

200837040A

厚生労働科学研究費補助金

厚生労働科学特別研究事業

食品の安心安全確保推進研究事業

検査機関の信頼性確保に関する研究

平成 20 年度 総括・分担研究報告書

主任研究者 山 田 和 彦

平成 21 年 (2009 年) 3 月

目 次

I. 総括研究報告

検査機関の信頼性確保に関する研究-----	1
山田和彦	

II. 分担研究報告

1. 乳児用調製粉乳および難消化性デキストリンなどの分析精度管理 に関する研究-----	4
永田純一	
(別表) 食品表示基準における栄養成分の分析法に対する指摘事項-14	
2. カテキンを中心とした天然成分に関する分析精度管理 に関する研究-----	72
梅垣敬三	
3. 大豆イソフラボンを中心とした分析精度管理に関する研究-----	81
石見佳子	

III. 研究成果の刊行に関する一覧表-----	94
--------------------------	----

IV. 研究成果の刊行物・別刷-----	95
----------------------	----

厚生労働科学研究費補助金(食品の安心安全確保推進研究事業)
総括研究報告書

検査機関の信頼性確保に関する研究

研究代表者 山田 和彦

独立行政法人国立健康・栄養研究所

食品保健機能プログラムリーダー

本研究は、分析精度を含めた分析法の妥当性と各試験機関における試験結果の信頼性の確保を行うため、利用頻度が高い機能性食品素材を用いた食品あるいは様々な成分からなる食品に焦点を当て検討を行った。本年度は、試験機関間における分析値のバラツキあるいは分析精度を確認するため、乳児用調製粉乳を用いた試験を行った。さらに、特定保健用食品の関与成分である大豆イソフラボンアグリコンおよび茶カテキンの分析法に関する検討を行い、様々な食品成分による影響を排除し、分析精度の向上が期待できる分析法の確立を試みた。その結果、乳児用調製粉乳を用いた分析値は、全ての測定項目で許可要件の範囲で分布した。成分含量が多い分析項目は、小さなバラツキの範囲で値を得ることが可能であったが、微量成分でバラツキを認めた。測定する検体数に依存して分析精度の向上が図られることが示唆された。茶カテキンの分析は、特異的な検出法として EC 検出-HPLC 法の採用を試み、その方法を従来の2つの UV 検出-HPLC 法と比較した。また、茶カテキンが油脂や乳製品に添加されたときの分析に関する基礎的な検討を行った。その結果、EC 検出-HPLC 法は UV 検出-HPLC 法よりも特異的かつ高感度に茶カテキンの個別成分を分析することができ、固相抽出を組み合わせることで油脂や乳製品の分析にも適用できる簡便な方法であることが明らかになった。また、大豆イソフラボンに関して、液状、粉末状及び固体状の「健康食品」中の大豆イソフラボンの定量分析を行い、抽出法に関する検討を行った。その結果、液状及び粉末状食品については、抽出効率も比較的良好で、CV 値も低かったが、固体状食品のうち、軟カプセル型の食品では抽出効率が悪く、CV 値も高値であった。これらの結果を踏まえ、軟カプセル型の食品に関しては抽出方法の検討を行った。また、アグリコン当量を求める簡便な計算式を提案した。

分担研究者

独立行政法人国立健康・栄養研究所
食品保健機能プログラム 永田純一
情報センター 梅垣敬三
栄養疫学プログラム 石見佳子

A. 研究目的

天然物由来成分や新規食品成分を含む新開発食品が開発されているが、これら製品の分析法の妥当性ならびに精度管理に至るまでの検討はほとんど実施されていない。製品に含ま

れる成分の表示値の妥当性の確保は、製品の有効性や安全性を保証する上で極めて重要であり、分析法と精度管理に関する取り組みは行政上早急に対応すべき課題である。

また健康増進法の改正に伴い、特別用途食品の許可時の試験が登録試験機関でも可能となり、各試験機関で実施する試験結果の精度管理は、安定した値を要求される許可試験では重要な問題である。試験機関間に生じる、多施設で試験を行う場合試験結果のバラツキは必然的な問題であり、結果の信頼性に大きく影響を及ぼす。

本研究は、異なる複数の施設間において、分析精度を含めた分析法の妥当性と各試験機関における試験結果の信頼性の確保を行うため、利用頻度が高く、様々な食品形態の食品を用い分析値のバラツキ、分析法、精度管理などに関する検討を行い、どの施設でも精度の高い結果を得るための管理法を探る試験研究である。

本年度は、①特別用途食品であり栄養成分が豊富な乳児用調製粉乳の分析精度管理に関する検討(山田、永田班)と特定保健用食品の関与成分である②茶カテキン(梅垣班)及び③大豆イソフラボン(石見班)の分析法に関する検討を行う。

