

厚生労働科学研究費補助金（食品の安全確保推進研究事業）
平成 27 年度～ 29 年度総合分担研究報告書

国際的な動向を踏まえた乳及び乳製品の試験法の研究

研究分担者	岩崎 司	公益財団法人日本乳業技術協会 事業部
協力研究者	吉川 光英	東京都健康安全研究センター 食品化学部 食品成分研究科
	田中 孝	株式会社明治 品質科学研究所
	横田 有生	株式会社明治 品質科学研究所
	伊藤 晶子	株式会社明治 品質科学研究所
	有働 久志	森永乳業株式会社 生産本部生産部
	伊藤 和彦	森永乳業株式会社 品質保証部
	佐藤 渥子	森永乳業株式会社 品質保証部
	須藤 朋子	雪印メグミルク株式会社 品質保証部 分析センター
	佐々木 麻子	雪印メグミルク株式会社 品質保証部 分析センター
	小林 信弘	雪印メグミルク株式会社 興部工場
	盛田 彰太郎	よつ葉乳業株式会社 中央研究所
	古賀野 邦博	江崎グリコ株式会社 マーケティング本部 商品開発研究所
	坂口 光一	一般社団法人日本乳業協会 生産技術部
	菅沼 修	国際酪農連盟日本国内委員会 事務局
	大嶋 秀克	公益財団法人日本乳業技術協会 事業部
	吉田 剛	公益財団法人日本乳業技術協会 事業部
	佐々木 進	公益財団法人日本乳業技術協会 事業部
	佐川 未弥	公益財団法人日本乳業技術協会 事業部
	丸田 陽洋	公益財団法人日本乳業技術協会 事業部

研究要旨

乳及び乳製品の成分規格等に関する省令（乳等省令）に示される試験法の制定は古く、国際的なバリデーションが担保された試験法であるとは言い難い。乳等省令における試験法の問題点等を洗い出して整理するため、国内の試験実施者等を対象にアンケート調査を実施した。その結果、汎用されている分析法や分析機器による測定が可能となるような試験法の見直しを望む回答とともに国内法と国際法との不一致を指摘する意見もあり、乳等省令の試験法は、現状に即した見直しや国際的なハーモナイズが必要であることが確認された。アンケート調査の結果等を参考に選定した乳・クリーム・脱脂粉乳・

アイスクリーム類・濃縮乳・無糖練乳・加糖練乳について、米国における試験法(Official Methods of Analysis of AOAC INTERNATIONAL : OMA 法) 及び欧州連合における試験法 (ISO 法) の対応する試験法を調査整理し、これらと乳等省令の試験法との比較試験を行った。その結果、乳等省令法の精度や測定原理の違い等による測定結果の違いが確認され、試験法の改正について検討が必要な器具や操作法が明らかになった。

A. 研究目的

昭和 26 年に告示された乳等省令の別表二(七)乳等の成分規格の試験法の制定から長い年月が経ち、種々の試験法における技術革新が進んだ現在では、乳等省令に示される試験法が昨今の試験法に用いる機器や新たに開発されてきた検査技術に対応した試験法であるとは言い難い。また、質的、量的に増加する輸入食品の規格基準の適合性を確認する試験法としては、国際的なバリデーションが担保された試験法か否かについては確認されておらず、国際的な標準試験法が確立されてゆく現状では、将来的な対応能力不足に陥る危険性をはらんでいると考えられる。本研究では、乳等省令における試験法に関連する情報収集と試験法の改正が必要と考えられる試験法について検討し、最適な試験法の策定の可能性も含めて、将来的な展望を示すことを目的とする。特に、海外の乳及び乳製品に関する試験法を規定する成分規格に関する情報を収集し、乳等省令と比較することで国際的にも対応可能な試験法の確立を目指す。

B. 研究方法

(1) アンケート調査の実施

乳製品工場等において実際に試験を実施している現場の視点から乳等省令における試験法の課題等を把握するため、また

国内で汎用されている試験法との相違点を明らかにするために、日常的に乳及び乳製品の試験を実施している現場担当者や乳及び乳製品の試験法に精通している専門家を対象にアンケート調査を実施した。アンケート調査は、乳等省令別表二(七)乳等の成分規格の試験法について項目毎に自由記入形式とした。理化学分野、微生物分野両方の見地からの意見を聞くため、国際酪農連盟日本国内委員会 (Japanese National Committee of International Dairy Federation(JIDF)) の理化学分析専門部会委員 (12 名) 及び微生物・衛生専門部会委員 (16 名) に協力を依頼した。

(2) 試験法の特定

乳および乳製品の成分規格 (乳脂肪分や無脂肪固形分、酸度、添加成分等の成分規格) について、以下の国々の法令から試験法を特定した。

米国 : Code of Federal Regulations (CFR ; 連邦行政規則集)

CFR Title21 CHAPTER I
SUBCHAPTER B—FOOD FOR
HUMAN CONSUMPTION
PART 131—乳及びクリーム
PART 133—チーズ及びチーズ製品
試験法として、Official Methods of

Analysis of AOAC INTERNATIONAL (OMA 法) が記載されている。

EU : Commission Regulation (EC) No 273/2008 of 5 March 2008 laying down detailed rules for the application of Council Regulation (EC) No 1255/1999 as regards methods for the analysis and quality evaluation of milk and milk products

成分規格と試験法が示されており、試験法は ISO 法を使用している。

特定した試験法の一覧は総括研究報告書を参照されたい。

(3) 比較試験実施項目の選定

乳等省令の試験法に対応する比較試験法が特定できた項目のうち、アンケート調査において見直し等の要望が挙げられた試験法を中心に試験実施候補としてピックアップした。

乳	無脂乳固形分、乳脂肪分
クリーム	乳脂肪分
脱脂粉乳	水分
アイスクリーム類	乳脂肪分
濃縮乳	乳固形分、乳脂肪分
無糖練乳	乳固形分、乳脂肪分
加糖練乳	乳固形分、乳脂肪分

乳の無脂乳固形分はまず全固形分を測定し、そこから別に求めた乳脂肪分を差し引くことによって算出するため、全固形分を測定する試験法について比較を行った。ラクトアイス、アイスマルク、アイ

スクリームは試験法の区別がないため、アイスクリーム類としてまとめて実施することとした。濃縮乳と無糖練乳は乳等省令における試験法が同一であり、かつ、対応する海外の試験法も同一のものであると整理されたため、同じ枠の中で比較試験を実施することとした。乳等省令における加糖練乳の乳固形分は、乾燥物質のパーセント量を測定後、別に定める方法により定量したしよ糖のパーセント量を差し引くことによって求めるとされている。一方、対応する海外の比較試験法は total solids content を測定する試験法であるため、乳等省令法においては、しよ糖を差し引く前までの結果(全固形分)を比較した。比較試験は以下の 9 本となり、比較試験法一覧は表 1、フローチャートは図 1 ~ 25 に示した。

乳の全固形分	(図 1、2)
乳の乳脂肪分	(図 3 ~ 5)
クリームの乳脂肪分	(図 6 ~ 8)
脱脂粉乳の水分	(図 9 ~ 11)
アイスクリーム類の乳脂肪分	(図 12、13)
濃縮乳・無糖練乳の乳固形分	(図 14 ~ 17)
濃縮乳・無糖練乳の乳脂肪分	(図 18 ~ 20)
加糖練乳の全固形分	(図 21、22)
加糖練乳の乳脂肪分	(図 23 ~ 25)

表1 比較試験法一覧

品目	項目	乳等省令 別表二(七)	EU	米国	試験所数
			ISO/IDF	OMA 法	
乳	無脂乳固形分	(1) 乳及び乳製品 1 乳及び乳製品の無脂乳固形分の定量法		AOAC Official Method 990.20 “Solids(Total) in Milk, By Direct Forced Air Oven Drying”, <i>IDF-ISO-AOAC Method</i> , section33.2.44	4
乳	乳脂肪分	(1) 乳及び乳製品 3 乳及び乳製品の乳脂肪分及び乳たんぱく量の定量法 a 牛乳、特別牛乳、殺菌山羊乳、低脂肪牛乳、無脂肪牛乳及び加工乳の乳脂肪分の定量法	ISO 1211:2010/IDF 1:2010, Milk -Determination of fat content- Gravimetric method (Reference method)	AOAC Official Method 989.05 “Fat in Milk, Modified Mojonnier Ether Extraction Method”, <i>IDF-ISO-AOAC Method</i> ,section33.2.26	4
クリーム	乳脂肪分	(1) 乳及び乳製品 3 乳及び乳製品の乳脂肪分及び乳たんぱく量の定量法 b 濃縮乳、無糖練乳、加糖練乳、全粉乳、クリームパウダー、加糖粉乳及びクリームの乳脂肪分の定量法	ISO 2450:2008/IDF16:2008, Cream -Determination of fat content- Gravimetric method (Reference method)	AOAC Official Method 995.19 “Fat in Cream, Mojonnier Ether Extraction Method”, <i>IDF-ISO-AOAC Method</i> , section33.3.19	1

脱脂粉乳	水分	(1) 乳及び乳製品 6 乳製品の水分の定量法	ISO 5537:2004/IDF26:2004, Dried milk -Determination of moisture content (Reference method)	AOAC Official Method 927.05 “Loss on Drying (Moisture) in Dried Milk”,section 33.5.02	1
アイスクリーム類	乳脂肪分	(2) アイスクリーム類 4 乳脂肪分の定量法		AOAC Official Method 952.06 Fat in Ice Cream and Frozen Desserts, <i>IDF-ISO-AOAC Method, Codex-Adopted- AOAC Method</i> , section33.8.05	3
濃縮乳・無糖練乳	乳固形分	(1) 乳及び乳製品 2 乳製品の乳固形分の定量法 a 濃縮乳、脱脂濃縮乳、無糖練 乳、無糖脱脂練乳、加糖練乳及 び加糖脱脂練乳の乳固形分の定 量法	ISO6731:2010/IDF21:2010 Milk, cream and evaporated milk -Determination of total solids content (Reference method)	・ AOAC Official Method 990.19 Solids (Total) in Milk By Forced Air Oven Drying after Steam Table Predry, <i>IDF-ISO-AOAC Method</i> , section33.2.43 ・ AOAC Official Method 990.20 Solids (Total) in Milk By Direct Forced Air Oven Drying, <i>IDF-ISO-AOAC Method</i> , section33.2.44	4

