%CV%*	CV%clas	CV%rob
たんぱく質 g/100g	6	2	26.7046	26.6138	0.3495	0.3330	0.0273	0.4904	0.6496	1.3	1.2	0.1
		33%										
脂質 g/100g	6	0	24.9782	24.9300	0.3738	0.3561	0.3493	0.8295	0.6145	1.5	1.4	1.4
		0%										
灰分 g/100g	6	0	5.7594	5.7583	0.0510	0.0486	0.0605	0.0763	0.1770	0.9	0.8	1.1
		0%										
水分 g/100g	6	0	3.5205	3.5600	0.2612	0.2488	0.2465	0.2577	0.1176	7.3	7.1	6.9
		0%										
カルシウム mg/100g	6	1	929.8117	925.5000	13.4794	12.8424	6.7847	40.3412	37.4513	1.5	1.4	0.7
		17%										
鉄 mg/100g	6	0	0.1898	0.1967	0.0376	0.0358	0.0297	0.1068	0.0284	19.1	18.9	15.1
		0%										
ナトリウム mg/100g	6	0	315.5492	315.7500	12.2068	11.6299	14.9900	28.8496	15.0218	3.9	3.7	4.7
		0%										
リン mg/100g	6	0	751.8742	753.2500	14.4532	13.7701	15.0669	27.3900	31.4405	1.9	1.8	2.0
		0%										

表-3 粉乳標準物質安定性試験：En数による認証値との比較

	安定性試験					技能試験付与値				En (mean)	En (median)	En' (mean)	En' (median)
	N	mean	median	U95%	SD	median		U95%	NIQR				
たんぱく質 g/100g	6	26.70	26.61	0.35	0.33	26.53	±	0.14	0.51	0.48	0.24	0.93	0.46
脂質 g/100g	6	24.98	24.93	0.37	0.36	25.10	±	0.24	0.83	-0.27	-0.38	-0.36	-0.50
灰分 g/100g	6	5.759	5.758	0.051	0.049	5.758	±	0.020	0.075	0.03	0.01	0.07	0.03
水分 g/100g	6	3.521	3.560	0.261	0.249	3.515	±	0.074	0.280	0.02	0.17	0.05	0.43
カルシウム mg/100g	6	929.8	925.5	13.5	12.8	920.0	±	8.4	31.3	0.62	0.35	0.82	0.46
鉄 mg/100g	6	0.190	0.197	0.038	0.036	0.195	±	0.033	0.117	-0.09	0.04	-0.10	0.05
ナトリウム mg/100g	6	315.5	315.8	12.2	11.6	315.4	±	6.0	21.9	0.01	0.03	0.02	0.04
リン mg/100g	6	751.9	753.3	14.5	13.8	738.0	±	6.1	22.2	0.88	0.97	1.61	1.77

図-1 Enによる安定性評価 Enの絶対値 ≤ 1 → 安定

■ En (mean) ▲ En (median) ◆ En' (mean) ◆ En' (median)



3. 技能試験による評価

(1) 技能試験について

同一試料を使って、2回の技能試験を行った。但し、試験所には管理試料 JSAC PT 0711であることを伏せて試料を配布した。

第6回食品技能試験 期間：2009-11-14/2010-01-14 参加試験所数：54

第9回食品技能試験 期間：2012-12-14/2013-02-22 参加試験所数：38

詳細は、各技能試験の最終報告書を参照のこと。

(2) 結果

第1回技能試験、ミニ共同実験、第6回技能試験、第9回技能試験での付与値を比較して、表-4に示す。図-2には第1回技能試験の付与値に対する比率を示す。

表-5と図-3には、脂質について、標準偏差（不確かさ）を含めて推移を示す。第6回技能試験以降（5年経過後）は、当初の付与値から逸脱する。

表-4 ミニ共同実験及び技能試験による安定性試験の結果

	第1回技能試験 付与値	安定性試験	第6回技能試験 付与値	第9回技能試験 付与値	安定性試験 (2007)/ 第1回技能試験 (2004/2005)	第6回技能試験 (2009/2010)/ 第1回技能試験 (2004/2005)	第9回技能試験 (2012/2013)/ 第1回技能試験 (2004/2005)
たんぱく質 g/100g	26.53	26.70	26.38	26.41	1.007	0.994	0.996
脂質 g/100g	25.1	25.0	24.2	23.3	0.995	0.963	0.927
灰分 g/100g	5.758	5.759	5.745	5.736	1.000	0.998	0.996
水分 g/100g	3.515	3.521	3.824	3.971	1.002	1.088	1.130
カルシウム mg/100g	920	930	916	903	1.011	0.995	0.982
鉄 mg/100g	0.19	0.19	0.17	0.18	0.976	0.865	0.908
ナトリウム mg/100g	315.4	315.5	321.8	319.8	1.001	1.020	1.014
リン mg/100g	738.0	751.9	744.0	744.9	1.019	1.008	1.009

