調査・資料

食品中の栄養成分検査の技能試験（2017–2018）

竹林 純^{1,*} 高坂典子² 鈴木一平¹ 中阪聡亮² 平林尚之²
石見佳子^{1,3} 梅垣敬三^{1,4} 千葉 剛¹ 渡辺卓穂²

Proficiency Testing Schemes for Food Nutrition Analysis in Japan (2017–2018)

Jun TAKEBAYASHI^{*,1}, Noriko TAKASAKA², Ippei SUZUKI¹, Toshiaki NAKASAKA², Naoyuki HIRABAYASHI²,
Yoshiko ISHIMI^{1,3}, Keizo UMEGAKI^{1,4}, Tsuyoshi CHIBA¹ and Takaho WATANABE²

¹ National Institute of Health and Nutrition, National Institutes of Biomedical Innovation, Health and Nutrition:
1-23-1 Toyama, Shinjuku-ku, Tokyo 162-8636, Japan;

² Hatano Research Institute, Food and Drug Safety Center:
729-5 Ochiai, Hadano, Kanagawa 257-8523, Japan;

³ NODAI Research Institute, Tokyo University of Agriculture:
1-1-1 Sakuragaoka, Setagaya-ku, Tokyo 156-8502, Japan;

⁴ Department of Food Safety and Management, Showa Women's University:
1-7-57 Taishido, Setagaya-ku, Tokyo 154-8533, Japan;

* Corresponding author

This paper deals with proficiency testing schemes for food nutrition analysis in Japan. In schemes in 2017 and 2018, 65 and 73 organizations participated, respectively, and more than 70% of the participants were public organizations responsible for a nutrition-labeling compliance test. The food matrices were pork and chicken sausages, and analytes were protein, fat, ash, moisture, carbohydrate, energy, sodium, salt equivalent, calcium (2018 only), and iron (2018 only). The organizations reporting inadequate laboratory values in one or more nutrients for mandatory declaration (energy, protein, fat, carbohydrate, or salt equivalent) were 11 and 15% of all organizations and 9 and 13% of public organizations in the 2017 and 2018 schemes, respectively. The approximate relative standard deviations for proficiency assessment (RSD_R) were as follows: protein, 2%; fat, 3%; ash, 2%; moisture, 0.5%; carbohydrate, 9%; energy, 1%; sodium (salt equivalent), 4%; calcium, 7%; and iron, 7%. Notably, the large RSD_R value for carbohydrate may cause inconsistency among laboratories in compliance tests for foods containing several grams or less of carbohydrate per 100 grams.

(Received October 10, 2019; Accepted January 16, 2020)

Key words: 栄養成分分析 nutrition analysis; 義務的栄養成分表示 mandatory nutrition labeling; 技能試験スキーム proficiency testing scheme; 収去試験 compliance test; 技能評価の標準偏差 standard deviation for proficiency assessment

緒言

2015年4月1日に施行された食品表示法のもと、原則的にすべての加工食品に栄養成分（タンパク質、脂質、炭水化物、ナトリウム（食塩相当量で表示））の量および熱量の表示が義務化された。食品関連事業者は、食品表示基準

に従い、適切に栄養成分表示を行う責任を有する。栄養成分表示を行うための分析方法の詳細が、消費者庁次長通知「食品表示基準について（平成27年3月30日消食表第139号）別添 栄養成分等の分析方法等（以下、「公定法」）」に定められており、公定法による分析値が表示値を基準とした許容差の範囲内にある必要がある（合理的な推定により得られた値を表示する場合^{*1}を除く）。栄養成分の種類ごとに許容差の範囲が定められているが、上述の義務表示

* 連絡先 jtake@nibiohn.go.jp

¹ 医薬基盤・健康・栄養研究所：〒162-8636 東京都新宿区戸山1-23-1

² 食品薬品安全センター秦野研究所：〒257-8523 神奈川県秦野市落合729番地の5

³ 東京農業大学総合研究所：〒156-8502 東京都世田谷区桜丘1-1-1

⁴ 昭和女子大学食安全マネジメント学科：〒154-8533 東京都世田谷区太子堂1-7-57

^{*1} サンプル品の分析値や日本食品標準成分表の収載値からの計算値など、公定法による分析値と一致しない可能性がある値を、「推定値」または「この表示値は、目安です。」の文言を併記して表示する場合。許容差の範囲に基づいた規制の対象外となるが、表示値の設定が合理的であることを説明できる根拠資料の保管が求められる。