濃縮乳・無糖練乳	乳脂肪分	<p>(1) 乳及び乳製品 3 乳及び乳製品の乳脂肪分及び乳たんぱく量の定量法 b 濃縮乳、無糖練乳、加糖練乳、全粉乳、クリームパウダー、加糖粉乳及びクリームの乳脂肪分の定量法</p>	<p>ISO 1737:2008/IDF 13:2008 Evaporated milk and sweetened condensed milk - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method)</p>	<p>AOAC Official Method 945.48 Evaporated Milk (Unsweetened), section 33.4.01</p>	5
加糖練乳	乳固形分	<p>(1) 乳及び乳製品 2 乳製品の乳固形分の定量法 a 濃縮乳、脱脂濃縮乳、無糖練乳、無糖脱脂練乳、加糖練乳及び加糖脱脂練乳の乳固形分の定量法</p>	<p>ISO 6734:2010/IDF 15:2010 Sweetened condensed milk - Determination of total solids content (Reference method)</p>	/	4
加糖練乳	乳脂肪分	<p>(1) 乳及び乳製品 3 乳及び乳製品の乳脂肪分及び乳たんぱく量の定量法 b 濃縮乳、無糖練乳、加糖練乳、全粉乳、クリームパウダー、加糖粉乳及びクリームの乳脂肪分の定量法</p>	<p>ISO 1737:2008/IDF 13:2008 Evaporated milk and sweetened condensed milk - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method)</p>	<p>AOAC Official Method 920.115 Sweetened Condensed Milk, <i>Codex-Adopted-AOAC Method</i>, section 33.4.02</p>	4

図1 乳等省令 別表二(七) (1)1 乳及び乳製品の無脂乳固形分の定量法（全固形分）フローチャート

秤量皿

|

乾燥(98 ~ 100 、乾燥器) 恒量測定 W_1

|

+ 試料採取(2.5~3g) W_2

予備加熱 (水浴上)

|

乾燥(98 ~ 100 、乾燥器) 恒量測定 W_3

$$\text{全固形分} = \frac{W_3 - W_1}{W_2 - W_1} \times 100\%$$

W1 : 秤量皿重量(g)

W2 : 秤量皿と試料重量(g)

W3 : 秤量皿と乾燥物重量(g)

図 2 AOAC Official Method 990.20 Solids (Total) in Milk By Direct Forced Air Oven Drying *IDF-ISO-AOAC Method* フローチャート

試料の準備

加温 (38 ± 1)

測定操作

秤量皿 乾燥(100 ± 1 、 2 時間以上)



放冷 重量測定 W_1



+ 試料採取(約 3g) W_2

乾燥(100 ± 1 、 4 時間)



放冷 重量測定 W_3

ブランク試験 空の秤量皿を用いて 2 連で実施 B

計算

$$\frac{(W_3 - W_1) - B}{W_2 - W_1} \times 100\%$$

W1 : 秤量皿の重量(g)

W2 : 秤量皿の重量と試料重量(g)

W3 : 秤量皿の重量と乾燥物重量(g)

B : ブランクの平均重量(g)

図3 乳等省令 別表二(七)(1)3a 牛乳、特別牛乳、殺菌山羊乳、低脂肪牛乳、無脂肪牛乳及び加工乳の乳脂肪分の定量法フローチャート

ゲルベル乳脂計

- + 硫酸 10ml
- + 試料 11ml を硫酸上に静かに層積
- + 純アミルアルコール 1ml

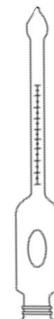
ゴム栓をして振り、溶解

約 65 °C の温湯中に 15 分間浸す

遠心分離 3~5 分間 (700rpm 以上)

約 65 °C の温湯中に浸し温度を一定にする

析出した脂肪層の度数を乳脂肪量とする



ゲルベル乳脂計

図4 ISO1211:2010/IDF1:2010 Milk - Determination of fat content -
Gravimetric method (Reference method)フローチャート

脂肪回収容器の準備

脂肪回収容器



乾燥 (102 ± 2 1時間)



放冷 (デシケーター使用不可)

重量測定 m_2 / m_4

試料の準備

加温 (38 ± 2)



冷却 (20 ± 2)

測定操作

マジョニア管

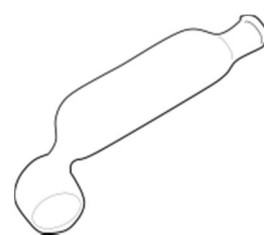


+ 試料採取 (10 ~ 11g) m_0

+ アンモニア水 2ml

+ エタノール 10ml

+ ジエチルエーテル 25ml



マジョニア管

振とう抽出



+ 石油エーテル 25ml

振とう抽出



遠心分離（80～90g、1～5分間）もしくは30分以上静置

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

+ エタノール 5ml

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（80～90g、1～5分間）もしくは30分以上静置

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（80～90g、1～5分間）もしくは30分以上静置

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

溶媒留去

乾燥 (102 ± 2 1 時間)

放冷 (デシケーター使用不可)

重量測定

乾燥 (102 ± 2 30 分間)

放冷 (デシケーター使用不可)

重量測定

重量の減少が 2.0mg 以下になるか増加
するまで乾燥を繰り返す m_1 / m_3

ブランクテストの実施

試料を水 10ml に置き換えたものを同時に実施する (m_3 , m_4)

計算

$$\frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100\%$$

m_0 : 試料採取量 (g)

m_1 : 脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m_2 : 脂肪回収容器の重量 (g)

m_3 : ブランクテストにおける脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m_4 : ブランクテストにおける脂肪回収容器の重量 (g)

図5 AOAC Official Method 989.05 Fat in milk Modified Mojonnier Ether
Extraction Method *IDF-ISO-AOAC Method* フローチャート

脂肪回収容器の準備

脂肪回収容器

乾燥 (100 ± 1 30分以上)

放冷 (デシケーター使用)

重量測定 m_2

試料の準備

加温 (38 ± 1)

測定操作

マジョニア管

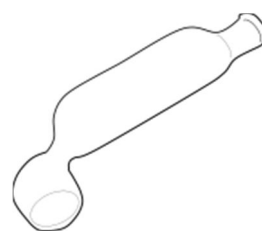
- + 試料採取 (約 10g) m_0
- + アンモニア水 1.5ml
- + エタノール 10ml
- + ジエチルエーテル 25ml

振とう抽出

- + 石油エーテル 25ml

振とう抽出

遠心分離 (約 600rpm、30 秒以上)



マジョニア管

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

+ エタノール 5ml

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（約 600rpm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（約 600rpm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

溶媒留去

乾燥 (100 ± 1 30 分以上)

放冷 (デシケーター使用)

重量測定 m_1

ブランクテストの実施

試料を水 10ml に置き換えたものを 2 連で同時に実施する m_3

計算

$$\frac{(m_1 - m_2) - m_3}{m_0} \times 100\%$$

m_0 : 試料採取量 (g)

m_1 : 脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m_2 : 脂肪回収容器の重量 (g)

m_3 : ブランクテストにおける抽出残留物の平均重量 (g)

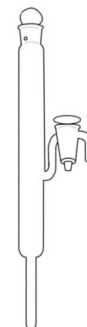
図 6 乳等省令別表二(七)(1)3b クリームの乳脂肪分の定量法フローチャート

小型ビーカー

- + 試料採取(5g) W1
- + 温水 4ml 溶解

リョーリツヒ管

- + 温水 3ml で 2 回ビーカーを洗う
- + アンモニア水 2ml でビーカーを洗う
- + エタノール 10ml でビーカーを洗う
- + エーテル 25ml



リョーリツヒ管

振とう抽出

- + 石油エーテル 25ml

振とう抽出

繰り返す

さらに 2 回

2 時間以上静置後、上澄液を恒量 W2 を求めたビーカーに入れる

溶剤を揮発

乾燥器内(100 ~ 105 1 時間)

重量測定 W3

$$\text{乳脂肪分} = \frac{W3 - W2}{W1} \times 100\%$$

図7 ISO2450:2008/IDF16:2008 Cream - Determination of fat content -
Gravimetric method (Reference method)フローチャート

脂肪回収容器の準備

脂肪回収容器

乾燥 (102 ± 2 1時間)

放冷 (デシケーター使用不可)

重量測定 m_2

試料の準備

加温 (35 ~ 40)

冷却 (約 20)

測定操作

マジョニア管

+ 試料採取 (脂肪抽出量として 0.3 ~ 0.6g となるように) m_0

+ 約 50 の温水で 10 ~ 11ml に希釈

+ アンモニア水 2ml

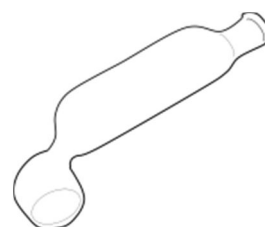
+ エタノール 10ml

+ ジエチルエーテル 25ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 25ml

振とう抽出



マジョニア管

遠心分離（80～90g、1～5分間）もしくは30分以上静置

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

+ エタノール 5ml

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（80～90g、1～5分間）もしくは30分以上静置

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

+ ジエチルエーテル 15ml

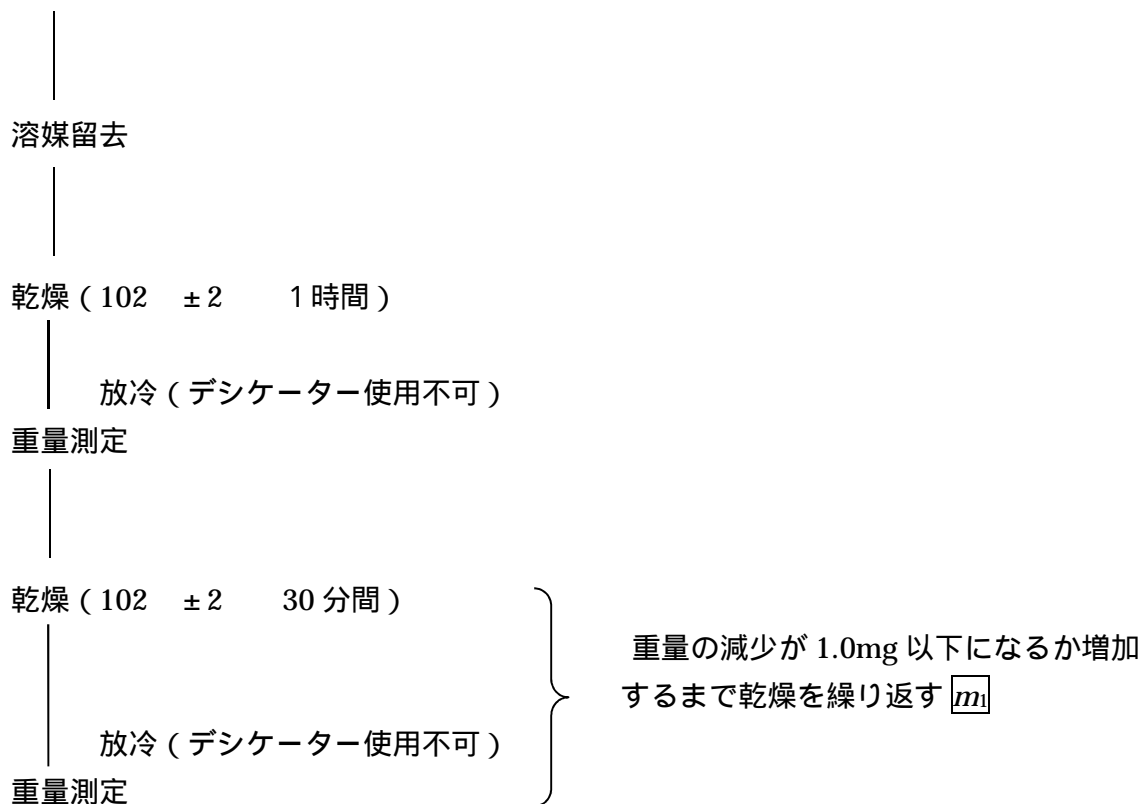
振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（80～90g、1～5分間）もしくは30分以上静置