本事業を通して、適正な分析を実施するための必須条件や問題点が明確にされ、各登録試験機関で行われる分析精度の標準化を図る指標となると共に登録試験機関間における精度管理のための基準策定を目指す。

B. 研究方法

(山田、永田班)乳児用調製粉乳を用いた精度管理実験では、特別用途食品の許可試験において必須分析項目の栄養成分である脂肪、

リノール酸、 α リノレン酸、ナトリウム、塩素、ビタミン B12 およびビタミン D の分析を行った。分析法は、食品表示基準における栄養成分の分析方法(衛新第 13 号、平成 11 年 4 月 26 日通知)に従った方法を基本とし、各試験機関が実際に実施している分析法を用いた。試験結果は、平均値、表示値に対する割合、標準偏差、標準誤差および相対標準偏差(変動係数:CV)で表し、施設間における分散と表示規格範囲との適合性を合わせて確認した。

(梅垣班)茶カテキンの分析法に関する試験は、市販の緑茶飲料 2 種類、牛乳、清涼飲料水(抹茶ミルク)を試験試料とし分析を実施した。移動相が異なる 2 つの UV 法と EC 法を用いて分析を行い、結果を比較検討した。

脂質を含む食品に添加されたカテキン類の定量方法の検討は、酸または有機溶媒の添加、加熱などの操作を行い、牛乳中に含まれる茶カテキンの遊離および除タンパク、さらに固相抽出などにより HPLC 測定用の試料を調製した。

(石見班)大豆イソフラボンを含む「健康食品」のうち、液状食品(7 品目)、粉末状食品(9 品目)、固体状食品(5 品目)を小売店より購入し、厚生労働省が通知した「大豆イソフラボンを含む特定保健用食品等の取扱いに関する指針(食安発第 0823001 号)」の方法に基づき、高速液体クロマトグラフィー法(HPLC 法)により定量した。

液状食品、固体状及びペースト状食品、カプセル状食品は、食品形態に適した前処理による適正な分析を試みた。

C. 研究結果

乳児用調製粉乳の分析は、全ての分析項目および施設で許可要件を満たす結果であったが、施設間で脂肪、 α リノレン酸、塩素、ビタミン

NDの測定値のバラツキが確認された。CV値は、ビタミンDで1試験機関が他と比べ大きなバラツキを示し、ビタミンB12は全ての試験機関で大きなバラツキを示した。微量成分でバラツキを認めた。また分析法の不備が指摘され、改正点などが挙げられた。

茶カテキンの分析では、EC検出-HPLC法はUV検出-HPLC法よりも特異的かつ高感度に茶カテキンの個別成分を分析することができ、固相抽出を組み合わせることで油脂や乳製品の分析にも適用できる簡便な方法であることが明らかになった。

大豆イソフラボン分析に関して、液状及び粉末状食品については、抽出効率も比較的良好で、CV値も低かったが、固体状食品のうち、軟カプセル型の食品では抽出効率が悪く、CV値も高値であった。これらの結果を踏まえ、軟カプセル型の食品に関しては抽出方法の検討を行った。また、アグリコン当量を求めるためモル濃度換算による計算式を提案した。

D. 考察

乳児用調製粉乳を用いた試験において、測定項目は全て許可要件の範囲に分布した。脂質、リノール酸、 α リノレン酸、ナトリウム、塩素は小さなばらつきであったが、ビタミンDは普通のバラツキ、ビタミンB12は大きなバラツキを示す施設があった。分析精度は分析回数に依存して分散が収束した。成分含量が多い分析項目は、比較的小さなバラツキの範囲で値を得ることが可能であった。微量成分分析でバラツキが大きくなるため精度管理のための改善が必要と考えられた。本研究を遂行に際して多くの分析法に関する問題点が指摘され今後の検討が必要と思われた。

茶カテキンの分析法は、EC検出-HPLC法

は従来のUV検出-HPLC法に比べて特異性が高く、高感度であり、茶カテキンの個別成分の分析に適していることが明らかになった。試料の調製もアセトニトリル処理は酸処理と比較して良好な結果が得られることが示された。油脂や乳製品を分析する場合も、固相抽出によるEC検出-HPLC分析が適することが明らかになった。本研究のEC検出-HPLC法は、簡便かつ高精度であり、特定保健用食品を含めた多様な食品に添加された茶カテキンの分析に適しており、精度が高い分析の可能性が示唆された。

大豆イソフラボン分析は、液状(豆乳等)、粉末(乾燥スープ等)および固体(大豆抽出物を含む、錠剤型、カプセル型及び軟カプセル型)食品といった食品形態に対応した前処理が必要であり分析結果に影響することが明らかになった。適正な分析法の確立とモル濃度換算による簡便な算出式により一層正確な分析値の提供が可能となる。