の栄養成分および熱量については、表示値±20%となっている^{*2}。

栄養成分表示における表示値が適正であるか否かは、食品表示法第8条に基づく収去試験により検証される。この際、収去食品の分析を担当するのは、食品衛生法第4条第9項に規定する登録検査機関および国立研究開発法人医薬基盤・健康・栄養研究所である。登録検査機関は全国に99機関存在するが（2019年4月1日現在）、収去試験の信頼性を確保するために適切な業務管理を行うよう求められている。

我々は、栄養成分表示値の信頼性確保を最終目的に、その分析にかかる技能試験の実施方法について調査研究を行ってきた^{1),2)}。技能試験の評価規準の確立¹⁾および技能試験の試行調査²⁾を経て、消費者庁次長通知「栄養成分等検査の外部精度管理の実施について（平成29年4月20日消食表第225号）」に基づき、2017年より国立研究開発法人医薬基盤・健康・栄養研究所と一般財団法人食品薬品安全センターの共同で技能試験を提供している。栄養成分分析の技能試験は国内外で複数実施されているが^{*3}、本技能試験の特徴は、①公定法に準じて試験するよう指定されている、②直接測定せずに計算により求める熱量、炭水化物および食塩相当量が調査項目に含まれる、③公的機関（国や自治体の検査機関および登録検査機関）が参加者の7割以上を占め、さらに、全参加機関を母集団とした評価に加えて公的機関のみを母集団とした評価を行っている、④収去試験の担い手となる登録検査機関の約半数が参加している、ことが挙げられる。したがって、本技能試験で得られた結果の分布は、収去試験において生じうる機関間の検査結果のばらつきを強く反映していると言えるであろう。

本研究では、2017および2018年に実施された2回の技能試験の結果を解析し、国内の試験所で食品の栄養成分検査を実施した場合に予想される結果の分布および不適切と考えられる結果が報告された原因などに関する知見を得ることができたので報告する。

実験方法

1. 技能試験

1.1 調査試料の作製および品質評価

調査試料は、2017年調査および2018年調査ともに、日本ハム株式会社中央研究所で本技能試験のために作製され

た畜肉ソーセージを用いた。原材料（豚肉、鶏肉、小麦でんぷんなど）および添加物（トリポリリン酸ナトリウム、グルタミン酸ナトリウム、ピロリン酸カリウムなど）を、サイレントカッターなどを用いて粒子が確認されなくなるまで混合した。ポリ塩化ビニリデン製のフィルムに100 gずつ小分け充填し、レトルト殺菌したものを調査試料とした。

2017年調査試料に含まれる栄養成分の量は、一般流通している畜肉ソーセージに見られる量と比較して、タンパク質、炭水化物、食塩相当量についてはおおむね同等、熱量、脂質については少なめである。また、2018年調査試料に含まれる栄養成分の量は、一般流通している畜肉ソーセージにみられる量と比較して、熱量、タンパク質、脂質、炭水化物、食塩相当量についてはおおむね同等である。カルシウムの含有量については含む旨の栄養強調表示が、鉄の含有量については高い旨の栄養強調表示が可能な量となるように設計した。

調査試料の発送前にその均質性を評価するため、無作為に選択した10個につき $n=2$ でタンパク質、脂質、ナトリウム、水分、灰分、カルシウム（2018年調査のみ）、鉄（2018年調査のみ）の量を測定した。Cochran検定（上側危険率1%）により外れ値を除外した後、有効データについて一元配置分散分析を行い、 F 検定の p 値が0.05未満であることで均質性を確認した³⁾。また、調査試料の安定性を確認するため、技能試験の結果報告期限後すみやかに10個（2017年調査）または5個（2018年調査）の調査試料における栄養成分含量を測定し、均質性確認試験における結果の±20%以内の変動であることで安定性を確認した。

1.2 技能試験

本技能試験は、JIS Q 17043⁴⁾に基づき、JIS Q 17025⁵⁾の試験所認定において規定される技能試験の項目を満たすものとして実施した。参加機関は、2017年8月21日～9月19日または2018年8月20日～9月18日に調査試料中の熱量、タンパク質、脂質、炭水化物、ナトリウム、食塩相当量、水分、灰分、カルシウム（2018年調査のみ）、鉄（2018年調査のみ）の測定を行い、決められた様式にて結果および測定条件などを報告した。試験方法は、原則的に公定法に従うこととしたが、必要に応じて各機関の標準操作手順書を採用することとした。また、試験の反復数および公定法に試験条件や試験方法が複数記載されている場合の選択は各機関の判断に委ね、各機関が最も確かと考える1つの数値を報告することとした。

