

粉乳標準物質の安定性評価結果 (第2回)

2015-10-28

1. 安定性試験の方法

(1) 試料の選択

第9回食品成分の分析技能試験試料Aから7本を選択した。

(2) 分析対象成分

技能試験で付与された値が記された成分とした。

(3) 分析方法

技能試験の際に使用した分析方法と同等であることを前提に、前処理方法及び分析方法は、「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を参考に、独立した2回の分析を行うものとした。

(4) 分析試験所数

付与値を決めた技能試験時の結果から適切な技能を有すると思われる7試験所、具体的には、第7, 8, 9, 10回食品成分の分析技能試験において、成分分析結果のzスコアがほぼ2以下の試験所および粉乳の均質性試験参加試験所に依頼した。

注：統計上また経験上6試験所以上の平均値は不確かさが小さいため。図-1参照。

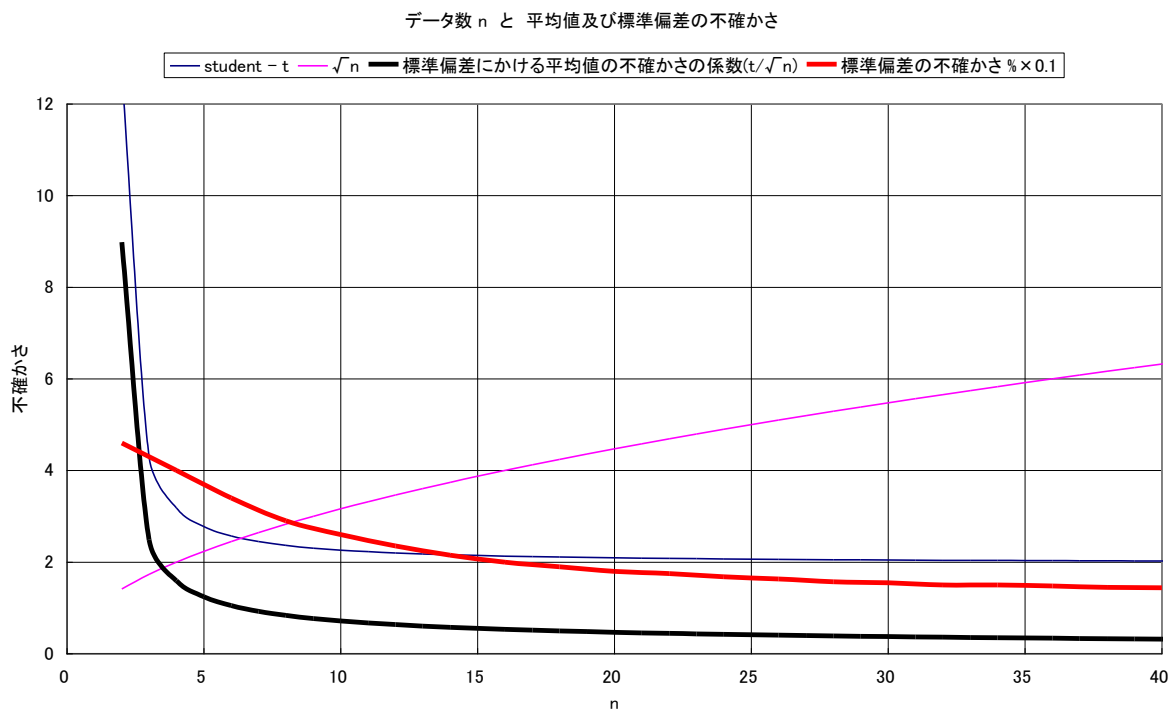


図-1 平均値の不確かさ (黒の太線)

(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、

$$En = (x - X) / (U_{95\% x}^2 + U_{95\% X}^2)^{0.5} \dots \dots \dots (1)$$

ここで x : 安定性試験値
 X : 付与値
 $U_{95\% x}$: 安定性試験値の不確かさ
 $U_{95\% X}$: 付与値の不確かさ
 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 (安定性試験値の不確かさ) は必ずしも U_X (付与値の不確かさ) に等しくないので、
 $U_x = U_X$ として計算したものを En' として併記し、付与値の不確かさでの安定性の確認を行った。

2. 分析試料と成分

形状：栄養成分等分析用粉乳試料 50 g、アルミニウムパウチ入り。

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

分析成分、濃度(付与値、単位) 及び試験時期と経過年数

標準物質名	成分名	濃度	単位	技能試験年月	最終報告書年月	経過年数
JSAC PT0711	たんぱく質	14.40	g/100g	2012-12/2013-02	2013-07	2年
JSAC PT0711	脂質	19.26	g/100g	2012-12/2013-02	2013-07	2年
JSAC PT0711	灰分	3.74	g/100g	2012-12/2013-02	2013-07	2年
JSAC PT0711	水分	2.96	g/100g	2012-12/2013-02	2013-07	2年
JSAC PT0711	カルシウム	641	mg/100g	2012-12/2013-02	2013-07	2年
JSAC PT0711	鉄	9.1	mg/100g	2012-12/2013-02	2013-07	2年
JSAC PT0711	ナトリウム	232	mg/100g	2012-12/2013-02	2013-07	2年
JSAC PT0711	リン	339	mg/100g	2012-12/2013-02	2013-07	2年