E. 結論

栄養成分を多く含む乳児用調製粉乳の分析は、微量成分分析でのバラツキの改善と施設間における分布の収束を行うために方法の見直しで対応可能か今後の検討課題である。

茶カテキンおよび大豆イソフラボン分析は、適正な分析法の提示が可能となり、施設間バリデーションを確立するための試験実施の方向性が示された。

F. 健康危険情報

特になし。

G. 知的財産権の出願・登録状況

特になし。

厚生労働科学研究費補助金(食品の安心安全確保推進研究事業)
分担研究報告書

検査機関の信頼性確保に関する研究

乳児用調製粉乳を用いた分析精度管理の試み

分担研究者 永田 純一

独立行政法人国立健康・栄養研究所 食品分析プロジェクトリーダー

協力研究試験機関

(財)日本食品分析センター・(財)日本冷凍食品検査協会

(財)日本食品環境検査協会・大阪市立環境科学研究所

本研究は、各試験機関間における分析精度に影響を及ぼす因子の検証を行うため、多くの栄養成分を含む乳児用調製粉乳を用いて許可試験と同様の検査を行い、許可基準範囲における分析値の分散の程度および変動因子の推定を試みた。今回分析を行った測定項目全て許可要件の範囲に分布した。その中でも脂質、リノール酸、 α リノレン酸、ナトリウム、塩素は小さなばらつきであったが、ビタミンDは普通のバラツキ、ビタミンB12は大きなバラツキを示す施設があった。新たな成分規格が設けられた α リノレン酸値は、小さなバラツキであったが全ての機関で表示値を下回った。分析精度は分析回数に依存して分散が収束した。本年度の研究結果より、成分含量が比較的多い分析項目は、比較的小さなバラツキの範囲で値を得ることが可能であった。これらは分析を行う検体数に依存して分析精度の向上が図られ精度管理が可能であることを示唆した。その一方で、新規の規格成分である α リノレン酸は、表示値の妥当性を確保する検討が必要と考えられた。さらに、本研究を遂行するに当たって多くの方法論において問題点が指摘された。信頼性をより一層担保する分析法として改正点を報告する。

協力研究員

独立行政法人国立健康・栄養研究所

竹林 純、佐賀加奈子、中村 礼、小林 香

A. 研究目的

天然物由来成分や新規食品成分を含む食品が開発されているが、そのような製品は今後益々増加することが予想される。特に、特定保健用食品の関与成分については、その分析法の妥当性ならびに精度管理に至る検討がほと

んど実施されていない。製品に含まれる成分表示値の妥当性確保は、製品の有効性や安全性を保証する上で極めて重要であり、分析法妥当性の確認と分析値精度管理に関する取り組みは行政上早急に対応すべき課題である。

健康増進法の改正に伴い、特別用途食品の許可時の試験が登録試験機関でも可能となり、各試験機関で実施する試験結果の精度管理は、安定した値を要求される許可試験では重要な問題である。また、試験機関間に生じる試

験結果のばらつきは、多施設で行う場合必然的に生じる問題であり、結果の信頼性に大きく影響を及ぼす可能性は否定できない。

そこで本研究では、分析精度に影響を及ぼす分析法の妥当性と各試験機関における試験結果の信頼性の確保を行うため、消費者の利用頻度が高い機能性食品素材や厚生労働省が管轄する特別用途食品を用い、分析値のばらつき、分析法、精度管理などについての検討を行う。これらの研究により、特別用途食品の適切な分析法ならびに分析精度管理の問題点や各試験機関における影響因子などを明らかにすることで、特別用途食品分析の適正な精度管理の方向性を示す。

具体的には、特別用途食品として広く利用されているものや様々な食品形態がある食品、あるいは多くの栄養成分を含み規格が定められている食品などについて分析法や使用機器など分析値に影響を及ぼす変動因子の関与など様々な角度から3年程度を目途に分析精度に及ぼす影響を検討し、多施設間における適正な精度管理法を確立する。本年度は、乳児用調製粉乳を用いて、許可試験と同様の検査を行い、検査結果のバラツキ等の検証を行った。これらは許可試験の分析精度を確認する上で重要な事項であり、本年度の結果を踏まえて具体的な精度管理を行う栄養成分の選定と具体的な精度管理の試みを2年目以降実施する予定である。

長期的には、登録試験機関との協力関係を構築し、各施設相互における分析精度管理を継続的に行うことで信頼性に優れた分析手法と精度管理システムの構築を目指す。

B. 研究方法

表-1 に示した栄養成分組成の乳児用調製粉乳を乳業メーカーに依頼し製造した。異なる

ロットの調製粉乳を3つ作成し、各登録試験機関へ3缶/ロット、計9缶を配布した。

特別用途食品の許可試験において必須分析項目の栄養成分である脂肪、リノール酸、 α リノレン酸、ナトリウム、塩素、ビタミン B12 およびビタミン D を選び各試験機関で分析を行った。脂肪、リノール酸、 α リノレン酸およびビタミン D の選択理由は、脂溶性成分は抽出過程が結果に影響しバラツキの幅が大きくなることが予測されるため、 α リノレン酸は平成 21 年 4 月 1 日付けで改訂される特別用途食品の新たに規格化された成分であるため、またビタミン B12 は微量を微生物でアッセイする特殊な分析系であるため測定項目として選考した。