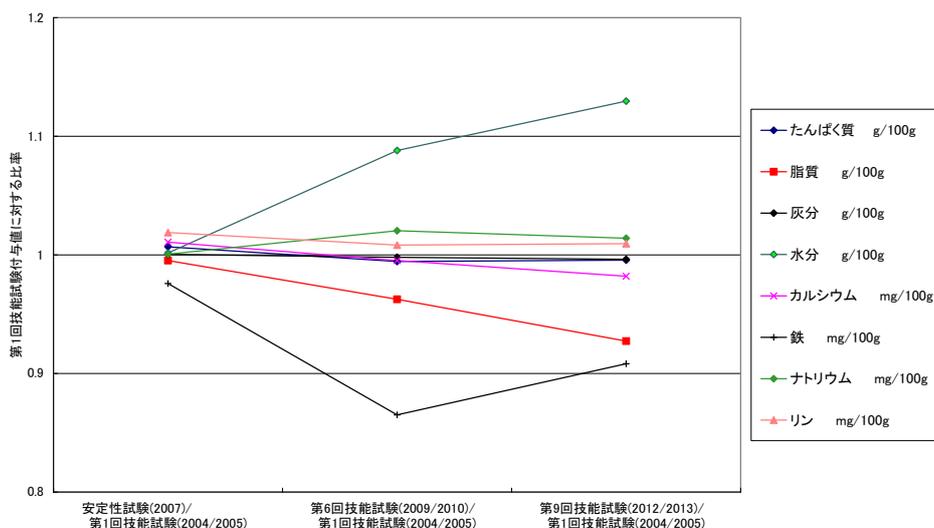


図-2 ミニ共同実験及び技能試験による安定性試験の結果
(第1回技能試験の付与値に対する比率)

表-5 脂質の平均値と室間標準偏差

		第1回技能試験 付与値	安定性試験	第6回技能試験 付与値	第9回技能試験 付与値
脂質	g/100g	25.1	25.0	24.2	23.3
	室間標準偏差	0.83	0.36	1.39	1.74

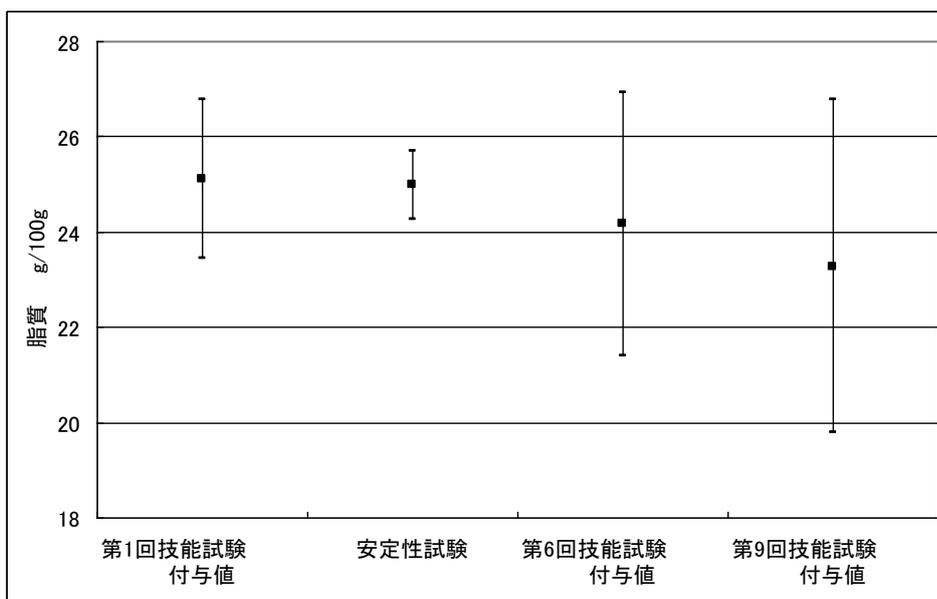


図-3 脂質の平均値と室間標準偏差
(平均値±2×室間標準偏差)

以上