3. 分析方法

1. (3) の 分析方法により、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

・株式会社 LSI メディエンス 食品検査センター
・一般財団法人 食品環境検査協会 清水事業所
・一般財団法人 食品環境検査協会 東京事業所
・一般財団法人 新潟県環境衛生研究所 分析部 食品生物課
・日本製粉株式会社 中央研究所 分析センター
・一般社団法人 日本油料検定協会 総合分析センター 環境・油化学部門
・雪印メグミルク株式会社 品質保証部 分析センター

* 上記試験所の順番と試験所番号は関係がありません。

5. 試験経歴

技能試験の年月：2012年12月～2013年2月

最終報告書年月日：2013年7月20日

ミニ共同実験年月：2015年6月～9月

技能試験からの経過年数：2年

6. 結果

表-1に各試験所の測定値を示す。

表-2にEn数を含めた統計指標を示す。

図-1に付与値とその統計指標とともに各試験所の測定値を示す。

7. 評価

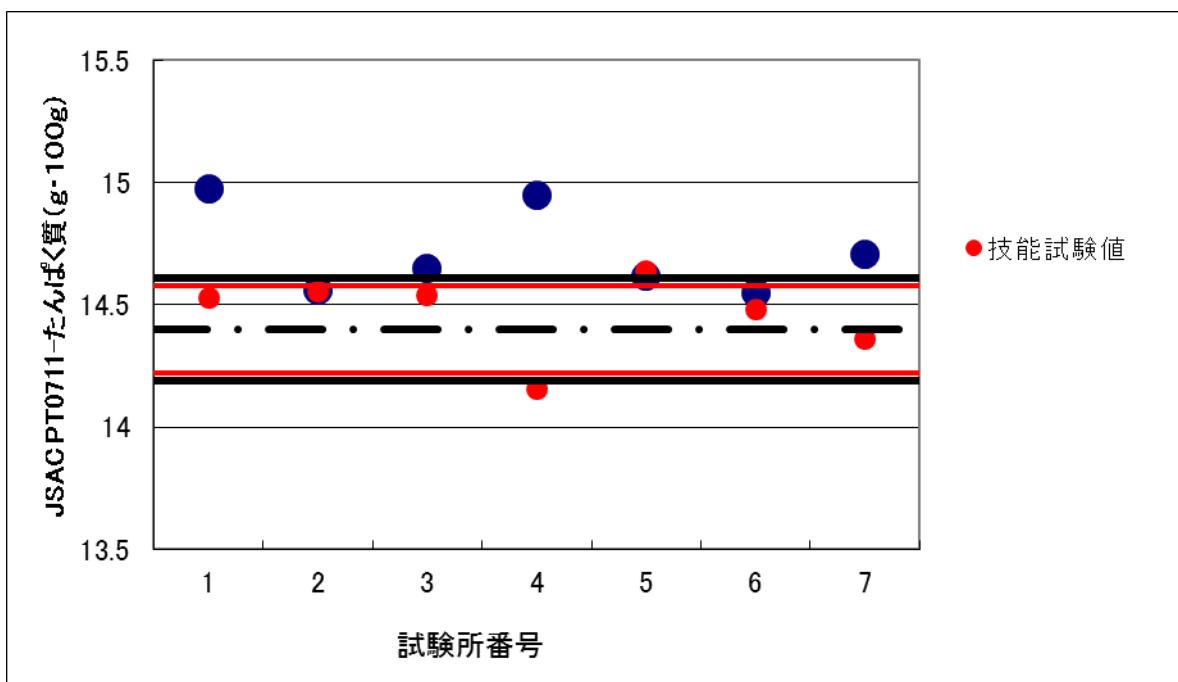
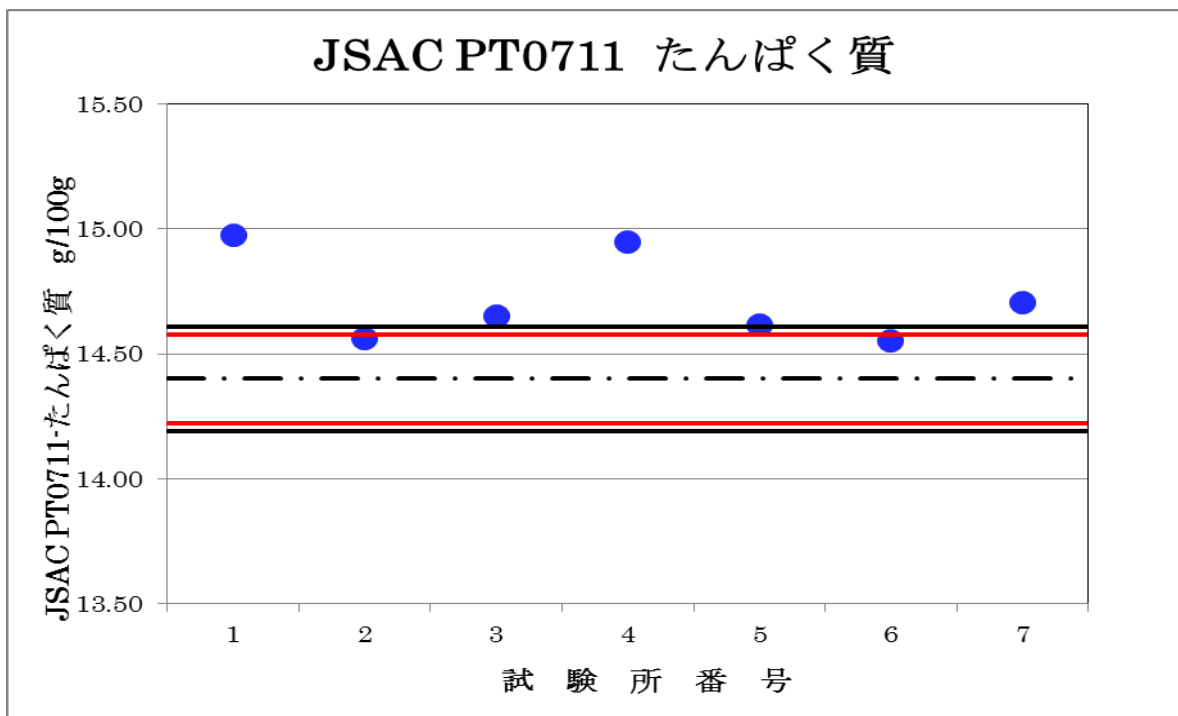
・脂質、灰分、カルシウム、鉄、ナトリウム、リンはEn絶対値 < 1 であり、付与値の不確かさの範囲内で安定であったといえる。