分析法は、食品表示基準における栄養成分の分析方法(衛新第 13 号、平成 11 年 4 月 26 日通知)に従った方法を基本とし、各試験機関が実際に実施している分析法を用いることにした。試料の取扱いに関して、通常の試験と同等の扱いを行うこととした。適正な分析が行われなかった場合、あるいは現行の食品表示基準における栄養成分の分析方法で不具合が合った場合は、分析精度を高めるためにどのような対応をしたか変更点等を報告することとした。

本年度は、事業の初年度でもあるため従来各事業所で行っている通常の許可試験分析を行い、その結果を踏まえ分析精度に影響を及ぼす変動因子の推定を行うこととした。

実験結果は、平均値、表示値に対する割合、標準偏差、標準誤差および相対標準偏差(変動係数:CV)で表し、施設間における分散と表示規格範囲との適合性を合わせて確認した。

C. 研究結果

脂質は、表示値 25.9g/100g に対して 20.7 ~ 31.1g/100g の範囲で許可要件に足りる。今回の分析結果では全ての施設で許可要件を

満たす結果であった。しかし、施設間で表示値に対して85～101%の測定幅を観察した。変動係数は全ての施設で5%以下を示し、小さいバラツキであった。ほとんどの施設の実測値は、表示値を下回っていた(表-2)。

リノール酸は、許可基準値以上の量を含まなければならない。今回、全ての施設で表示値を超える値であった。実測値は、表示値の105～110%の範囲でいずれのCV値も5%前後以下であり小さいバラツキを示した。一方、各試験機関の α リノレン酸値は、表示値より低い値を示した。表示値に対して84～97%で分布し試験機関間のバラツキが見られた。各試験機関におけるCV値は5%前後以下であり小さいバラツキであった(表-3)。

ミネラルの塩素およびナトリウムに関して、いずれの試験機関においても分析値は許可範囲内に分布した。表示値に対してナトリウムは90～92%と非常に収束した値を示し、CV値も全て5%以下となりバラツキが小さい分析結果となった。一方、塩素は、82～101%と許可範囲内ではあるが試験機関間で異なる分布を示した。CV値も5%以下の小さいバラツキから8%の普通のバラツキまでややバラツキがある分析結果を示した(表-4)。

ビタミンDの分析値は、1試験機関で適正な分析が行われなかったが、他の4施設の分析値は許可範囲(表示値の-20%～+50%)で分布した。分布の範囲は109～128%とやや広い分布を示し、CV値は、4施設の中で1試験機関が12.4%と他の3機関の5%以下のバラツキと比較して大きな値を示した(表-5)。

ビタミンB12は4点のサンプリングポイントから任意に選択し、測定を行った。その結果、食品表示基準における栄養成分の分析方法に示されている最も低い濃度(0.5ml)では、4試験機関で測定を行い、非常に大きなバラツキと測

定値の分布を観察した。1.0mlの濃度では測定値の分布は0.5mlと比較して小さくなったが、バラツキが大きな試験機関が2カ所あった。1.5mlは2試験機関で測定を行い、分析値は近似したが、いずれも大きいバラツキを示した。2.0ml濃度では、4試験機関で測定を行い、3機関で分析値の収束を示し、いずれの測定濃度よりも小さなバラツキであった(表-6)。

分析法に関する指摘事項と改訂が必要と考えられる点を別表にまとめた。今後これらの改訂点の妥当などを検証する必要があるかもしれない(別表-1)。

D. 考察

本年度は、各試験機関で行っている実際の許可試験方法で特別用途食品の分析を行い、各試験機関における分析値のバラツキあるいは試験機関間のデータ分布について検証を行った。これらの分析値を基に分析項目別における分析値の分布傾向、精度管理を行うための因子のスクリーニングを試みた。さらに食品表示基準における栄養成分の分析方法における問題点を挙げた。分析法は、分析結果に影響を及ぼす大きな因子の一つと考えられるため、分析実施に影響する因子と考えられる改善点をまとめた。

分析値に影響する因子として、分析法、分析機器の管理状態および取扱い、試験実施者の経験年数、試薬および検体の管理状態と保管条件並びに取扱いなど様々な要因が考えられる。