2. 統計解析

2.1 技能試験における報告値の評価

公的機関のみを母集団とした解析と、全機関を母集団とした解析の二通りを実施した。各機関からの報告値を集計した後、中央値を計算し、中央値±中央値×50%の範囲を超える報告値を除外した。有効データについてHuber's

^{*2} 含有量が少量の場合は許容差の範囲が異なる。熱量（25 kcal/100 g未満の場合）表示値±5 kcal；タンパク質、脂質、炭水化物（2.5 g/100 g未満の場合）表示値±0.5 g；ナトリウム（25 mg/100 g未満の場合）表示値±5 mg。

^{*3} 国内では、公益社団法人日本食品衛生協会食品衛生研究所や日本分析化学会が提供する技能試験がある。国外では、世界各国から参加者が集まる英国食料環境研究庁（The Food and Environment Research Agency, Fera）が提供する技能試験（Food Analysis Performance Assessment Scheme; FAPAS）が有名である。

H15/proposal 2に基づく統計解析を行い⁶⁾、付与値としてロバスト平均値および技能評価のための標準偏差としてロバスト標準偏差を算出し、下式に従い成績を表す統計指標を計算した。

$$z = \frac{x - X}{\hat{\sigma}}$$

z : 各機関の z -スコア, x : 各機関の報告値, X : 付与値, $\hat{\sigma}$: 技能評価のための標準偏差

$$D_{\%} = 100 \times \frac{x - X}{X}$$

$D_{\%}$: 各機関のパーセンテージ差分, x : 各機関の報告値, X : 付与値

各機関からの報告値は、データの正規分布を仮定できる場合、報告値の99.7%が含まれる範囲である z -スコアの絶対値が3未満であり、かつ調査試料に付与値が栄養成分表示されていた場合に許容される検査値の範囲であるパーセンテージ差分の絶対値が20%未満である場合に適正であると判定した。

2.2 Horwitz式に基づく相対標準偏差の推定

本技能試験では技能評価のための標準偏差として、各検査項目で得られたロバスト標準偏差を用いたが、Horwitzの修正式⁷⁾による計算値が利用されることもある⁸⁾。そこで、技能評価の相対標準偏差(RSD_R)との比較のため、Horwitzの修正式による相対標準偏差の予想値(PRSD_R)を算出した。なお、直接分析を行わずに計算で算出する成分の相対標準偏差は、以下のように計算した。タンパク質については、全窒素の測定値から計算した。食塩相当量については、ナトリウムの測定値から計算した。炭水化物については、タンパク質、脂質、水分、灰分の標準偏差を合成して計算した。熱量については、タンパク質、脂質、炭水化物に由来する熱量の標準偏差を合成して計算した¹⁾。

2.3 分析方法による結果の差の比較

2つの分析方法で得られた結果を比較するために、全機関の報告値から、中央値±中央値×50%の範囲を超える報告値を除外した後、JMP (バージョン11.0.0, SAS Institute Japan株式会社)を用いて統計解析を行った。対応がないデータとして F 検定により等分散性を確認した($p < 0.05$, 両側)。等分散が仮定できる場合は、Studentの t -検定、等分散が仮定できない場合は、Welchの t -検定による解析を行い、 $p < 0.05$ (両側)の場合、2法で得られた結果の平均値に差があると判定した。

結果および考察

1. 結果の概要

技能試験の結果の概要をTable 1に示した。義務表示項目である、熱量、タンパク質、脂質、炭水化物、食塩相当量について、いずれかの報告値が不適正と判定された機関は、2017年調査では全65機関中7機関(11%)であり、公的機関54機関中5機関(9%)であった。一方、2018年

調査では全73機関中11機関(15%)であり、公的機関54機関中7機関(13%)であった。

2017年調査および2018年調査の両方に参加した機関は全55機関(公的機関45機関)であった。このうち、2017年調査において義務表示項目の報告値が不適切だと判定された延べ12機関(公的機関5機関)のうち、2018年調査で改善が認められた機関は延べ8機関(公的機関4機関)であった。一方、2017年調査において義務表示項目の報告値が適切だと判定された延べ263機関(公的機関220機関)のうち、2018年調査では報告値が不適正と判定された機関は延べ14機関(公的機関10機関)であった。

公的機関のみを母集団とした解析と、全機関を母集団とした解析では、おおむね同一の付与値および標準偏差が得られた。これは、全参加機関の7割以上が公的機関であったことに加え、外れ値の影響を受けにくいロバストな統計手法で付与値および標準偏差を計算していることによると考えられた。