・たんぱく質、水分について、En絶対値 > 1 であり、たんぱく質は増加傾向、水分は減少傾向にある。

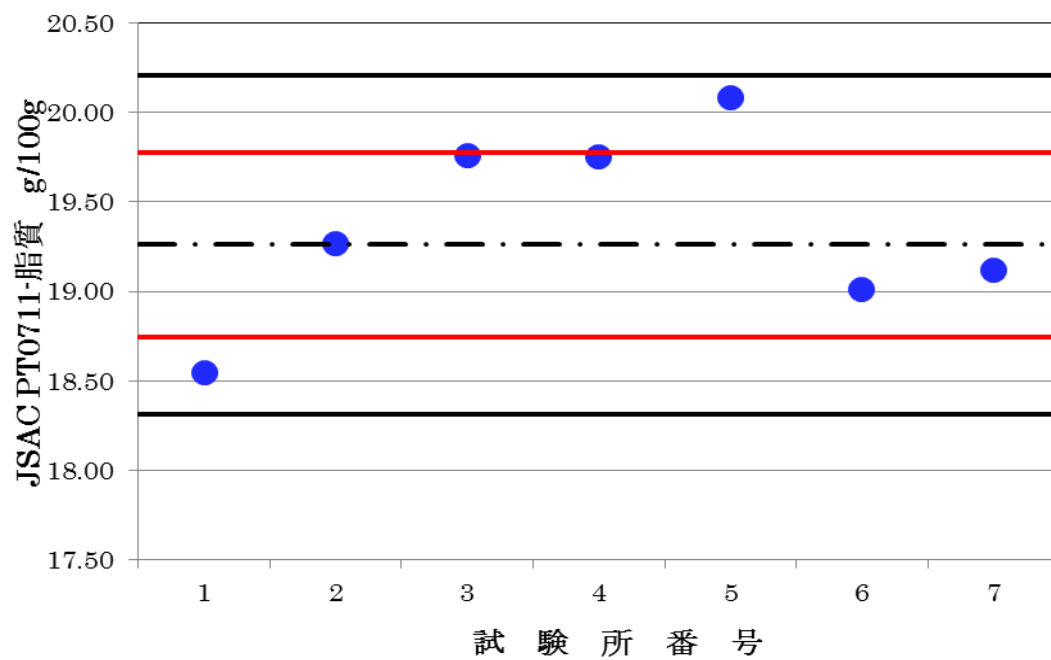
表1 各試験所報告値

試験所番号	1	2	3	4	5	6	7
JSAC PT0711-たんぱく質	14.98	14.56	14.65	14.95	14.62	14.55	14.7
z-score	1.827	-0.506	0.000	1.686	-0.197	-0.562	0.309
JSAC PT0711-脂質	18.55	19.27	19.76	19.75	20.09	19.01	19.1
z-score	-1.412	0.000	0.955	0.935	1.588	-0.506	-0.302
JSAC PT0711-灰分	3.735	3.809	3.799	3.654	3.685	3.758	3.777
z-score	-0.399	0.876	0.703	-1.804	-1.275	0.000	0.321
JSAC PT0711-水分	2.856	2.575	2.764	2.809	2.821	2.702	2.745
z-score	1.349	-2.794	0.000	0.656	0.840	-0.914	-0.287
JSAC PT0711-カルシウム	611.4	629.1	643.9	638.1	663.2	652.4	616.5
z-score	-1.419	-0.478	0.308	0.000	1.334	0.763	-1.148
JSAC PT0711-鉄	8.94	9.22	9.49	9.43	8.94	8.71	8.94
z-score	-0.017	0.973	1.882	1.691	0.000	-0.806	-0.017
JSAC PT0711-ナトリウム	204.45	237.40	242.20	226.65	216.25	227.25	235.65
z-score	-2.040	0.908	1.338	-0.054	-0.984	0.000	0.752
JSAC PT0711-リン	339.90	323.05	331.75	334.40	352.40	352.10	352.45
z-score	0.000	-1.185	-0.573	-0.387	0.879	0.858	0.883