多施設間における分析精度管理は、これらの因子が個別に管理されているため統一的な管理を行うことは実質的に困難と考えられる。

本年度は、特別用途食品許可試験と同様の取扱いで調製粉乳の試験を実施し、分析精度管理を行うために必要な条件を探った。すなわ

ち、実際の法定業務における許可要件を判断基準としたときの試験機関間における分析値の分布および各試験機関における分析値のバラツキを確認し、変動因子のスクリーニングを行った。変動因子のうち、分析方法は基本的に食品表示基準における栄養成分の分析方法に準じた。また、機器、器具、試薬および試験試料の管理、取扱いは健康増進法あるいは食品衛生法で規定される食品検査施設の業務管理および各試験機関が定めた標準作業書に準じた。これらは、一定の規格基準で機器、器具、試薬および試験試料が管理されていることを意味する。従ってこの場合、変動因子として試験実施者が最も大きな因子になるかもしれない。

今回の結果から、試験機関によって試験担当者が固定される場合とローテーションで異なる試験者が実施する場合があります、影響の程度を推定することが難しい。

むしろ今回の試験結果からは、検査試料に含まれる分量が測定値のバラツキに影響を及ぼす可能性と測定回数がによって標準偏差が影響を受け、回数が多くなることで標準偏差が収束しバラツキを抑える要因になっていることが示唆された。ビタミン D やビタミン B12 は分量として僅かであり、誤差範囲が大きくなることが考えられる。特に、検出限界に近いビタミン B12 は、2 あるいは 3 点の測定ポイントでいずれも普通からやや大きな CV 値を示した。その他の成分は、いずれの試験機関においてもバラツキの小さい分析値であった。

試験機関間の分布は、許可要件範囲ではあったが、施設間に分布の偏りがみられるため、分析法の検証等の環境因子による影響に関して今後詳細に検討する予定である。また今後、測定回数を指定し標準規格品を用いた試験を通した精度管理の試みを行う予定である。

E. 結論

本年度は、乳児用調製粉乳を用いて許可試験と同様の検査を行い、許可基準範囲における分析値の分散の程度および変動因子の推定を試みた。測定項目は全て許可要件の範囲に分布した。個別には、脂質、リノール酸、 α リノレン酸、ナトリウム、塩素は小さなばらつきであったが、ビタミン D は普通のバラツキ、ビタミン B12 は大きなバラツキを示す施設があった。分析精度は分析回数に依存して分散が収束したが、本年度の結果より、成分含量が多い分析項目は、比較的小さなバラツキの範囲で値を得ることが可能であった。これらは分析を行う検体数に依存して分析精度の向上が図られ精度管理が可能であることを示唆した。その一方で、新規の規格成分である α リノレン酸は、表示値の妥当性を確保する検討が必要と考えられた。さらに、本研究を遂行するに当たって多くの分析法に関する問題点が指摘された。信頼性をより一層担保する分析法として改正点を報告した。

F. 健康危険情報

特になし。

G. 知的財産権の出願・登録状況

特になし。

表-2 脂質分析値

	事業所	A	B	C	D	E
脂質 表示値 25.9g (栄養成分 /100gあたり)	n数	18	11	36	3	18
	Ave.	25.64	26.1	24.0	24.3	22.0
	(%)	99.0	100.8	92.6	93.9	84.9
	SD	0.11	0.22	0.29	0.65	0.38
	CV	0.44	0.84	1.20	2.67	1.71

表-3 リノール酸・ α リノレン酸分析値

	事業所	A	B	C	D	E
リノール酸 表示値 3.6g (栄養成分 /100gあたり)	n数	18	6	27	3	9
	Ave.	3.863	4.0	4.06	3.8	3.79
	(%)	107.3	110.0	112.7	104.6	105.2
	SD	0.09	0.12	0.10	0.25	0.11
	CV	2.32	2.92	2.58	6.52	2.84
α リノレン酸 表示値 0.43g (栄養成分 /100gあたり)	n数	18	6	27	3	9
	Ave.	0.401	0.4	0.392	0.36	0.42
	(%)	93.4	83.7	91.2	83.7	96.9
	SD	0.01	0.01	0.01	0.02	0.01
	CV	1.97	2.13	2.30	6.67	2.68

表-4 ミネラル分析値

	事業所	A	B	C	D	E
塩素 表示値 310mg (栄養成分 /100gあたり)	n数	36	6	36	3	9
	Ave.	294	269	285	312	254
	(%)	95.0	86.9	91.8	100.8	82.0
	SD	4.38	7.07	23.60	15.93	9.56
	CV	1.49	2.63	8.29	5.10	3.76
ナトリウム 表示値 140mg (栄養成分 /100gあたり)	n数	18	6	36	3	8
	Ave.	127	125	127	129	128
	(%)	90.4	89.1	90.5	92.1	91.3
	SD	2.55	3.48	4.78	5.42	3.74
	CV	2.01	2.79	3.77	4.21	2.93

