The Japan Society for Analytical Chemistry 公益社団法人 日本分析化学会 付 与 値 証 明 書 Reference Material JSAC PT 0711-4

粉乳管理試料

栄養成分等分析用

本管理試料は、粉乳中の代表的な栄養成分と無機成分を値付けした標準物質 $^{\chi m}$ 1)である。その付与値は、技能試験 $^{\chi m}$ 2)により決定されたもので、表1に示す。

粉乳又はそれとマトリックスが類似した試料の分析にあたり、分析試料と本管理試料とを併行して分析し、分析試料について得られた分析値が妥当であるかどうかを確認するときなどに有用である。本管理試料は、粉末状の市販の粉乳であり、荷姿は50gの褐色ガラス瓶入りである。

| 成分 | Median | NIQR ^{注2)} | 表示単位 | 採用データ数 | 分析方法注3) |
|----------|--------|---------------------|----------|--------|---------------|
| たんぱく質注4) | 11.9 | 0.2 | g/100 g | 36 | 1 |
| 脂質 | 27.0 | 0.8 | g/100 g | 35 | 2, 13 |
| 灰 分 | 2.34 | 0.04 | g/100 g | 38 | 3 |
| カルシウム | 365 | 13 | mg/100 g | 27 | 4, 5, 8, 4 |
| 鉄 | 7.87 | 0.47 | mg/100 g | 27 | 5, 8, 9, 4 |
| ナトリウム | 173 | 11 | mg/100 g | 32 | 6, 7, 8, 4 |
| リン | 187 | 9 | mg/100 g | 28 | 7, 10, 11, 14 |

表 1 付与値注 1)

表 2 参考値注 5)

| 成分 | Median | NIQR ^{注2)} | 表示単位 | 採用データ数 | 分析方法注3) |
|-----|--------|---------------------|----------|--------|---------|
| 水 分 | 2.8 | 0.2 | mg/100 g | 36 | 12 |

- 注 1) 当該技能試験 $^{\chi m}$ 2)で得られた結果の Median (メディアン、中央値)を付与値とした。水分が 2.8 g/100 g の時の値で、乾燥した試料についてのものではない。
- 注 2) *MIQR* は標準化四分位範囲で、当該技能試験^{文献 2)}で得られた結果のロバスト法による所間標準偏差であり、室間標準偏差ともいう。
- 注 3) 各成分の分析方法は、付与値及び参考値の決定方法における該当番号を参照のこと。
- 注 4) 窒素 たんぱく質の換算係数は 6.38 である。
- 注 5) 水分の含有率は変化する可能性があるので、参考値とした。

使用上の注意

- 1. 本管理試料を容器から取り出すときは、汚染のないへら・スプーンなどを用いる。
- 2. 容器中に残量があるときは容器の口を開けたまま放置せず、直ちに栓をする。
- 3. 本管理試料は吸湿性が高いため、できるだけ湿度の低いところで容器の開閉を行う。
- 4. 本管理試料を取り出した後の、秤量・化学処理等の操作は直ちに開始しなければならない。また、容器から取り出していったん薬包紙上や他の容器に移した本管理試料は、元の容器中に戻してはならない。
- 5. 本管理試料の技能試験^{文献 2)}で得られた水分は、2.8 g/100 g である。他の成分と同時に水分を 測定し、変化が認められた場合、付与値は補正して使用する。

保管上の注意及び付与値の安定性

本管理試料は冷暗所に保管する。容器外部に起因する汚染を防ぐためには、容器を箱又はプラスチックフィルムバッグに入れておくのが安全である。

有効保存期間及び有効保存期限については、本会の会誌又はウエブサイト等に公表するので、参照すること。

標準物質の製造方法及び均質性の確認

雪印メグミルク(桝) が製造した家庭用の調製粉乳(1 缶 820 g)の同一時間帯に製造された 8 缶を購入し、温度(21~23) $^{\circ}$ C、相対湿度(25~30) %の空調室でそのすべての内容物を1つのポリエチレン袋に入れ、良く混合し試料とした。これの 50 g をステンレススパーテルを用いて、50 g 褐色ガラス瓶に封入した。試料数 130 本から 10 本を抜き取って均質性試験を行った。瓶間の相対標準偏差は分析の不確かさを含めて1%以下であった。