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する



ブランクテストの実施

試料を水 10ml に置き換えたものを同時に実施する m_3 m_4

計算

$$\frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100\%$$

m_0 : 試料採取量(g)

m_1 : 脂肪回収容器と抽出物重量(g)

m_2 : 脂肪回収容器の重量(g)

m_3 : ブランクテストにおける脂肪回収容器と抽出物重量(g)

m_4 : ブランクテストにおける脂肪回収容器の重量(g)

図 8 AOAC Official Method 995.19 Fat in Cream Mojonnier Ether Extraction Method *IDF-ISO-AOAC Method* フローチャート

脂肪回収容器の準備

脂肪回収容器

乾燥 (100 ± 1 30 分以上)

放冷 (デシケーター使用)

重量測定 m_2

試料の準備

加温 (38 ± 1)

測定操作

マジョニア管

+ 試料採取 (脂肪抽出量として 0.3 ~ 0.6g となるように) m_0

+ 20 ~ 22 の水で 10ml に希釈

+ アンモニア水 1.5ml

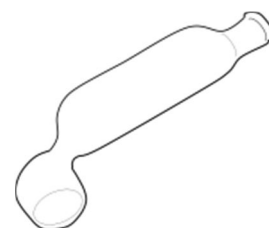
+ エタノール 10ml

+ ジエチルエーテル 25ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 25ml

振とう抽出



マジョニア管

遠心分離（約 600rpm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

+ エタノール 5ml

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（約 600rpm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（約 600rpm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

溶媒留去

乾燥 (100 ± 1 30 分以上)

放冷 (デシケーター使用)

重量測定 m_1

ブランクテストの実施

試料を水 10ml に置き換えたものを 2 連で同時に実施する m_3

計算

$$\frac{(m_1 - m_2) - m_3}{m_0} \times 100\%$$

m_0 : 試料採取量 (g)

m_1 : 脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m_2 : 脂肪回収容器の重量 (g)

m_3 : ブランクテストにおける抽出残留物の平均重量 (g)

図9 乳等省令 別表二(七)(1)6 乳製品の水分の定量法フローチャート

秤量皿



乾燥 (98 ~ 100 、乾燥器) 恒量測定 W_1



+ 試料採取(2g) W_2

乾燥 (98 ~ 100 、乾燥器) 恒量測定 W_3

$$\text{水分} = \frac{W_2 - W_3}{W_2 - W_1} \times 100\%$$

W1 : 秤量皿重量(g)

W2 : 秤量皿と試料重量(g)

W3 : 秤量皿と乾燥物重量(g)

図 10 ISO5537:2004/IDF26:2004 Dried milk - Determination of moisture content
(Reference method)

フィルターをセットしたカラム

乾燥 (87、1 時間以上、風量 33ml/min、乾燥器)

ストッパーを閉めデシケーター内で放冷 (60 ± 5 分間)

カラム重量測定 m_0

+ 試料採取 (5.0g ± 0.3g)

フィルターとストッパーを戻し重量測定 m_1

乾燥 (87、5 時間、風量 33ml/min、乾燥器)

デシケーター内で放冷 (60 分間 ± 5 分間)

カラム重量測定 m_2

$$\frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\%$$

m_0 : カラムとフィルターとストッパーの重量(g)

m_1 : 乾燥前の試料とカラムとフィルターとストッパーの重量(g)

m_2 : 乾燥後の試料とカラムとフィルターとストッパーの重量(g)

図 11 AOAC Official Method 927.05 Loss on Drying (Moisture) in Dried Milk

秤量皿

|
+ |

試料採取(1~1.5g)

乾燥 (100 ℃、5 時間、 100mmHg 乾燥器)

|

冷却

|

重量測定

重量の消失%を水分量として計算する

図 12 乳等省令 別表二(七)(2)4 乳脂肪分の定量法フローチャート

小型ビーカー

+ 試料採取(4g) W_1
+ 温水 3ml

レーリツヒ管に試料溶液を移す。

+ ビーカーを 温水 3ml で洗う
+ アンモニア水 2ml

レーリツヒ管を 60 の水溶液中で時々振り混ぜながら 20 分間加温

+ エタノール 10ml
+ エーテル 25ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 25ml

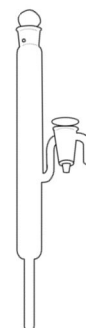
振とう抽出

2 時間以上静置後、上澄液を恒量 W_2 を求めた
ビーカーに入れる

溶剤を揮発

乾燥器内(100 ~ 105 1 時間)

重量測定 W_3



レーリツヒ管

さらに 1 回繰り返す

$$\text{乳脂肪分} = \frac{W_3 - W_2}{W_1} \times 100$$

W1 : 試料重量(g)

W2 : ビーカー重量(g)

W3 : ビーカーと抽出物重量(g)

図 13 AOAC Official Method 952.06 Fat in Ice Cream and Frozen Desserts, *IDF-ISO-AOAC Method, Codex-Adopted-AOAC-Method* フローチャート

脂肪回収容器の準備

脂肪回収容器

乾燥 (100 ±1 30 分以上)

放冷 (デシケータ使用)

重量測定 m2

測定操作

マジョニア管

- + 試料採取 4 ~ 5g m0
- + 水 (総量約 10ml になるように)
- + アンモニア水 2ml

加熱 (水浴中 60 20 分間)

冷却

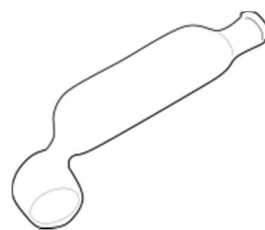
- + エタノール 10 ml
- + ジエチルエーテル 25ml

振とう抽出

- + 石油エーテル 25ml

振とう抽出

遠心分離 (約 600rpm、30 秒以上)



マジョニア管

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

+ エタノール 5ml

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（約 600rpm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（約 600rpm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

溶媒留去

乾燥（100 ±1 30 分以上）

放冷（デシケータ使用）

測定 m1

ブランクテスト

試料を水 10ml に置き換えたものを 2 連で同時に実施する m_3

計算

$$\frac{(m_1 - m_2) - m_3}{m_0} \times 100\%$$

m_0 : 試料採取量 (g)

m_1 : 脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m_2 : 脂肪回収容器の重量 (g)

m_3 : ブランクテストにおける抽出残留物の平均重量 (g)

図 14 乳等省令 別表二(七)(1)2a 濃縮乳、脱脂濃縮乳、無糖練乳、無糖脱脂練乳、加糖練乳及び加糖脱脂練乳の乳固形分の定量法フローチャート

試料の前処理

試料採取(20 g) $W1$

+ | 温水で希釈

メスフラスコ(100ml)に入れて定容し希釈試料とする

測定操作

秤量皿

|

乾燥(98 ~ 100、乾燥器) 恒量測定 $W2$

+ |

希釈試料(5ml 試料 1 g 相当量)

予備加熱 (水浴上)

|

乾燥(98 ~ 100、乾燥器) 恒量測定 $W3$

$$\text{全固形分} = \frac{W3 - W2}{5} \times 100$$

$$W1 \times \frac{\quad}{100}$$

<p>W1 : 試料重量(g) W2 : 秤量皿重量(g) W3 : 秤量皿と乾燥物重量(g)</p>

加糖練乳及び加糖脱脂練乳においてはしよ糖のパーセント量を引いたものを乳固形分のパーセント量とする。

図 15 ISO6731:2010/IDF21:2010 Milk, cream and evaporated milk -Determination of total solids content(Reference method)フローチャート

平底皿の準備

平底皿（高さ 20 ~ 25 mm、直径 50 ~ 75 mm）、蓋（容易に取り外し可能なもの）

乾燥（102 ±2 1 時間以上）

放冷（デシケータ使用 30 分以上）

重量測定 m_0

試料の準備

加温（水浴中 40 ~ 60 °C）

混合（15 分ごと 2 時間）

冷却（20 ~ 25 °C）

測定操作

平底皿

+ 試料採取（1 ~ 5g） m_1

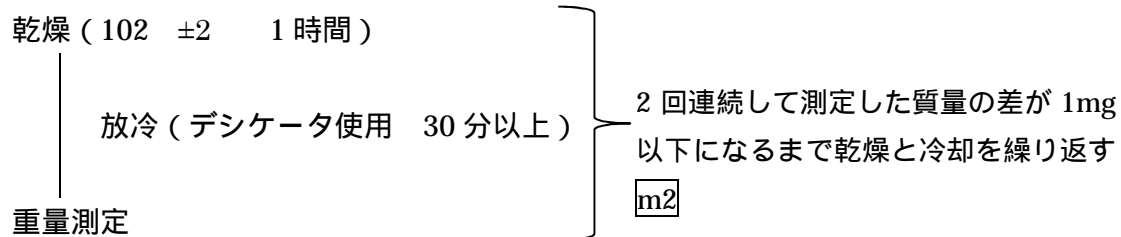
+ 水 3 ~ 5ml

加熱（沸騰水浴上 30 分間）

乾燥（102 ±2 2 時間）

放冷（デシケータ使用 30 分以上）

重量測定



計算

$$\frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \%$$

m_0 : 平底皿と蓋の重量 (g)

m_1 : 平底皿と蓋及び試料の重量 (g)

m_2 : 平底皿と蓋及び乾燥した試料の重量 (g)

図 16 AOAC Official Method 990.19 Solids (Total) in Milk By Forced Air Oven
Drying after Steam Table Predry, *IDF-ISO-AOAC Method* フローチャート

試料の準備

加温 (水浴中 60)

混合 (15 分ごと 2 時間)

試料 40g を水 60g で希釈

加温 (38 ±1)

測定操作

秤量皿

乾燥 (100 ±1 2 時間以上)

放冷 (デシケータ使用) 重量測定 \boxed{W}

+ 試料採取 (希釈試料 4 ~ 5g) $\boxed{W1}$

予備加熱 (水浴上 25 分以内)

乾燥 (100 ±1 3 時間)

放冷 (デシケータ使用 30 分以上) 重量測定 $\boxed{W2}$

ブランクテスト

空の秤量皿を用いて 2 連で実施する \boxed{B}

計算

$$\frac{(W2 - W) - B}{W1 - W} \times 2.5 * \times 100\%$$

W：秤量皿の重量（g）

W1：秤量皿の重量と試料重量（g）

W2：秤量皿の重量と乾燥物重量（g）

B：ブランクテストの平均重量（g）

*：希釈倍数

図 17 AOAC Official Method 990.20 Solids (Total) in Milk By Direct Forced Air Oven
Drying, *IDF-ISO-AOAC Method* フローチャート

試料の準備

加温 (水浴中 60)

混合 (15 分ごと 2 時間)

試料 40g を水 60g で希釈

加温 (38 ±1)

測定操作

秤量皿

乾燥 (100 ±1 2 時間以上)

放冷 (デシケータ使用) 重量測定 W

+ 試料採取 (希釈試料 4 ~ 5g) $W1$

乾燥 (100 ±1 4 時間)