表-5 ビタミンB12分析値

	事業所	A	B	C	D	E
ビタミンB12 表示値 2 μ g (栄養成分/100g あたり)	サンプリング量	25%溶液を2mlサンプリング				
	n数	18	9	72	-	9
	Ave.	2.83	2.14	1.534	-	1.9
	(%)	141.3	107.2	76.7	-	97.1
	SD	0.28	0.25	0.82	-	0.09
	CV	9.93	11.70	53.74	-	4.41
	サンプリング量	50%溶液を2mlサンプリング				
	n数	18	9	72	3	9
	Ave.	2.45	2.29	1.961	2.6	2.2
	(%)	122.3	114.7	98.1	131.3	111.9
	SD	0.35	0.18	0.56	0.70	0.20
	CV	14.25	7.74	28.36	26.68	9.03
	サンプリング量	75%溶液を2mlサンプリング				
	n数	-	-	72	3	-
	Ave.	-	-	2.200	2.4	-
	(%)	-	-	110.0	118.8	-
	SD	-	-	0.36	0.56	-
	CV	-	-	16.55	23.47	-
	サンプリング量	100%溶液を2mlサンプリング				
	n数	13	9	72	-	9
Ave.	2.09	2.34	2.251	-	2.8	
(%)	104.5	117.1	112.6	-	139.9	
SD	0.30	0.17	0.25	-	0.30	
CV	14.30	7.33	11.05	-	10.58	

表-6 ビタミンD分析値

	事業所	A	B	C	D	E
	n数	27	8	35	3	7
	Ave.	7.504	7.56	8.29	7.10	14.78
	(%)	115.4	116.3	127.6	109.3	227.3
	SD	0.28	0.33	0.39	0.88	1.13
	CV	3.73	4.34	4.67	12.40	7.67
ビタミンD 表示値 6.5 μ g (栄養成分 /100gあたり)						

(別表) 栄養表示基準変更まとめ

たんぱく、脂質、炭水化物

項目名	項番	訂正前	訂正後	理由	備考
たんぱく質	1, (1), ①機器	200ml容ケルダール分解フラスコ	ケルダール分解フラスコ：試料採取量に応じて適切な容量の物を選ぶ。	処理上の安全性を考慮した。	
たんぱく質	1 注2)	これらの成分を別途に測定し、	これらの成分を別途に測定(タンニン、カフェイン、テオブロミン各定量法)し、	各成分の分析法引用の明記	
炭水化物	5	炭水化物は当該食品の重量から、たんぱく質、脂質、灰分及び水分量を除いて算出する。	炭水化物は当該食品の重量から、たんぱく質、脂質、灰分及び水分量を除いて算出する。また、アルコール分、酢酸、タンニン、カフェイン又はテオブロミンを含む食品ではこれらも考慮する(6 糖質 注4) 参照)	アルコール分、カフェイン等を含む食品群は比較的多く、考慮する成分の取り扱いを明確に記載することが望ましいため。	
糖質	6	糖質は、当該食品の重量から、たんぱく質 注1)、脂質、食物繊維 注2)、灰分 注3)及び水分量を除いて算出する。	糖質は、当該食品の重量から、たんぱく質 注1)、脂質、食物繊維 注2)、灰分 注3)及び水分量を除いて算出する。また、アルコール分、酢酸、タンニン、カフェイン又はテオブロミンを含む食品ではこれらも考慮する 注4)。	アルコール分、カフェイン等を含む食品群は比較的多く、考慮する成分の取り扱いを明確に記載することが望ましいため。	
糖質	6 注4)	これらの成分を別途に測定し、	これらの成分を別途に測定(タンニン、カフェイン、テオブロミン各定量法)し、	各成分の分析法引用の明記	