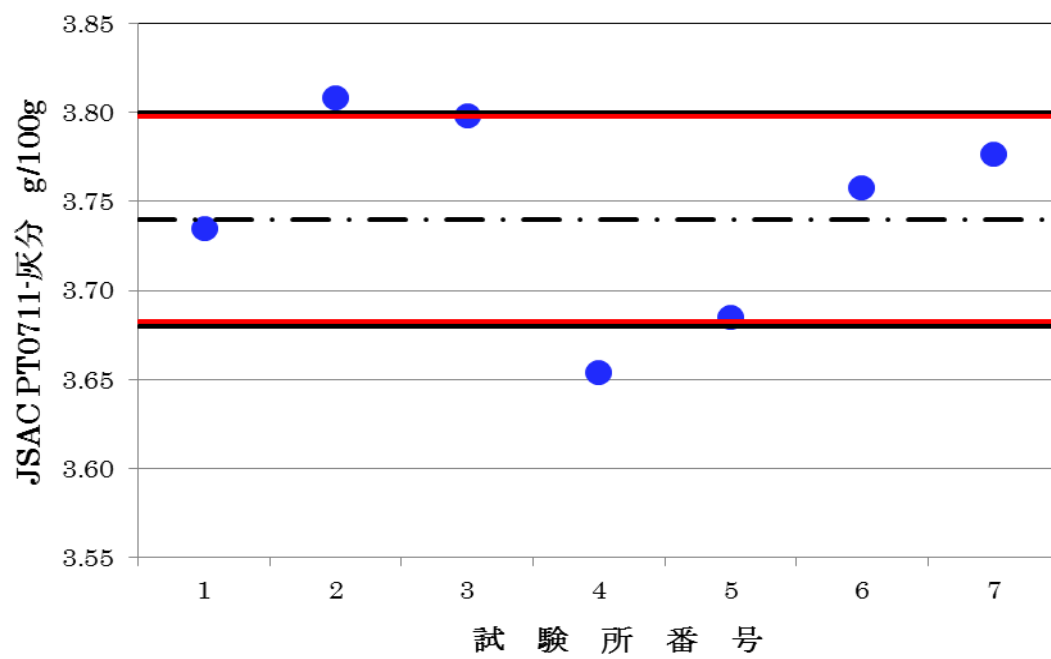
図1 粉乳標準物質の安定性結果：付与値と安定性試験の値