放冷 (デシケータ使用 30 分以上) 重量測定 $W2$

ブランクテスト

空の秤量皿を用いて 2 連で実施する B

計算

$$\frac{(W2 - W) - B}{W1 - W} \times 2.5 \times 100\%$$

W : 秤量皿の重量 (g)

W1 : 秤量皿の重量と試料重量 (g)

W2 : 秤量皿の重量と乾燥物重量 (g)

B : ブランクテストの平均重量 (g)

* : 希釈倍数

図 18 乳等省令 別表二(七)(1)3b 濃縮乳、無糖練乳、加糖練乳の乳脂肪分の定量法フローチャート

試料の前処理

試料採取(20 g) $W1$

+

温水で希釈

メスフラスコ(100ml)に入れて定容し希釈試料とする

測定操作

リョーリツヒ管

- + 希釈試料 10ml
- + アンモニア水 2ml
- + エタノール 10ml
- + エーテル 25ml

振とう抽出

- + 石油エーテル 25ml

振とう抽出

繰り返す

2時間以上静置後、上澄液を恒量 $W2$ を求めたビーカーに入れる

} さらに1回

溶剤を揮発

乾燥器内(100 ~ 105 1時間)

重量測定 $W3$

$$\text{乳脂肪分} = \frac{W3 - W2}{W1} \times 100\%$$

W1 : 試料重量(g)

W2 : ビーカー重量(g)

W3 : ビーカーと抽出物重量(g)

図 19 ISO1737:2008/IDF13:2008 Evaporated milk and sweetened condensed milk
-Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method) フローチャ
ート

脂肪回収容器の準備

脂肪回収容器

乾燥 (102 ±2 1 時間)

放冷 (デシケータ使用不可 30 分以上)

重量測定 m2

< 濃縮乳 > 試料の準備

加温 (水浴中 40 ~ 60)

< 加糖練乳 (密閉缶試料の場合) > 試料の準備

加温 (水浴中 30 ~ 40)

混合 (15 分ごと 2 時間)

冷却 (室温)

測定操作

脂肪抽出フラスコ

+ 試料採取 (濃縮乳 4 ~ 5g 加糖練乳 2 ~ 2.5g) m0

+ 約 50 の温水 (総量 10 ~ 11ml になるように)

+ アンモニア水 2mL

+ エタノール 10mL

+ ジエチルエーテル 25ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 25ml

振とう抽出

遠心分離（80～90g、1～5分）もしくは30分以上静止

|

上層を脂肪回収容器に回収する

|

+ エタノール 5ml

+ ジエチルエーテル 15ml

|

振とう抽出

|

+ 石油エーテル 15ml

|

振とう抽出

|

遠心分離（80～90g、1～5分）もしくは30分以上静止

|

上層を脂肪回収容器に回収する

|

+ ジエチルエーテル 15ml

|

振とう抽出

|

+ 石油エーテル 15ml

|

振とう抽出

|

遠心分離（80～90g、1～5分）もしくは30分以上静止

|

上層を脂肪回収容器に回収する

|

溶媒留去

|

乾燥（102 ±2 1時間）

|

放冷（デシケータ使用不可 30分以上）

重量測定

乾燥 (102 ±2)

放冷 (デシケーター使用不可 30 分以上)

重量測定

重量の減少が 1.0mg 以下になるか
増加するまで乾燥を繰り返す [m1]

ブランクテストの実施

試料を水 10ml に置き換えたものを同時に実施する [m3] [m4]

計算

$$\frac{(m1 - m2) - (m3 - m4)}{m0} \times 100\%$$

m0 : 試料採取量(g)

m1 : 脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m2 : 脂肪回収容器の重量 (g)

m3 : ブランクテストにおける脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m4 : ブランクテストにおける脂肪回収容器の重量 (g)

図 20 AOAC Official Method 945.48 Evaporated Milk (Unsweetened) フローチャート

脂肪回収容器の準備

脂肪回収容器

乾燥 (100 ±1 30 分以上)

放冷 (デシケータ使用)

重量測定 m2

試料の準備

加温 (水浴中 60)

混合 (15 分ごと 2 時間)

冷却 (室温)

冷却 (20)

測定操作

マジョニア管

+ 試料採取 4 ~ 5g m0

+ 水 7ml

試料が溶けるまで加温しながら混ぜる (40 ~ 50)

+ アンモニア水 1.25ml

+ エタノール 10ml

+ ジエチルエーテル 25ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 25ml

振とう抽出

遠心分離（約 600pm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

+ エタノール 5ml

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（約 600pm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（約 600pm、30 秒以上）

上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する

溶媒留去

乾燥 (100 ±1 30 分以上)

放冷 (デシケータ使用)

測定 m1

ブランクテスト

試料を水 10ml に置き換えたものを 2 連で同時に実施する m3

計算

$$\frac{(m1 - m2) - m3}{m0} \times 100\%$$

m0 : 試料採取量 (g)

m1 : 脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m2 : 脂肪回収容器の重量 (g)

m3 : ブランクテストにおける抽出残留物の平均重量 (g)

図 21 乳等省令 別表二(七)(1)2a 濃縮乳、脱脂濃縮乳、無糖練乳、無糖脱脂練乳、加糖練乳及び加糖脱脂練乳の乳固形分の定量法フローチャート

試料の前処理

試料採取(20 g) $\boxed{W1}$

+ | 温水で希釈

メスフラスコ(100ml)に入れて定容し希釈試料とする

測定操作

秤量皿

|

乾燥(98 ~ 100、乾燥器) 恒量測定 $\boxed{W2}$

+ |

希釈試料(5ml 試料 1 g 相当量)

予備加熱 (水浴上)

|

乾燥(98 ~ 100、乾燥器) 恒量測定 $\boxed{W3}$

$$\text{全固形分} = \frac{W3 - W2}{5} \times 100$$

$$W1 \times \frac{\quad}{100}$$

<p>W1 : 試料重量(g) W2 : 秤量皿重量(g) W3 : 秤量皿と乾燥物重量(g)</p>

加糖練乳及び加糖脱脂練乳においてはしよ糖のパーセント量を引いたものを乳固形分のパーセント量とする。

図 22 ISO6734:2010/IDF15:2010 Sweetened condensed milk -Determination of total solids content(Reference method)フローチャート

平底皿の準備

平底皿（高さ 20 ~ 25 mm、直径 50 ~ 75 mm）、蓋（容易に取り外し可能なもの）

+ 攪拌棒

+ 石英砂または海砂 25g

乾燥（102 ±2 1 時間以上）

放冷（デシケータ使用 45 分以上）

重量測定 m0

試料の準備

加温（水浴中 30 ~ 40 ）

冷却（20 ~ 25 ）

測定操作

平底皿

+ 試料採取（2g）m1

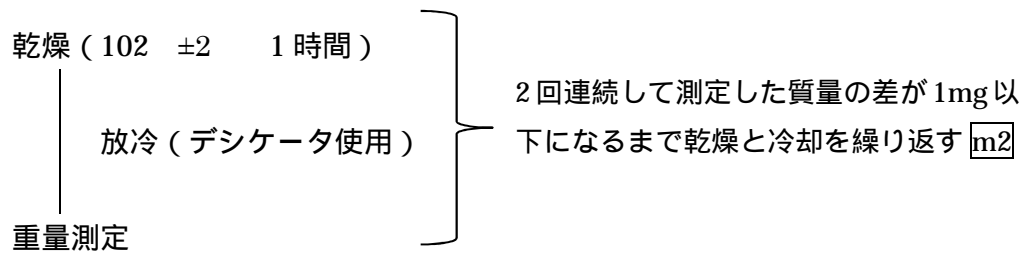
+ 水 5ml

加熱（沸騰水浴上 30 分間）

乾燥（102 ±2 2 時間）

放冷（デシケータ使用 45 分以上）

重量測定



計算

$$\frac{m2 - m0}{m1 - m0} \times 100\%$$

m0 : 平底皿と蓋の重量 (g)

m1 : 平底皿と蓋及び試料の重量 (g)

m2 : 平底皿と蓋及び乾燥した試料の重量 (g)

図 23 乳等省令 別表二(七)(1)3b 濃縮乳、無糖練乳、加糖練乳の乳脂肪分の定量法フローチャート

試料の前処理

試料採取(20 g) **W1**

+

温水で希釈

メスフラスコ(100ml)に入れて定容し希釈試料とする

測定操作

リョーリツヒ管

- + 希釈試料 10ml
- + アンモニア水 2ml
- + エタノール 10ml
- + エーテル 25ml

振とう抽出

- + 石油エーテル 25ml

振とう抽出

繰り返す

2時間以上静置後、上澄液を恒量 **W2** を求めたビーカーに入れる

} さらに1回

溶剤を揮発

乾燥器内(100 ~ 105 1時間)

重量測定 **W3**

$$\text{乳脂肪分} = \frac{W3 - W2}{W1} \times 100\%$$
$$\frac{10}{100}$$

W1 : 試料重量(g)

W2 : ビーカー重量(g)

W3 : ビーカーと抽出物重量(g)

図 24 ISO1737:2008/IDF13:2008 Evaporated milk and sweetened condensed milk
- Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method) フローチャ
ート

脂肪回収容器の準備

脂肪回収容器

乾燥 (102 ±2 1 時間)

放冷 (デシケータ使用不可 30 分以上)

重量測定 m2

< 濃縮乳 > 試料の準備

加温 (水浴中 40 ~ 60)

< 加糖練乳 (密閉缶試料の場合) > 試料の準備

加温 (水浴中 30 ~ 40)

混合 (15 分ごと 2 時間)

冷却 (室温)

測定操作

脂肪抽出フラスコ

+ 試料採取 (濃縮乳 4 ~ 5g 加糖練乳 2 ~ 2.5g) m0

+ 約 50 の温水 (総量 10 ~ 11ml になるように)

+ アンモニア水 2mL

+ エタノール 10mL

+ ジエチルエーテル 25ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 25ml

振とう抽出

遠心分離（80～90g、1～5分）もしくは30分以上静止

上層を脂肪回収容器に回収する

+ エタノール 5ml

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（80～90g、1～5分）もしくは30分以上静止

上層を脂肪回収容器に回収する

+ ジエチルエーテル 15ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 15ml

振とう抽出

遠心分離（80～90g、1～5分）もしくは30分以上静止

上層を脂肪回収容器に回収する

溶媒留去

乾燥（102 ±2 1時間）

放冷（デシケータ使用不可 30分以上）

重量測定

乾燥 (102 ±2)

放冷 (デシケーター使用不可 30 分以上)

重量測定

重量の減少が 1.0mg 以下になるか
増加するまで乾燥を繰り返す [m1]

ブランクテストの実施

試料を水 10ml に置き換えたものを同時に実施する [m3] [m4]

計算

$$\frac{(m1 - m2) - (m3 - m4)}{m0} \times 100\%$$

m0 : 試料採取量(g)

m1 : 脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m2 : 脂肪回収容器の重量 (g)

m3 : ブランクテストにおける脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m4 : ブランクテストにおける脂肪回収容器の重量 (g)

図 25 AOAC Official Method 920.115 Sweetened Condensed Milk, *Codex-Adopted-AOAC Method* フローチャート