試料瓶の一部を技能試験に使用し、残りを本管理試料とした。詳細は、ISO/IEC 17043 に基づく技能試験報告書^{文献2)}を参照のこと。

付与値及び参考値の決定方法

1. 分析方法と分析対象成分

分析方法は消費者庁食品表示法「食品表示基準について 別添 栄養成分等の分析方法等」 ^{文献 4)} に従った。

- ① ケルダール法による窒素定量換算法 (換算係数 6.38) : (たんぱく質)
- ② レーゼゴットリーブ法: (脂質)
- ③ 直接灰化法 但し、灰化温度は550 ℃: (灰分)
- ④ 過マンガン酸カリウム容量法: (カルシウム)
- ⑤ 原子吸光光度法: (カルシウム、鉄)
- ⑥ 原子吸光光度法(灰化法): (ナトリウム)
- ⑦ 原子吸光光度法(塩酸抽出法): (ナトリウム)
- ⑧ 誘導結合プラズマ発光分光分析法: (カルシウム、鉄、ナトリウム、リン)
- ⑨ オルトフェナントロリン吸光光度法: (鉄)
- ⑩ バナドモリブデン酸吸光光度法: (リン)
- ① モリブデンブルー吸光光度法: (リン)
- ⑫ 常圧加熱乾燥法 但し、100 ℃加熱: (水分)
- ③ 酸分解法(脂質)
- ⑭ 誘導結合プラズマ質量分析法: (カルシウム、鉄、ナトリウム、リン)

分析方法の詳細は、技能試験報告書^{文献2)}を参照のこと。

2. 技能試験は2017年1月20日から3月17日の間に行った。

3. 付与値及び参考値の決定

技能試験で報告された 39 試験所の分析値について統計計算を行い、ロバストな平均値であるメディアンを付与値及び参考値とした。ロバストな所間標準偏差である NIQR を表 1 の付与値並びに表 2 の参考値にそれぞれ併記した。

承認日付 2017年11月10日

生産及び頒布機関 公益社団法人 日本分析化学会

素材製造機関 雪印メグミルク㈱ 但し、市販品を卸売店にて購入した。

試料瓶詰・保管・頒布機関 環境テクノス (株)

均質性試験機関 (一財) 日本食品分析センター

承認責任者 公益社団法人 日本分析化学会

標準物質委員会 委員長 上本 道久

技能試験委員会 (順不同)

2017-04-14

| | 氏 名 | 所 属 |
|--------|-------|-----------------|
| 委員長 | 松本 保輔 | 標準物質協議会 |
| | 内山 一美 | 首都大学東京 |
| | 平井 昭司 | 東京都市大学 |
| | 笹尾 照夫 | (一社)日本環境測定分析協会 |
| | 浅田 正三 | 元(独)製品評価技術基盤機構 |
| 委 員 | 黒岩 貴芳 | (国研)産業技術総合研究所 |
| | 四角目和広 | (一財) 化学物質評価研究機構 |
| | 山田 明子 | (一財) 日本食品分析センター |
| | 須藤 和冬 | 元(株) 三井化学分析センター |
| | 国村 伸祐 | 東京理科大学 |
| | 保坂 守男 | (公財)日本適合性認定協会 |
| オブザーバー | 礒 節子 | (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 |
| | 三浦 隆志 | (公社)日本分析化学会 |
| 事務局 | 小島 勇夫 | (公社)日本分析化学会 |
| 争伤问 | 大澤 隆雄 | (公社)日本分析化学会 |
| | 柿田 和俊 | (公社)日本分析化学会 |

問合せ先 公益社団法人 日本分析化学会

〒141-0031 東京都品川区西五反田 1 丁目 26-2 五反田サンハイツ 304 号 Tel 03(3490)3351 Fax 03(3490)3572

文献

- 1) 標準物質に関連して用いられる用語及び定義: JIS Q 0030-1997
- 2) 第 12 回食品成分の分析技能試験報告書: JSAC / PTP-54 2017-05-26
- 3) 日本分析化学会 技能試験委員会:技能試験品質マニュアル「均質性及び安定性試験実施 手順書(QPC-301)」 (改訂版 2007 年 1 月)
- 4) 消費者庁食品表示法「食品表示基準について 別添 栄養成分等の分析方法等」 (消食表 139 号 平成 27 年 3 月 30 日)

発行日: 2017年11月10日