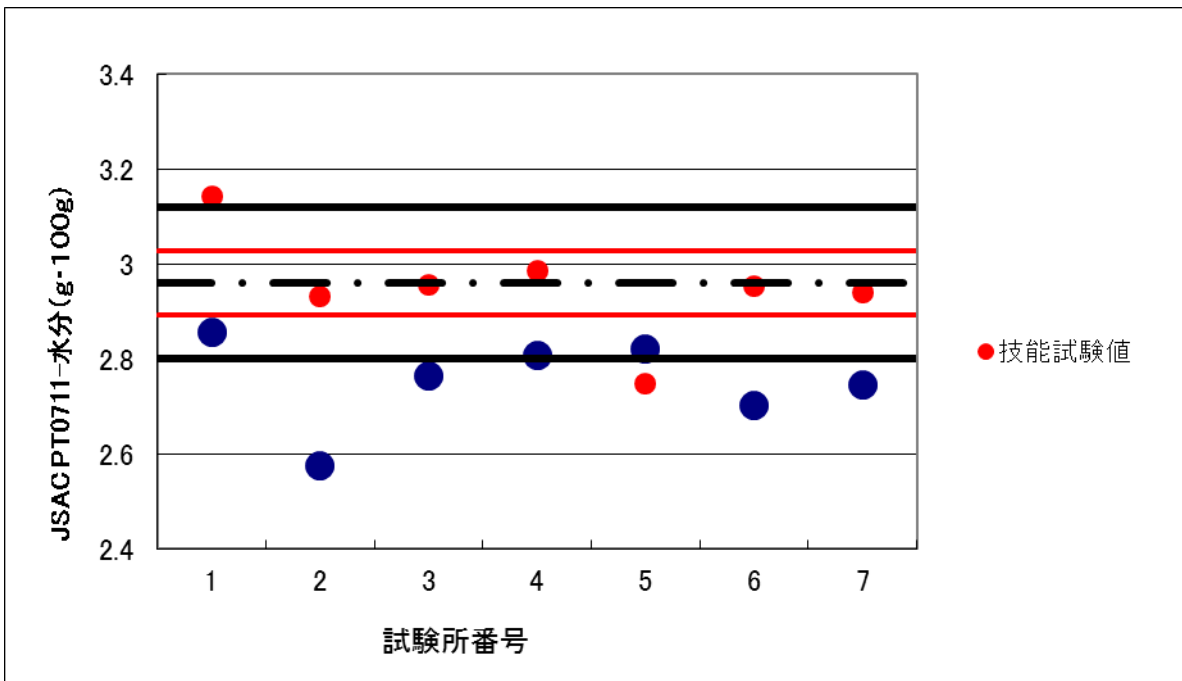
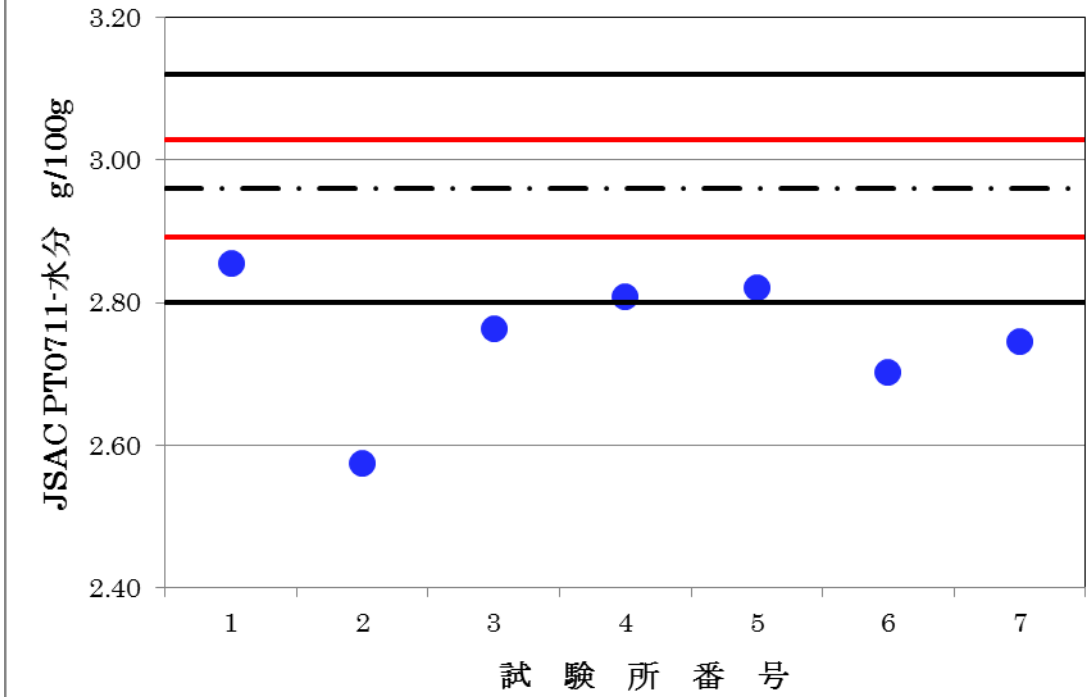
JSAC PT0711 脂質