脂肪回収容器の準備

脂肪回収容器

乾燥 (100 ±1 30 分以上)

放冷 (デシケータ使用)

重量測定 m_2

試料の準備

試料 (未開封)

加温 (水浴中 30 ~ 35)

測定操作

マジョニア管

+ 試料採取 2 ~ 2.5gml m_0

+ 水 (総量約 10.5ml になるように)

+ アンモニア水 1.25ml

+ エタノール 10ml

+ ジエチルエーテル 25ml

振とう抽出

+ 石油エーテル 25ml

振とう抽出

遠心分離 (約 600rpm、30 秒以上)

上層 (溶媒層) を脂肪回収容器に回収する

+ エタノール 5ml
+ ジエチルエーテル 15ml
振とう抽出
+ 石油エーテル 15ml
振とう抽出
遠心分離（約 600rpm、30 秒以上）
上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する
+ ジエチルエーテル 15ml
振とう抽出
+ 石油エーテル 15ml
振とう抽出
遠心分離（約 600rpm、30 秒以上）
上層（溶媒層）を脂肪回収容器に回収する
溶媒留去
乾燥（100 ±1 30 分以上）
放冷（デシケータ使用）
測定 m1

ブランクテスト

試料を水 10ml に置き換えたものを 2 連で同時に実施する m3

計算

$$\frac{(m1 - m2) - m3}{m0} \times 100\%$$

m0 : 試料採取量 (g)

m1 : 脂肪回収容器と抽出物重量 (g)

m2 : 脂肪回収容器の重量 (g)

m3 : ブランクテストにおける抽出残留物の平均重量 (g)

(4) 比較試験の実施

乳の乳脂肪分及び乳固形分においては東京都健康安全研究センター食品化学部食品成分研究科、株式会社明治品質科学研究所、雪印メグミルク株式会社品質保証部分分析センター、公益財団法人日本乳業技術協会による共同試験を実施した。試料は市販の低脂肪牛乳、成分調整牛乳、牛乳、ジャージー種の牛乳を単独もしくは混合して調製し、乳脂肪分の濃度格差をつけた8試料(約1%~4.5%)を用い、併行測定回数は3とした。

クリームの乳脂肪分及び脱脂粉乳の水分は公益財団法人日本乳業技術協会においてシングルラボで試験を実施した。試料は市販されている製品を使用し、試料数8、併行測定回数は3とした。

アイスクリーム類の乳脂肪分、濃縮乳・無糖練乳の乳固形分、濃縮乳・無糖練乳の乳脂肪分、加糖練乳の乳固形分、加糖練乳の乳脂肪分においては株式会社明治品質科学研究所、森永乳業株式会社品質保証部、雪印メグミルク株式会社品質保証部分分析センター、よつ葉乳業株式会社中央研究所及び公益財団法人日本乳業技術協会による共同試験を実施し、試料は協力企業より提供された製品を用いた。項目によって参加試験所数は異なるが、すべて試料数は6、併行測定回数は3とした。

C. 研究結果

(1) アンケート調査の結果

所属組織が同じ委員から社内統一意見として合同で提出されたものは1つの意見としてカウントし、回答数は12であった。全般的に、器具、試薬の表記が古い、試験

条件の詳細部分が不足している、検査方法の名称が書かれていない、目的の試験法が探しづらいとの意見があった。また、漢数字表記は読みにくく、間違いの原因となることがあるので、アラビア数字表記を用いて欲しいとの意見もあった。

アイスクリーム類、発酵乳においては、乳由来以外の原料が含まれることが多い現状において無脂乳固形分算出時の係数が実際と合っていない可能性を指摘する意見があった。

省令の中に試験法を記載すると改訂手続きが煩雑になるため、試験法は通知等で示すべきとの意見もあった。

詳細は、「別添1 乳及び乳製品の試験法に関するアンケート調査結果」の通りである。

1.1 理化学的試験法

飲用乳の乳固形分の定量法(常圧乾燥法)について、近年分析の現場で汎用されている迅速測定器による測定や乾燥助剤法の適用を求める意見があった。

牛乳の乳脂肪分の定量法について、乳固形分と同様迅速測定器による測定の適用を求める意見があり、また、乳等省令の試験法は国際的には簡便法であるとの意見があった。

乳製品の乳脂肪分の定量法について、規定されている器具はレーリッヒ管であるが、マジョニア管の適用を求める意見があった。

蛋白質の定量法について、燃焼法の適用を求める意見があった。

糖分の定量法について、高速液体クロマトグラフ法やガスクロマトグラフ法を求

める意見があった。

プロセスチーズについて、乳等省令では乳脂肪分と乳蛋白量の和を乳固形分としているが、乾燥助剤を用いた乳固形分算出の適用を求める意見があった。

また、濃縮乳や練乳類において、乾燥助剤法の適用のほか、試料の重量採取の適用を求める意見もあった。

1.2 細菌学的試験法

乳及び乳製品の細菌数の測定法について、生乳及び生山羊乳の直接個体検鏡法による細菌数の測定法は、現在の乳質を考慮すると試験法が適切ではないとする意見、代替染色液の適用を求める意見があった。

牛乳等の標準寒天培地による細菌数の測定法について、試験条件及び計算方法をISO法等の国際標準に統一すべきとの意見、試験室内事故：LA(Laboratory Accident)について「集落の発生のなかった場合」を除くことを希望する意見、規定の条件では標準寒天培地が固まってしまうことがあるため保持温度条件を上げてほしいとの意見があった。

アイスクリーム類の細菌数の測定法について、乳酸菌を含む製品の場合の「乳酸菌又は酵母以外の細菌数」の算出方法が示されていないことを指摘する意見があった。

大腸菌群の測定法について、デソキシコーレイト培地は国際的には使用が少ないため、広く使用されている培地(VRB培地等)に合わせた方が良いとの意見、飲用乳、脱脂粉乳等の公定法であるBGLB培地は、バター、発酵乳等のデソキシコーレイト

培地法に比べ所要時間が長いことデソキシコーレイト培地法に統一できないかとの意見があった。

乳酸菌数の測定法について、BCP培地を用いる検査法に関し、BCP培地で黄変した集落を乳酸菌とする現行の省令の定義や培地を改訂すべきという意見がある一方で、個別の培地を用いて識別する国際法は検査が煩雑であるため、現行法で差し支えないとの意見もあった。

(2) 比較試験の結果

比較試験を実施した品目ごとの試験法について、比較した結果の精度指標を表2~10に示した。また、これらの結果について、測定値総平均及び室間再現相対標準偏差を測定値比較の際に判断基準としたISO法及びOMA法のReproducibility(再現精度)とともに一覧にして表11に示した。なお、クリームの乳脂肪分及び脱脂粉乳の水分の試験法については、シングルラボでの実施であったため、測定値総平均、併行相対標準偏差、Repeatability(反復精度)である。

表 2 乳の全固形分における精度指標比較

乳等省令法

試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	試料 7	試料 8	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	11.00	12.40	12.43	13.73	9.95	10.48	11.71	13.07	11.85
併行標準偏差 S_r (%)	0.031	0.014	0.014	0.009	0.016	0.006	0.019	0.012	0.015
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.086	0.040	0.040	0.026	0.045	0.018	0.052	0.034	0.043
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.3	0.1	0.1	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1	0.1
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.035	0.029	0.021	0.023	0.055	0.033	0.045	0.043	0.035
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.099	0.080	0.058	0.065	0.154	0.092	0.127	0.120	0.099
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.3	0.2	0.2	0.2	0.6	0.3	0.4	0.3	0.3

AOAC990.20

試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	試料 7	試料 8	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	11.09	12.53	12.53	13.83	10.02	10.61	11.78	13.18	11.95
併行標準偏差 S_r (%)	0.012	0.028	0.021	0.018	0.014	0.017	0.019	0.021	0.019
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.032	0.080	0.060	0.050	0.040	0.046	0.054	0.059	0.053
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.1	0.2	0.2	0.1	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.068	0.117	0.092	0.109	0.078	0.169	0.053	0.098	0.098
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.189	0.326	0.258	0.305	0.218	0.472	0.150	0.274	0.274
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.6	0.9	0.7	0.8	0.8	1.6	0.5	0.7	0.8

表3 乳の乳脂肪分における精度指標比較

乳等省令法

試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	試料 7	試料 8	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	2.41	3.74	3.78	4.67	0.99	1.71	3.10	4.23	3.08
併行標準偏差 S_r (%)	0.017	0.008	0.010	0.021	0.010	0.006	0.009	0.024	0.013
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.047	0.023	0.028	0.060	0.029	0.018	0.024	0.066	0.037
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.7	0.2	0.3	0.5	1.1	0.4	0.3	0.6	0.5
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.047	0.043	0.029	0.067	0.057	0.071	0.069	0.078	0.057
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.132	0.120	0.080	0.187	0.159	0.198	0.193	0.218	0.161
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	2.0	1.1	0.8	1.4	5.7	4.1	2.2	1.8	2.4

ISO1211:2010/IDF1:2010

試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	試料 7	試料 8	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	2.37	3.70	3.72	4.56	1.00	1.69	3.03	4.13	3.03
併行標準偏差 S_r (%)	0.006	0.010	0.009	0.008	0.005	0.000	0.004	0.009	0.006
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.018	0.029	0.026	0.023	0.014	0.000	0.011	0.024	0.018
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.3	0.3	0.2	0.2	0.5	0.0	0.1	0.2	0.2
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.012	0.017	0.010	0.016	0.005	0.006	0.009	0.018	0.012
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.034	0.047	0.028	0.045	0.015	0.016	0.024	0.050	0.032
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.5	0.5	0.3	0.4	0.5	0.3	0.3	0.4	0.4

AOAC998.05

試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	試料 7	試料 8	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	2.37	3.70	3.72	4.56	0.99	1.68	3.03	4.12	3.02
併行標準偏差 S_r (%)	0.009	0.004	0.004	0.017	0.004	0.004	0.005	0.011	0.007
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.026	0.011	0.011	0.046	0.011	0.011	0.014	0.031	0.020
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.4	0.1	0.1	0.4	0.4	0.2	0.2	0.3	0.3
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.015	0.011	0.013	0.017	0.005	0.004	0.005	0.018	0.011
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.042	0.030	0.036	0.049	0.015	0.011	0.014	0.050	0.031
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.6	0.3	0.3	0.4	0.5	0.2	0.2	0.4	0.4

表 4 クリームの乳脂肪分における精度指標比較

乳等省令法									
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	試料 7	試料 8	総平均
参加試験所数	1	1	1	1	1	1	1	1	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	46.49	36.65	34.84	41.79	46.87	34.89	45.11	39.44	40.76
併行標準偏差 S_r (%)	0.071	0.100	0.061	0.050	0.055	0.025	0.046	0.038	0.056
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.199	0.280	0.171	0.141	0.154	0.070	0.128	0.106	0.156
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.2	0.3	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
ISO2450:2008/IDF16:2008									
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	試料 7	試料 8	総平均
参加試験所数	1	1	1	1	1	1	1	1	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	46.96	37.02	35.14	42.15	47.43	35.12	45.55	39.65	41.13
併行標準偏差 S_r (%)	0.01	0.08	0.04	0.10	0.03	0.09	0.10	0.07	0.064
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.016	0.233	0.106	0.291	0.074	0.249	0.267	0.186	0.178
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.0	0.2	0.1	0.2	0.1	0.3	0.2	0.2	0.2
AOAC995.19									
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	試料 7	試料 8	総平均
参加試験所数	1	1	1	1	1	1	1	1	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	47.03	37.03	35.14	42.22	47.48	35.10	45.50	39.73	41.15
併行標準偏差 S_r (%)	0.12	0.07	0.09	0.09	0.03	0.04	0.03	0.03	0.063
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.342	0.191	0.254	0.238	0.081	0.122	0.086	0.090	0.177
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.3	0.2	0.3	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.2