項目名	項番	訂正前	訂正後	理由	備考
亜鉛	9. (1)①試薬	なし	・塩酸(1+1)：塩酸を水で希釈して用いる ^{注1)} 。	本文中で使用されているが記載なし	
亜鉛	9. (1)①試薬	なし	注1) 試薬からの汚染がある場合は、予め妥当性を確認した後、高純度の20%塩酸を使用してもよい。	原子吸光分析用塩酸の場合に汚染が認められる場合があるため。	
亜鉛	9. (1)①試薬	なし	・1%塩酸：塩酸を水で希釈して用いる。	本文中で使用されているが記載なし	
亜鉛	9. (1)②試験溶液の調製	試料1~10g 注追記	注2) 対象元素の濃度が高い場合または他元素の妨害がある場合は、予め妥当性を確認した後、試料採取量を減じて0.1g以上とする。	妨害物質の量を減じるため	
亜鉛	9. (1)②試験溶液の調製	塩酸(1+1) 3ml 注追記	注3) 炭酸塩が残留する場合は発泡するが、発泡が終了するまで加えた後、3~5ml過剰に加える。	炭酸塩に塩酸を加えると反応し、塩酸濃度が下がるため塩酸濃度を過剰に入れ金属を可溶化する	
亜鉛	9. (1)②試験溶液の調製	水浴上	100℃以下 ^{注4)}	塩酸を揮散させる目的のため、器具を限定せず温度の指定にした。	
亜鉛	9. (1)②試験溶液の調製	なし	注4) 水浴上や熱板を使用することができる。	汎用的な器具を列記	
亜鉛	9. (1)②試験溶液の調製	ろ紙 ^{注1)}	ろ紙 ^{注5)}	注番号の整合	
亜鉛	9. (1)②試験溶液の調製	試験溶液とする。注追記	注6) 定容後の試料溶液の塩酸濃度が1%になるようにする。	標準溶液と試験溶液の酸濃度をあわせるため	
亜鉛	9. (1)④原子吸光測定条件	測定波長：213.8nm 注追記	注7) 分光干渉や妨害物質の影響が疑われる場合は、予め妥当性を確認した後、別の吸光波長で測定して確認し、適切な波長を選択する。	試料によって該当波長で妨害物質の吸光がある場合があるため	
亜鉛	9. (3)②試薬	検量線作成用の0.5, 5.0ppmの濃度の標準溶液を調製する 注追記	注1) 予め妥当性を確認した後、装置の性能や測光方法により検量線の直線性が確認できる範囲で変更してもよい。	装置や測定方式により感度が異なり、検量線の直線性範囲が変わるため	

亜鉛	9. (3)③試験溶液の調製	標準溶液の元素組成を試験溶液と近似させる必要がある注 追記	注2) 予め妥当性を確認した後、測定用試験溶液に内部標準元素を添加して内部標準法により補正することもある。	誘導結合プラズマ発光光度法では内部標準法も汎用的なため	
亜鉛	9. (3)④測定	213.856nm 注追記	注3) 分光干渉や妨害物質の影響が疑われる場合は、予め妥当性を確認した後、別の発光波長で測定して確認し、適切な波長を選択する。	試料によって該当波長で妨害物質の発光がある場合があるため	
カリウム	10. (1)②試験溶液の調製	試料1～10g 注追記	注2) 対象元素の濃度が高い場合または他元素の妨害がある場合は、予め妥当性を確認した後、試料採取量を減じて0.1g以上とする。	妨害物質の量を減じるため	全元素同 様
カリウム	10. (1)②試験溶液の調製	10%塩酸5mlを加え 注追記	注3) 炭酸塩が残留する場合は発泡するが、発泡が終了するまで加えた後、3～5 ml過剰に加える。	炭酸塩に塩酸を加えると反応し、塩酸濃度が下がるとため塩酸濃度を過剰に入れ金属を可溶化する	
カリウム	10. (1)②試験溶液の調製	水浴上	100℃以下 ^{注4)}	塩酸を揮散させる目的のため、器具を限定せず温度の指定にした。	
カリウム	10. (1)②試験溶液の調製	なし	注4) 水浴上や熱板を使用することができる。	汎用的な器具を列記	
カリウム	10. (1)②試験溶液の調製	更に、10%塩酸5mlを加え 注追記	注5) ミネラル分を可溶化する目的のため、高濃度の酸を使用して10%塩酸相当量として3～5 mlになればよい。	酸濃度が同一ならばミネラルを可溶化できるため	
カリウム	10. (1)②試験溶液の調製	ろ紙 ^{注2)}	ろ紙 ^{注6)}	注番号の整合	
カリウム	10. (1)④測定	測定波長: 766.5nm 注追記	注7) 分光干渉や妨害物質の影響が疑われる場合は、予め妥当性を確認した後、別の吸光波長で測定して確認し、適切な波長を選択する。	試料によって該当波長で妨害物質の吸光がある場合があるため	
カリウム	10. (2)②試験溶液の調製	ろ過 ^{注2)}	ろ過 ^{注1)}	注番号の振り当てを他の項目にあわせて試験法ごととし、注番号と整合	
カリウム	10. (2)②試験溶液の調製	なし	注1) JIS 5種A又は同等品のろ紙を用いる。	注番号の振り当てを他の項目にあわせて試験法ごととし、注番号と整合	
カリウム	10. (3)②試験	検量線作成用の50, 500ppmの濃度の標準溶液を調製する 注追記	注1) 予め妥当性を確認した後、装置の性能や測光方法により検量線の直線性が確認できる範囲で変更してもよい。	装置や測定方式により感度が異なり、検量線の直線性範囲が変わるため	