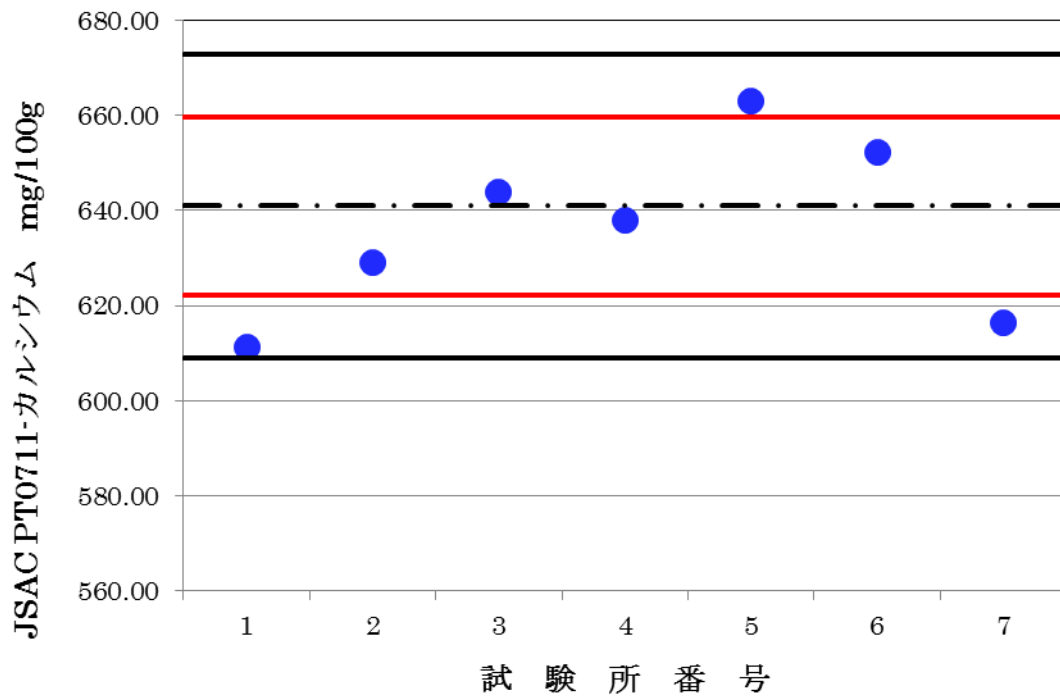
JSAC PT0711 灰分



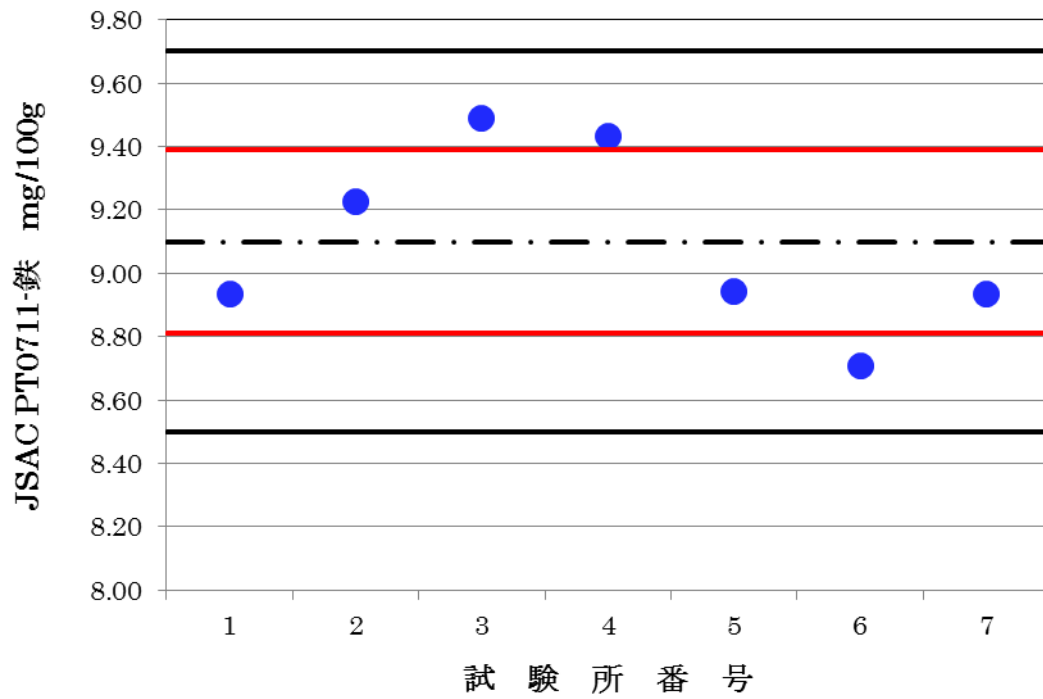
JSAC PT0711 水分



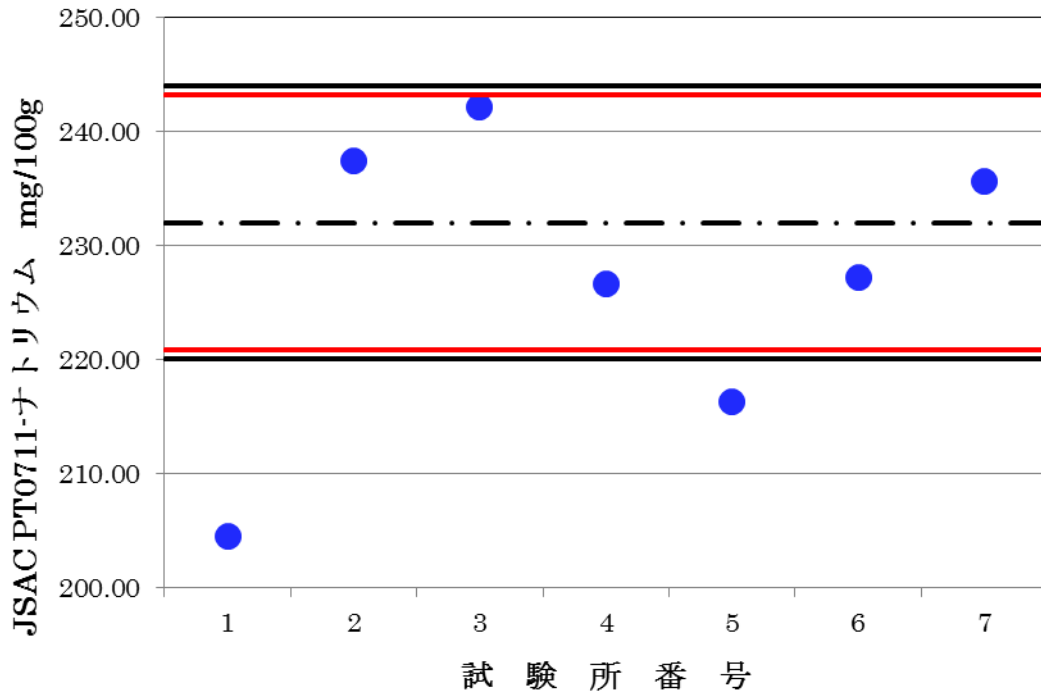
JSAC PT0711 カルシウム



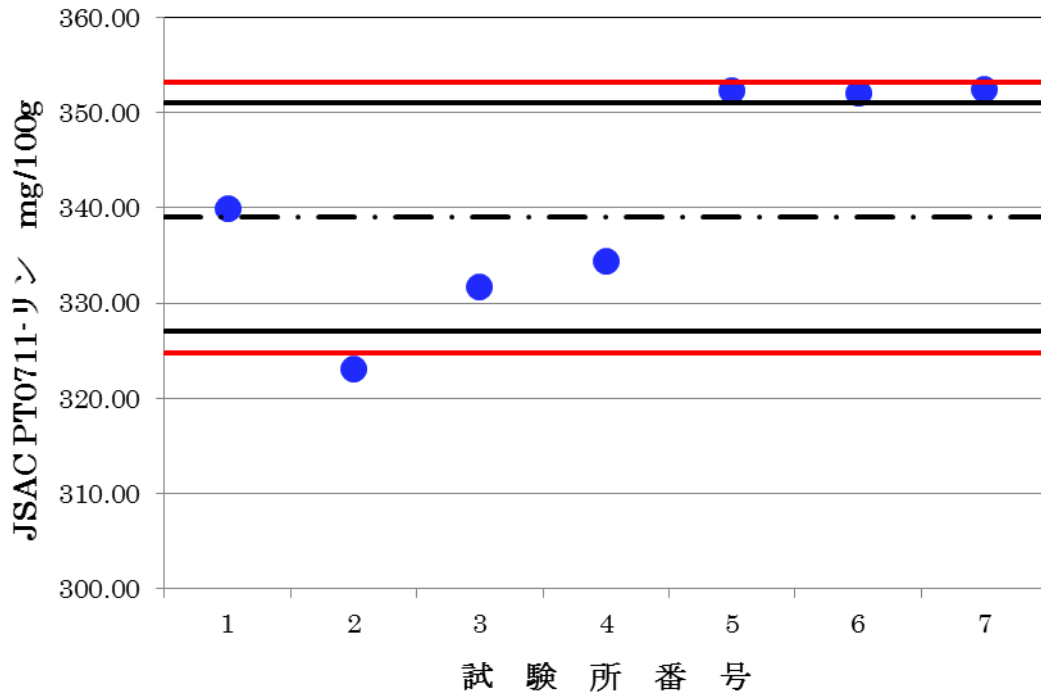
JSAC PT0711 鉄



JSAC PT0711 ナトリウム



JSAC PT0711 リン



8. 考察

- ・たんぱく質、水分について、En 絶対値 > 1 であり、たんぱく質は増加傾向、水分は減少傾向にある。この 2 成分については、技能試験時の同試験所の報告値も図に掲載したが、試験所毎にみてもこの傾向はおなじであるので、変化の傾向があると考え、下記に示すように付与値ならびに (不) 安定性の不確かさの考察を行った。但し、有効保存期限は技能試験より 4 年間とした。

- ・ ISO Guide 35 : 2005 式 (2) により付与値に付随する不確かさ u_{CRM} を下記で表す。

$$u_{CRM}^2 = u_{char}^2 + u_{bb}^2 + u_{lts}^2 + u_{sts}^2 \dots \dots \dots (2)$$