表 5 脱脂粉乳の水分における精度指標比較

乳等省令法									
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	試料 7	試料 8	総平均
参加試験所数	1	1	1	1	1	1	1	1	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	4.75	4.28	4.98	3.75	4.81	4.98	4.26	4.01	4.48
併行標準偏差 S_r (%)	0.017	0.021	0.015	0.021	0.010	0.006	0.035	0.021	0.018
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.048	0.058	0.043	0.058	0.028	0.016	0.098	0.058	0.051
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.4	0.5	0.3	0.6	0.2	0.1	0.8	0.5	0.4

ISO5537:2004/IDF26:2004									
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	試料 7	試料 8	総平均
参加試験所数	1	1	1	1	1	1	1	1	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	4.39	3.92	4.72	3.02	4.46	4.55	3.93	3.72	4.09
併行標準偏差 S_r (%)	0.11	0.12	0.29	0.40	0.19	0.25	0.01	0.07	0.178
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.308	0.338	0.798	1.115	0.519	0.688	0.032	0.191	0.499
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	2.5	3.1	6.0	13.2	4.2	5.4	0.3	1.8	4.6

AOAC927.05									
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	試料 7	試料 8	総平均
参加試験所数	1	1	1	1	1	1	1	1	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	4.97	4.43	5.15	3.90	4.91	5.14	4.48	4.25	4.66
併行標準偏差 S_r (%)	0.08	0.03	0.09	0.07	0.04	0.10	0.06	0.06	0.066
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.225	0.086	0.242	0.199	0.106	0.267	0.175	0.169	0.184
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	1.6	0.7	1.7	1.8	0.8	1.9	1.4	1.4	1.4

表 6 アイスクリーム類の乳脂肪分における精度指標比較

乳等省令法							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	3	3	3	3	3	3	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	6.26	3.45	8.07	3.86	8.95	8.59	6.53
併行標準偏差 S_r (%)	0.024	0.012	0.037	0.036	0.029	0.021	0.027
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.067	0.032	0.104	0.101	0.082	0.060	0.074
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.4	0.3	0.5	0.9	0.3	0.2	0.4
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.211	0.150	0.362	0.113	0.407	0.319	0.261
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.592	0.421	1.015	0.316	1.139	0.895	0.730
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	3.4	4.4	4.5	2.9	4.5	3.7	3.9
AOAC952.06							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	3	3	3	3	3	3	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	6.67	3.62	8.63	4.11	9.84	9.11	7.00
併行標準偏差 S_r (%)	0.020	0.016	0.022	0.014	0.022	0.019	0.019
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.056	0.046	0.063	0.040	0.062	0.053	0.053
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.3	0.5	0.3	0.3	0.2	0.2	0.3
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.032	0.015	0.032	0.013	0.047	0.060	0.033
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.088	0.041	0.090	0.036	0.131	0.168	0.092
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.5	0.4	0.4	0.3	0.5	0.7	0.4

表 7 濃縮乳・無糖練乳の乳固形分における精度指標比較

乳等省令法							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	26.55	26.54	26.45	35.82	27.65	27.64	28.44
併行標準偏差 S_r (%)	0.073	0.032	0.046	0.071	0.039	0.014	0.046
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.205	0.091	0.128	0.199	0.110	0.038	0.129
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.3	0.1	0.2	0.2	0.1	0.0	0.2
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.166	0.102	0.088	0.108	0.177	0.147	0.131
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.464	0.285	0.247	0.304	0.495	0.410	0.367
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.6	0.4	0.3	0.3	0.6	0.5	0.5
ISO6731:2010/IDF21:2010							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	26.70	26.68	26.68	35.75	27.74	27.68	28.54
併行標準偏差 S_r (%)	0.038	0.037	0.034	0.098	0.049	0.044	0.050
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.107	0.103	0.096	0.276	0.138	0.124	0.140
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.1	0.1	0.1	0.3	0.2	0.2	0.2
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.192	0.222	0.315	0.316	0.153	0.224	0.237
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.538	0.621	0.881	0.884	0.429	0.627	0.663
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.7	0.8	1.2	0.9	0.6	0.8	0.8
AOAC990.19							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	26.77	26.75	26.69	36.04	27.88	27.81	28.66
併行標準偏差 S_r (%)	0.025	0.048	0.026	0.037	0.026	0.025	0.031
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.071	0.135	0.072	0.103	0.074	0.071	0.088
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.1	0.2	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.131	0.187	0.154	0.167	0.110	0.025	0.129
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.366	0.523	0.432	0.467	0.308	0.071	0.361
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.5	0.7	0.6	0.5	0.4	0.1	0.5

AOAC990.20

試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	總平均
參加試驗所數	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均值(%)	26.71	26.70	26.64	36.04	27.95	27.91	28.66
併行標準偏差 S_r (%)	0.037	0.033	0.027	0.055	0.032	0.060	0.040
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.103	0.093	0.075	0.153	0.089	0.168	0.113
併行相對標準偏差 RSD_r (%)	0.1	0.1	0.1	0.2	0.1	0.2	0.1
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.058	0.043	0.036	0.191	0.148	0.060	0.089
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.162	0.121	0.101	0.535	0.415	0.168	0.250
室間再現相對標準偏差 RSD_R (%)	0.2	0.2	0.1	0.5	0.5	0.2	0.3

表 8 濃縮乳・無糖練乳の乳脂肪分における精度指標比較

乳等省令法							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	5	5	5	5	5	5	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	7.55	7.45	7.55	9.78	7.50	7.47	7.88
併行標準偏差 S_r (%)	0.020	0.032	0.033	0.031	0.026	0.039	0.030
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.055	0.090	0.092	0.088	0.073	0.110	0.085
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.3	0.4	0.4	0.3	0.3	0.5	0.4
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.084	0.095	0.053	0.396	0.093	0.119	0.140
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.237	0.266	0.147	1.110	0.260	0.333	0.392
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	1.1	1.3	0.7	4.1	1.2	1.6	1.7
ISO1737:2008/IDF13:2008							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	5	5	5	5	5	5	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	8.02	7.93	7.99	10.53	7.99	7.98	8.41
併行標準偏差 S_r (%)	0.010	0.013	0.010	0.018	0.015	0.009	0.013
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.027	0.038	0.029	0.049	0.042	0.026	0.035
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.1	0.2	0.1	0.2	0.2	0.1	0.1
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.016	0.023	0.030	0.055	0.046	0.014	0.031
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.044	0.066	0.085	0.153	0.128	0.040	0.086
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.2	0.4
AOAC945.48							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	5	5	5	5	5	5	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	8.01	7.92	7.98	10.51	7.98	7.94	8.39
併行標準偏差 S_r (%)	0.013	0.010	0.019	0.013	0.013	0.012	0.013
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.037	0.027	0.053	0.037	0.037	0.034	0.037
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.2	0.1	0.2	0.1	0.2	0.2	0.2
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.015	0.019	0.026	0.061	0.034	0.012	0.028
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.041	0.053	0.072	0.170	0.096	0.034	0.078
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.2	0.2	0.3	0.6	0.4	0.2	0.3

表 9 加糖練乳の全固形分における精度指標比較

乳等省令法							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	73.90	73.85	74.12	74.16	74.40	74.23	74.11
併行標準偏差 S_r (%)	0.077	0.128	0.119	0.117	0.136	0.104	0.113
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.216	0.358	0.335	0.326	0.382	0.290	0.318
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.1	0.2	0.2	0.2	0.2	0.1	0.2
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.415	0.360	0.314	0.279	0.466	0.340	0.362
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	1.162	1.008	0.878	0.780	1.306	0.952	1.014
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.6	0.5	0.4	0.4	0.6	0.5	0.5
ISO6734:2010/IDF15:2010							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	72.93	72.92	73.08	73.28	73.56	73.40	73.20
併行標準偏差 S_r (%)	0.053	0.101	0.042	0.053	0.070	0.020	0.056
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.147	0.282	0.117	0.147	0.197	0.057	0.158
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.0	0.1
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.141	0.229	0.130	0.359	0.307	0.084	0.208
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.394	0.640	0.365	1.005	0.860	0.236	0.583
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.2	0.3	0.2	0.5	0.4	0.1	0.3

表 10 加糖練乳の乳脂肪分における精度指標比較

乳等省令法							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	7.78	7.48	7.61	7.91	7.99	7.89	7.78
併行標準偏差 S_r (%)	0.029	0.028	0.036	0.011	0.024	0.029	0.026
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.082	0.078	0.102	0.031	0.068	0.082	0.074
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.4	0.4	0.5	0.1	0.3	0.4	0.3
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.107	0.430	0.303	0.112	0.134	0.179	0.211
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.300	1.203	0.847	0.313	0.376	0.502	0.590
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	1.4	5.7	4.0	1.4	1.7	2.3	2.7
ISO1737:2008/IDF13:2008							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	8.20	8.16	8.22	8.41	8.50	8.47	8.33
併行標準偏差 S_r (%)	0.027	0.029	0.011	0.023	0.011	0.014	0.019
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.075	0.081	0.030	0.064	0.030	0.038	0.053
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.3	0.4	0.1	0.3	0.1	0.2	0.2
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.053	0.029	0.038	0.038	0.019	0.041	0.036
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.149	0.081	0.107	0.107	0.052	0.115	0.102
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	0.7	0.4	0.5	0.5	0.2	0.5	0.4
AOAC920.115							
試料	試料 1	試料 2	試料 3	試料 4	試料 5	試料 6	総平均
参加試験所数	4	4	4	4	4	4	
併行測定回数	3	3	3	3	3	3	
平均値(%)	8.30	8.16	8.21	8.38	8.49	8.47	8.34
併行標準偏差 S_r (%)	0.012	0.022	0.020	0.013	0.018	0.043	0.021
併行許容差 $2.8S_r$ (%)	0.034	0.060	0.057	0.037	0.050	0.122	0.060
併行相対標準偏差 RSD_r (%)	0.1	0.3	0.2	0.2	0.2	0.5	0.3
室間再現標準偏差 S_R (%)	0.259	0.053	0.037	0.076	0.033	0.043	0.083
室間再現許容差 $2.8S_R$ (%)	0.725	0.148	0.105	0.212	0.091	0.122	0.234
室間再現相対標準偏差 RSD_R (%)	3.1	0.6	0.5	0.9	0.4	0.5	1.0