カリウム	10. (3)③試験溶液の調製	希釈するか標準溶液の元素組成を試験溶液と近似させる必要がある 注追記	注2) 予め妥当性を確認した後、測定用試験溶液に内部標準元素を添加して内部標準法により補正することもできる。	誘導結合プラズマ発光光度法では内部標準法も汎用的なため
カリウム	10. (3)④測定	測定波長は766.491nmを用いる 注追記	注3) 分光干渉や妨害物質の影響が疑われる場合は、予め妥当性を確認した後、別の発光波長で測定して確認し、適切な波長を選択する。	試料によって該当波長で妨害物質の発光がある場合があるため
カルシウム	11. (1)①試薬	なし	・塩酸(1+1)：塩酸を水で希釈して用いる ^{注1)} 。	本文中で使用されているが記載なし
カルシウム	11. (1)①試薬	なし	注1) 試薬からの汚染がある場合は、予め妥当性を確認した後、高純度の20%塩酸を使用してもよい	
カルシウム	11. (1)②試験溶液の調製	試料1～10g 注追記	注2) 対象元素の濃度が高い場合または他元素の妨害がある場合は、予め妥当性を確認した後、試料採取量を減じて0.1g以上とする。	妨害物質の量を減じるため
カルシウム	11. (1)②試験溶液の調製	塩酸(1+1) 3ml 注追記	注3) 炭酸塩が残留する場合は発泡するが、発泡が終了するまで加えた後、3～5 ml過剰に加える。	炭酸塩に塩酸を加えると反応し、塩酸濃度が下がるとため塩酸濃度を過剰に入れ金属を可溶化する
カルシウム	11. (1)②試験溶液の調製	水浴上	100°C以下 ^{注4)}	塩酸を揮散させる目的のため、器具を限定せず温度の指定にした。
カルシウム	11. (1)②試験溶液の調製	なし	注4) 水浴上や熱板を使用することができる。	汎用的な器具を列記
カルシウム	11. (1)②試験溶液の調製	ろ紙 注追加	注5) JIS 5種A又は同等品のろ紙を用いる。	他項目に整合
カルシウム	11. (1)②試験溶液の調製	試験溶液とする。注追記	注6) 定容後の試料溶液の塩酸濃度が1%になるようにする。	標準溶液と試験溶液の酸濃度をあわせるため
カルシウム	11. (3)②試薬	検量線作成用の1.0, 10.0ppmの濃度の標準溶液を調製する 注追加	注1) 予め妥当性を確認した後、装置の性能や測光方法により検量線の直線性が確認できる範囲で変更してもよい。	装置や測定方式により感度が異なり、検量線の直線性範囲が変わるため
カルシウム	11. (3)③試験溶液の調製	標準溶液の元素組成を試験溶液と近似させる必要がある 注追記	注2) 予め妥当性を確認した後、測定用試験溶液に内部標準元素を添加して内部標準法により補正することもできる。	誘導結合プラズマ発光光度法では内部標準法も汎用的なため

カルシウム	11. (3)③試験溶液の調製	393.366nmにおける発光強度を測定する 注追記	注3) 分光干渉や妨害物質の影響が疑われる場合は、予め妥当性を確認した後、別の発光波長で測定して確認し、適切な波長を選択する。	試験料によって該当波長で妨害物質の発光がある場合があるため
カルシウム	11. (3)⑤計算	P	P	他項目に整合
カルシウム	11. (3)⑤計算	p:分散率	P:分取率	他項目に整合
クロム	12. (1)①試薬	用事調製	用時調製	誤記では
クロム	12. (1)②試験溶液の調製	試料1~10g 注追記	注2) 対象元素の濃度が高い場合または他元素の妨害がある場合は、予め妥当性を確認した後、試料採取量を減じて0.1g以上とする。	妨害物質の量を減じるため
クロム	12. (1)②試験溶液の調製	ホットプレート 注2)	ホットプレート 注3)	注番号の整合
クロム	12. (1)②試験溶液の調製	塩酸(1+1) 注追記	注4) 試薬からの汚染がある場合は、予め妥当性を確認した後、高純度の20%塩酸を使用してもよい。	原子吸光分析用塩酸の場合に汚染が認められる場合があるため。
クロム	12. (1)②試験溶液の調製	塩酸(1+1)注4) 3ml 注追記	注5) 炭酸塩が残留する場合は発泡するが、発泡が終了するまで加えた後、3~5 ml過剰に加える。	炭酸塩に塩酸を加えると反応し、塩酸濃度が下がらるため塩酸濃度を過剰に入れ金属を可溶化する
クロム	12. (1)②試験溶液の調製	水浴上	100°C以下 注6)	塩酸を揮散させる目的のため、器具を限定せず温度の指定にした。
クロム	12. (1)②試験溶液の調製	なし	注6) 水浴上や熱板を使用することができる。	汎用的な器具を列記
クロム	12. (1)②試験溶液の調製	ろ紙 注3)	ろ紙 注7)	注番号の整合
クロム	12. (1)②試験溶液の調製	試験溶液とする。注追記	注8) 定容後の試験溶液の塩酸濃度が1%になるようにする。	標準溶液と試験溶液の酸濃度をあわせるため