但し、

U_{char} : 値付けによる標準不確かさ

u_{bb} : 瓶間 (不) 均質性による標準不確かさ

u_{lts} : 長期 (不) 安定性による標準不確かさ

本報告では 技能試験の値と技能試験から 4 年後の推定値との差

u_{sts} : 短期 (不) 安定性による標準不確かさ

技能試験の付与値の不確かさ u_{PT} は

$$u_{PT}^2 = u_{char}^2 + u_{bb}^2 + u_{sts}^2 \dots \dots \dots (3)$$

で表わされると考えると

$$u_{CRM}^2 = u_{PT}^2 + u_{lts}^2 \dots \dots \dots (4)$$

となる。すなわち

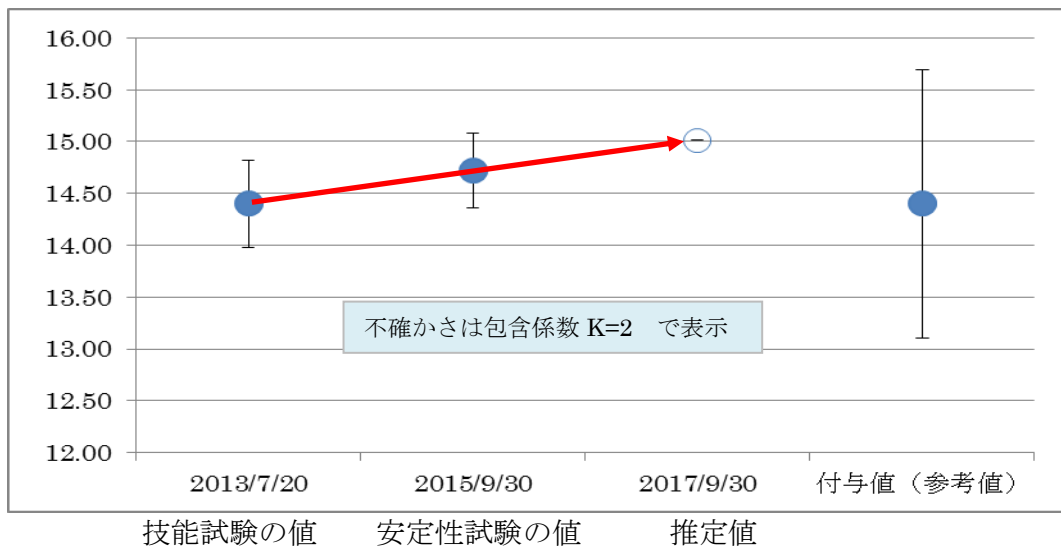
$$(\text{付与値の合成標準不確かさ})^2 = (\text{技能試験の所間標準偏差})^2 + (\text{4 年後の推定値と技能試験の値の差})^2 \dots \dots \dots (5)$$

8-1. たんぱく質

- ・ (5) 式に従って、たんぱく質の付与値の合成標準不確かさを求めると 0.65 g/100g となる。この不確かさを付与値証明書では安定性と表記する。

$$0.65 = (0.21^2 + (15.01 - 14.40)^2)^{0.5}$$

- ・ 技能試験の値、安定性試験の値、推定値および付与値を不確かさとともに下図に示す。但し、不確かさは包含係数 $K=2$ で表示する。

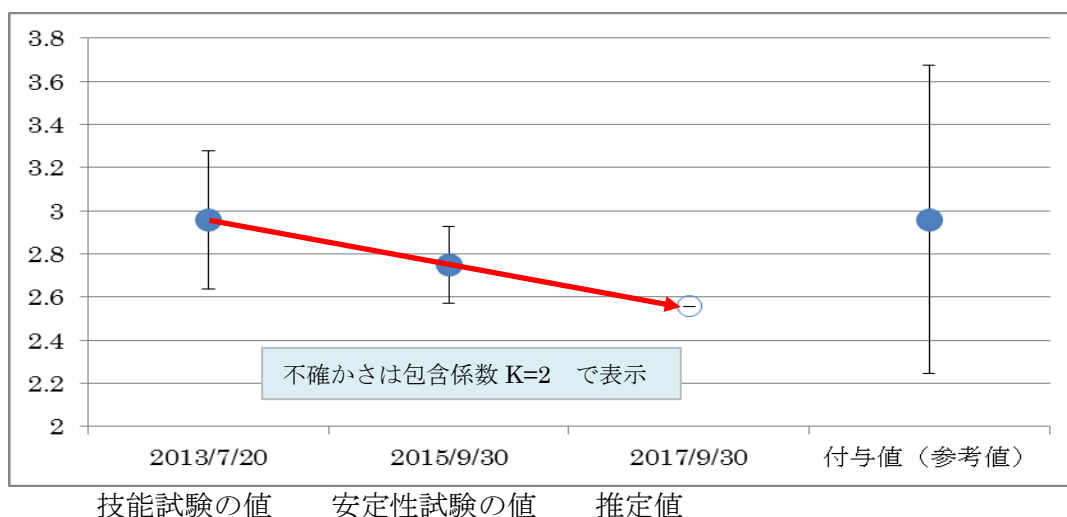


8-2. 水分

- ・(5)式に従って、水分の付与値の合成標準不確かさを求めると 0.43 g/100g となる。
この不確かさを付与値証明書では安定性と表記する。

$$0.43 = (0.16^2 + (2.56 - 2.96)^2)^{0.5}$$

- ・技能試験の値、安定性試験の値、推定値および付与値を不確かさとともに下図に示す。
但し、不確かさは包含係数 K=2 で表示する。



以上

(公社) 日本分析化学会
標準物質委員会 事務局
〒141-0031 東京都品川区西五反田 1-26-2
五反田サンハイツ 304
TEL : 03-3490-3351
FAX : 03-3490-3572
E-mail : crmpt@ml.jsac.or.jp
web site : JSAC→検索 <http://www.jsac.jp>