表 11 各試験法の比較結果一覧

品目	項目	測定値総平均 (%)			室間再現相対標準偏差 (RSD%)			再現精度
		乳等省令法	ISO 法	OMA 法	乳等省令法	ISO 法	OMA 法	
乳	全固形分	乳等省令法		OMA 法	乳等省令法		OMA 法	0.118%(OMA)
		11.85		11.95	0.3		0.8	
乳	乳脂肪分	乳等省令法	ISO 法	OMA 法	乳等省令法	ISO 法	OMA 法	0.056%(ISO) 0.056%(OMA)
		3.08	3.03	3.02	2.4	0.4	0.4	
クリーム	乳脂肪分	乳等省令法	ISO 法	OMA 法	乳等省令法	ISO 法	OMA 法	0.50% mass fraction of fat in the sample (ISO) 0.354% (OMA)
		40.76	41.13	41.15	0.1	0.2	0.2	
脱脂粉乳	水分	乳等省令法	ISO 法	OMA 法	乳等省令法	ISO 法	OMA 法	0.15% (ISO)
		4.48	4.09	4.66	0.4	4.6	1.4	

アイスクリーム類	乳脂肪分	乳等省令法		OMA 法		乳等省令法		OMA 法		0.056%(OMA)				
		6.53		7.00		3.9		0.4						
濃縮乳・ 無糖練乳	乳固形分	乳等 省令法	ISO 法	OMA 法		乳等 省令法	ISO 法	OMA 法		0.50g/100g(ISO) 0.113%(AOAC990.19) 0.118%(AOAC990.20)				
		28.44	28.54	990.19	990.20	28.66	28.66	0.5	0.8		990.19	990.20	0.5	0.3
	乳脂肪分	乳等省令法		ISO 法		OMA 法		乳等省令法		ISO 法		OMA 法		0.06%(ISO) 0.056%(OMA)
		7.88		8.41		8.39		1.7		0.4		0.3		
加糖練乳	全固形分	乳等省令法		ISO 法		乳等省令法		ISO 法		0.6g/100g(ISO)				
		74.11		73.20		0.5		0.3						
	乳脂肪分	乳等省令法	ISO 法	OMA 法		乳等省令法	ISO 法	OMA 法		0.06%(ISO) 0.056%(OMA)				
7.78		8.33	8.34		2.7	0.4	1.0							

クリーム及び脱脂粉乳はシングルラボでの比較のため、併行相対標準偏差及び反復精度

2.1 乳における試験法の比較

2.1.1 乳の全固形分

比較試験を行った乳の全固形分の測定値について、OMA 法に比べて乳等省令法の測定値が低い傾向が見られたが、その差は再現精度の範囲内であった。ばらつきは乳等省令法が小さかった。

2.1.2 乳の乳脂肪分

比較試験を行った乳の乳脂肪分の測定値について、ISO 法、OMA 法に比べて乳等省令法が高い傾向は見られたが、その差は再現精度の範囲に入るか入らないかであった。その中でも乳脂肪含量の低い試料ではほとんど差は見られないが、高くなるにつれて差が大きくなる傾向が認められ、最大で乳等省令法が約 0.1%高い値となった。ばらつきは ISO 法と OMA 法に比べて乳等省令法が大きかった。

2.2 クリームの乳脂肪分における試験法の比較

比較試験を行ったクリームの乳脂肪分の測定値について、ISO 法、OMA 法に比べて乳等省令法が低く反復精度の範囲外であった。ISO 法の反復精度は「0.50% mass fraction of fat in the sample」とされており、脂肪分 40%の試料においては脂肪値として 0.2%ということになる。ばらつきは ISO 法、OMA 法に比べて乳等省令法が大きかった。

2.3 脱脂粉乳の水分における試験法の比較

比較試験を行った脱脂粉乳の水分の測定値について、低い順に ISO 法、乳等省令

法、OMA 法となり、どの組み合わせも反復精度の範囲外であった。ばらつきは小さい順に乳等省令法、OMA 法、ISO 法となった。

2.4 アイスクリーム類の乳脂肪分における試験法の比較

比較試験を行ったアイスクリーム類の乳脂肪分の測定値について、OMA 法に比べて乳等省令法の測定値が低い傾向が見られ、その差は再現精度の範囲外であった。ばらつきは乳等省令法が大きかった。

2.5 濃縮乳・無糖練乳における試験法の比較

2.5.1 濃縮乳・無糖練乳の乳固形分

比較試験を行った濃縮乳・無糖練乳の乳固形分の測定値について、OMA 法の 990.19(AOAC990.19) 及び 990.20(AOAC990.20)がほぼ同じ値が高く、次いで ISO 法、乳等省令法という傾向が見られた。4 法はいずれも ISO 法の再現精度の許容範囲内であったが、OMA 法の再現精度を指標としてあてはめれば、乳等省令法と OMA 法は許容範囲外であった。ばらつきは大きい順に ISO 法、乳等省令法と AOAC990.19、AOAC990.20 であった。

2.5.2 濃縮乳・無糖練乳の乳脂肪分

比較試験を行った濃縮乳・無糖練乳の乳脂肪分の測定値について、ISO 法、OMA 法に比べて乳等省令法が低く再現精度の範囲外であった。ばらつきは ISO 法、OMA 法に比べて乳等省令法が大きかった。

2.6 加糖練乳における試験法の比較

2.6.1 加糖練乳の乳固形分

比較試験を行った加糖練乳の乳固形分の測定値について、ISO 法に比べて乳等省令法が高く再現精度の範囲外であった。ばらつきは乳等省令法が大きかった。

2.6.2 加糖練乳の乳脂肪分

比較試験を行った濃縮乳・無糖練乳の乳脂肪分の測定値について、ISO 法、OMA 法に比べて乳等省令法が低く再現精度の範囲外であった。ばらつきは大きい順に乳等省令、ISO 法、OMA 法であった。

D. 考察

(1) アンケート調査の結果

乳等省令の試験法の制定は昭和 26 年と古く、その後の機器の開発等様々な状況の変化に即していない点が多く明らかになった。

表現が古いと考えられる器具・試薬として、アンケート調査で挙げられたものも含め、純アミルアルコール、マイヤーフラスコ、ピペット、ビュレット、甲液、乙液、ロツシエル塩、ペトリー皿、培養基等があり、それぞれ新しい名称等に変えることが望ましい。

試験条件の詳細部分が不足している点として、牛乳の乳脂肪分の定量法における保持温度が約 65 度となっている点等が挙げられる。ISO 法におけるゲルベル法 (ISO2446:2008/IDF 226:2008) において 65 ± 2 と規定されているように具体的な範囲が示されることが望ましい。

無脂乳固形分の定量法に関することとして、係数の妥当性が挙げられた。アイスクリーム類及び発酵乳において無脂乳固形分は蛋白量を測定した後、係数 2.82 を掛けることによって算出することになっているが、家畜改良事業団・乳用牛群能力検定成績⁽¹⁾によると、現在の生乳における蛋白量と無脂乳固形分比は 2.65 程度で、制定当時と比べて乳質が大きく変化しており、係数の妥当性を検討する必要があると考えられる。この場合には、原料が国内の生乳だけであるのか、外国の乳製品を使用しているのか、また、乳由来以外の原料を使用しているか等も考慮に入れる必要がある。

乳由来以外の原料の考え方はプロセスチーズの乳固形分の定量法にも関わる問題である。プロセスチーズは乳脂肪分と乳蛋白量の和を乳固形分としているが、測定される脂肪分と蛋白量は乳由来以外の原料に由来する脂肪分と蛋白量を含んだ総脂肪分と総蛋白量である。様々な原料が用いられるようになった現在、乳固形分の定量法の考え方がこのままでよいか検討する必要性もあると考える。チーズの業界団体であるチーズ公正取引協議会が実施している会員企業のプロセスチーズ新商品の成分規格検査においては、乳由来以外の脂肪分及び蛋白量を差し引いて乳脂肪分及び乳蛋白量を求め、乳固形分を算出している。

1.1 理化学的試験法

飲用乳の乳固形分や乳脂肪分の測定において、製造現場等では迅速測定器が用いられている。多成分を同時にかつ迅速

に測定できるため日常的に多く行われているが、公定法との同等性を確保するために定期的な校正が必要である。最新の代表的な機器としてはフーリエ変換赤外分光光度計等があり、その適用についてのガイドラインとしてはISO9622:2013/IDF141:2013がある。

乳製品の乳脂肪分の試験法はレーゼ・ゴットリーブ法であり、アンケートにおいてレーリッヒ管に加えてマジョニア管の適用を求める意見があった。実際に乳製品の試験を行う現場においてはマジョニア管を用いることが一般的である。乳製品試験法・注解⁽²⁾に記載されているレーゼ・ゴットリーブ法においてもレーリッヒ管とマジョニア管のどちらを用いてもよいとされている。

アイスクリーム類及び発酵乳において無脂乳固形分算出に用いる蛋白量の定量法はケルダール法である。ケルダール法は、たんぱく質を濃硫酸と加熱分解して、窒素をアンモニアに変えて定量する方法であり、環境に対する負荷が大きいことが問題視されている。一方燃焼法は含窒素化合物を酸化銅とともに加熱し、酸化分解して生ずる窒素ガスの容量を定量する方法であり環境への負荷が小さいことが知られており、蛋白量の定量法において燃焼法の適用を求める意見もあった。乳及び乳製品における燃焼法はISO14891:2002/IDF185:2002として既に規格化されているほか、飼料分析基準（平成20年4月1日・19消安第14729号 農林水産省消費・安全局長通知）における粗たんぱく質の分析法ではケルダール法とともに認められている。

乳等省令における糖分の定量法はレイン・エイノン法である。レイン・エイノン法は希釈試料を一定量の沸騰フェーリング液に滴下しながら反応させ、硫酸銅イオンを還元した後に内部指示薬のメチレンブルーを還元して青色が消失したところを終点とし滴定量より求めるという試験法であるが、終点の判断が極めて難しく、高度な熟練を要する試験である。そのため、高速液体クロマトグラフ法やガスクロマトグラフ法の適用を求める意見が多く挙げられたものと考えられる。

1.2 微生物学的試験法

生乳及び生山羊乳の直接個体鏡法による細菌数の測定法について、現在の乳質を考慮すると試験法が適切ではない、また、代替染色液の適用を求める意見があった。

直接個体鏡法は手法の原理上、標本中の観察対象物が少なくなればなるほど観察視野数を増やさないと正確な測定値を得ることができない。乳等省令に規定されている観察視野数は16視野以上であるが、最小値である16視野は生乳の細菌数基準400万/ml以下であるかを判定するための視野数であり、現在の生乳の品質からみるとより多くの視野を観察する必要があると考える。

また、省令では標本の面積から顕微鏡視野の面積を除いた顕微鏡係数を30万と固定しており、これは顕微鏡視野の直径が0.206mmであった場合の計算値である。省令では0.206mmになるよう鏡筒を調節することとしているが、現在の顕微鏡は固定式が多く、直径0.206mmに調節

できずに使用されることが多い。顕微鏡係数を 30 万に固定せず、具体的な算出方法の記載も必要であると考える。

染色液については、染色に用いられるニューマン氏液中のテトラクロルエタンが特別化学物質障害予防規則(昭和 47 年労働省令第 39 号)において発がん性物質とされ、排気装置の設置や検査室の大気分析等、取り扱いに規制が設けられたことを受け、意見が出されたものとする。標準寒天培地による細菌数の測定法について、乳等省令の試験法では発生集落数 30~300 の範囲にある希釈倍率の集落数を用いて計算することとしているが、複数の希釈倍率で集落数が 30~300 の範囲となった場合や 2 連の数値に差があった場合の処理の仕方が記載されていない。そのため、計算方法を国際的な ISO 法等にすべきとの意見が出されている。また、集落が全く発生しなかった場合は、試験室内事故として扱い、計算に供しないとしていることについて、UHT 牛乳(摂氏 120 度から 150 度で 1 秒間から 3 秒間殺菌した牛乳)等では集落がほとんど発生しないことから、「集落の発生のなかった場合」を試験室内事故の定義から外すべきである等の意見が出された。

乳酸菌を使用して製造されたフローズンヨーグルトは、含まれる乳酸菌数によって発酵乳として分類される場合とアイスクリーム類として分類される場合がある。アイスクリーム類の細菌数規格基準は 10 万以下/g 又は 5 万以下/g であるが、乳酸菌が含まれる製品の場合には乳酸菌も細菌数として計測されるため、基準値を大幅に超えてしまうことがある。そのため、

「ただし、発酵乳又は乳酸菌飲料を原料として使用したものにあつては、乳酸菌又は酵母以外の細菌の数」とされているが、乳等省令では検査による乳酸菌とそれ以外の菌の識別法は規定していないため、規格の見直しや検査法の規定が必要であるとの意見があった。

大腸菌群の測定法において、デソキシコーレイト培地は日本以外の国ではほとんど使用されておらず、海外との検査結果に齟齬をきたしやすいため、国際的に使用されている培地(VRB 培地等)を採用した方が良いとの意見があった。食品衛生法における汚染指標は大腸菌群であり、サルモネラ属菌やエルシニア属菌等は外れているが、これらも食中毒の起因菌としてリスト化されており、また、海外では腸内細菌科菌群を汚染指標とする考え方が主流になっているため、これを採用すべきとの意見もあった。

乳酸菌数の測定では、現行の省令の定義や培地を改訂すべきという意見があったが、乳酸桿菌と球菌を個別の培地で識別し、個々の菌数を要求する海外の基準に合致しない場合が生じるためであると考えられる。

(2) 試験法の比較

乳等省令における乳の乳脂肪分の試験法は一般的にゲルベル法と呼ばれる方法である。ゲルベル法は乳に濃硫酸を加えて脂肪以外の成分を溶解しエマルジョンを破壊した後、硫酸液中に浮遊する脂肪の小滴を遠心分離しその容量から脂肪量を求める試験法である。一方 ISO 法、OMA 法における試験法は重量法である。重量

法はアンモニアエタノール溶液中の試料中の脂肪をジエチルエーテルと石油エーテルで抽出し、抽出液の溶媒を留去して抽出量を求める試験法であり、ゲルベル法とは原理的に全く異なる方法である。ISO/IDF standard には、試験法として容量法であるゲルベル法 (ISO2446:2008/IDF226:2008) も存在はしているが、参照法は重量法であり、重量法と同等の結果が出るように実施することが前提とされている。

試験条件の記述について、乳等省令法においては約 65 とされている温度条件が 65 ± 2 と範囲指定されている、また、乳等省令法では触れられていない試料の準備についての記述があるなど、ISO2446:2008/IDF226:2008 にはより詳細に記されている。試験条件以外にも試験法の概要、器具、試薬等様々な情報が詳細に記載されており、乳等省令の試験法が

「硫酸 10ml を硫酸用ピペットを用いてゲルベル乳脂計に注入し、次に乳 1ml を牛乳用ピペットを用いて徐々に硫酸上に層積し更に純アミルアルコール 1ml を加えゴム栓をし、指で栓を押しつつ振り乳を溶解した後、約六五度の温湯中に一分間浸し、次に三分間から五分間遠心器 (一分間の回転数七〇〇回以上) にかけて更に約六五度の温湯中に浸して温度を一定にし析出した脂肪層の度数を乳 100 分中の乳脂肪量とする。

・試薬

A 硫酸 一五度で比重 1.820 から 1.825 までのもの

B アミルアルコール 沸点が一二八

度から一三二度まで、比重が一五度で約 0.81 のもので、本品 2ml について水 1ml を用いて牛乳の場合と同様にして盲検を行い一夜静置して油状物の分離を認めないもの」

との記述のみであるのに対し、ISO2446:2008/IDF226:2008 は詳細な記述が 12 ページにも及ぶ。仮にゲルベル法において国際的なハーモナイゼーションを考える場合には内容を精査し、ISO 法のように詳細な記述も必要であると考え

る。クリーム、アイスクリーム類、濃縮乳、無糖練乳、加糖練乳の乳脂肪分における試験法の比較について、比較試験を行った乳等省令法、ISO 法、OMA 法はいずれも原理的には同じ重量法であるが、脂肪抽出を行う器具に違いがある。乳等省令法には「レーリツヒ管」が、OMA 法には「マジョニア管」が規定されている。比較を行ったこれらすべての品目において乳等省令法の測定値が低く、ばらつきは大きい結果となった。

レーリツヒ管とマジョニア管は、どちらもガラス製の脂肪抽出器具であるが、その形状は大きく異なる (図 6、図 7)。レーリツヒ管は、管の中央部付近にある側管から溶媒層を回収する構造になっており、その構造上側管より下に位置する溶媒層はレーリツヒ管内に残ってしまうことになる。一方、マジョニア管は溶媒層を最後まで回収できる構造になっている。マジョニア管に比べてレーリツヒ管がロスを生じてしまう形状であることが、乳等省令法が低値となった原因であると考えら

れた。

マジョニア管適用への要望は、平成 27 年度に実施したアンケート調査でも指摘されており、また、日本国内においてもレーゼ・ゴットリーブ法を実施する際にレーリツヒ管同様に用いることができるとされている⁽²⁾。

脱脂粉乳の水分において比較を行った乳等省令法、ISO 法、OMA 法はすべて乾燥法であるが、乾燥条件がそれぞれ異なるものであり、乳等省令は 98~100 の乾燥機内で乾燥を行う常圧乾燥法、ISO 法は 87 の乾燥機内において風量 33ml/min の条件で乾燥空気を通させながら 5 時間乾燥させるという試験法、OMA 法は 100 の乾燥機内において 100mmHg の減圧条件下で 5 時間乾燥させるという試験法であった。測定値は低い順に ISO 法、乳等省令法、OMA 法となったが、乾燥温度が 87 であることを考えると ISO 法が一番穏やかな条件下での乾燥であり、他と比べて低めの傾向が見られたものと考えられた。乳等省令法と OMA 法はどちらも乾燥温度は 100 であるが、OMA 法は減圧条件下での乾燥であり乳等省令法と比べて水分が蒸発しやすい条件であるため高めの傾向となったものと考えられた。この ISO 法は Codex の Type Method とされている試験法⁽³⁾であるが、その実施には特殊な装置が必要であり、日本国内において広く用いることは難しいと考える。

加糖練乳の全固形分において比較試験を行った乳等省令法と ISO 法は、どちらも原理的には同じ乾燥法であるが、乳等省令法は直接乾燥法であり、ISO 法は乾燥

助剤法と呼ばれる方法である。乾燥助剤法は国内においても乳飲料等の全固形分の測定に一般的に用いられている方法である。乾燥助剤法は、直接法では水の蒸発が不完全な食品に適用される。すなわち、加熱乾燥にあたり、食品試料から水を効率よくかつ完全に蒸発させるには、蒸発面積を大きくすることと、水蒸気が食品組織から抜け出られる道を作ることが必要である。粘質状、液状、ペースト状などの食品は、そのままでは上記の条件を満たさないばかりか、加熱温度の上昇に伴って、水に溶解あるいは分散、乳化していた成分が、蒸発表面に被膜を形成し、乾燥が阻害されることがある。そこで乾燥助剤として精製ケイ砂やケイソウ土などを試料に混和し、蒸発表面積を大きくするなどして乾燥する方法が行われる⁽⁴⁾。乾燥助剤は、水分含量が高いことに加えて、糖質などの含量も比較的高い試料を効率的に乾燥させるために加える⁽⁵⁾とされており、約 44%⁽⁶⁾とシヨ糖を多く含む加糖練乳は、直接法である乳等省令法では乾燥が不完全な状態となっていることが考えられた。

また、試料採取方法については、乳等省令法は試料 20g を 100ml メスフラスコで希釈し希釈試料 10ml を容量採取する、ISO 法は試料 2g を直接重量採取する、という違いがあった。

E. 結論

アンケート調査を実施した結果、汎用されている分析法や分析機器による測定が可能となるような試験法の見直しを望む

回答とともに国内法と国際法との不一致を指摘する意見もあり、乳及び乳製品の現行の試験法は、現状に即した見直しや国際的なハーモナイズが必要であることが確認された。

また、海外の試験法との比較により、乳等省令法の精度や測定原理の違い等による測定結果の違いが確認され、改正について検討が必要な器具や操作法が明らかになった。

本研究では、乳等省令の成分規格に対応する海外の成分規格の試験法を整理し、該当する試験法を対象として比較試験を実施したが、対応する成分規格がない品目も多く存在したことから、これらの品目の試験法の国際整合をどのように進めるか、また、乳等省令においては「乳脂肪分」、「乳固形分」であるのに対して、国際的には「fat content」や「total solids content」とされている成分規格をどう整合させていくのかなど、今後、成分規格と規格試験法を考えていく上での課題も明らかとなった。

(参考文献)

(1) 家畜改良事業団・乳用牛群能力検
定成績

[http://liaj.lin.gr.jp/japanese/
kenteikodaiset.html](http://liaj.lin.gr.jp/japanese/kenteikodaiset.html)

(2) 日本薬学会(編)(1984). 乳製品試験法・注解 金原出版株式会社, pp87-88

(3) RECOMMENDED METHOD OF ANALYSIS AND SAMPLING CODEX STAN 234-1999, 41

(4) 財団法人日本食品分析センター(編)

(2001). 分析実務者が書いた 五訂日本食品標準成分表分析マニュアルの解説 中央法規出版株式会社, p13

(5) 安井明美・渡邊智子・中里孝史・瀧上賢一(編)(2016). 日本食品標準成分表2015年版(七訂)分析マニュアル・解説 建帛社, p14

(6) 文部科学省科学技術・学術審査会資源調査分科会(編)(2015). 日本食品標準成分表2015年版(七訂) 全国官報販売協同組合, pp174-175

F. 健康危険情報

なし

G. 研究発表

1. 論文発表

なし

2. 学会発表

国際酪農連盟日本国内委員会 理化学分析専門部会 / 添加物・汚染物質専門部会 合同会議, 平成 29 年 7 月 18 日, 東京都
一般社団法人日本乳業協会 生産技術委員会, 平成 29 年 8 月 30 日, 東京都

H. 知的財産権の出願・登録状況

1. 特許取得

なし

2. 実用新案登録

なし

3. その他

なし