報告値のヒストグラムをFig. 1に示し、 $z = \pm 3$ を実線のラインで、 $D_{\%} = \pm 20\%$ を破線のラインで示した。タンパク質(Fig. 1A)、脂質(Fig. 1B)、熱量(Fig. 1F)および食塩相当量(Fig. 1H)については、 $z = \pm 3$ の実線のラインの外側に $D_{\%} = \pm 20\%$ の破線のラインがあるのに対し、炭水化物(Fig. 1E)については、 $z = \pm 3$ の実線のラインの内側に $D_{\%} = \pm 20\%$ の破線のラインが存在する。これは、収去試験が実施された際に、炭水化物の量が正しく表示されているにもかかわらず、それを許容差の範囲外の不適切な表示であると判定してしまう機関が、正規分布の自然なばらつきの範囲内で存在しうることを示唆している。

2. タンパク質

2017および2018年調査で用いた試料中のタンパク質含有量は、それぞれ約13 g/100 gおよび約12 g/100 gである。RSD_Rは両年とも約2%であり、Horwitzの修正式による予想値である3.5%より小さかった。報告値の分布は単峰性でありおおむね左右対称であった(Fig. 1A)。

分析方法については、ケルダール法を採用した機関が最も多く(2017年調査, 55機関, 85%; 2018年調査, 61機関, 84%)、次いで燃焼法を採用した機関であった(2017年調査, 10機関, 15%; 2018年調査, 11機関, 15%)。2つの分析方法で得られた結果の平均値を比較すると、ケルダール法で得られた結果は、燃焼法で得られた結果より有意に低かった(2017年調査, ケルダール法 13.22 ± 0.24 g/100 g vs. 燃焼法 13.51 ± 0.25 g/100 g, $p = 0.0007$; 2018年調査, ケルダール法 11.54 ± 0.30 g/100 g vs. 燃焼法 11.76 ± 0.29 g/100 g, $p = 0.0229$)。魚粉において、ケルダール法と比較して、燃焼法で高い定量値が得られる傾向があり、その原因として、ケルダール法による分解が不十分である可能性が指摘されている⁹⁾。本技能試験においても同様の傾向が認められたが、両法による分析結果の平均値の差は、 z -スコアに換算すると1.2(2017年調査)および1.0(2018年調査)であり、各機関の報告値の

評価に対する影響は大きくないと考えられた。なお、全機関が窒素・タンパク質換算係数として6.25を使用していた。

不適切な結果が報告された機関について、実測データおよび測定条件を検証したが、明らかな原因は見いだせなかった。ただし、そのうち1機関は、公定法とは測定原理が異なる近赤外線分光法（near infrared spectroscopy; NIRS）を応用した分析装置を用いて報告をしていた（ $z=12.8$, $D_{\%}=26\%$ ）。なお、当該装置を用いた結果報告は1事例のみであるため、その是非については評価不能であった。

3. 脂 質

2017年および2018年調査で用いた試料中の脂質含有量は、それぞれ約12 g/100 gおよび約21 g/100 gである。RSD_Rは約4%（2017年調査）および約2.5%（2018年調査）であり、Horwitzの修正式による予想値である2.7%（2017年調査）および2.2%（2018年調査）より若干大きかった。報告値の分布は単峰性であるもののやや左に歪んでおり（Fig. 1B）、脂質の抽出不足などにより低値を示す機関が多い傾向が示唆された。

分析方法については、エーテル抽出法を採用した機関が最も多く（2017年調査, 41機関, 63%; 2018年調査, 45機関, 62%）、次いで酸分解法を採用した機関であった（2017年調査, 24機関, 37%; 2018年調査, 27機関, 37%）。2つの分析方法で得られた結果の平均値を比較すると、2017年調査においては、エーテル抽出法で得られた結果は、酸分解法で得られた結果より有意に低かった（2017年調査, エーテル抽出法 11.92 ± 0.64 g/100 g vs. 酸分解法 12.50 ± 0.40 g/100 g, $p=0.0001$; 2018年調査, $p=0.1264$ ）。しかし、両法による分析結果の平均値の差は、 z -スコアに換算すると1.2であり、各機関の報告値の評価に対する影響は大きくないと考えられた。

2018年調査において、報告値が不適切だと考えられた1機関は（ $z=-9.9$, $D_{\%}=-27\%$ ）、エーテル抽出法を採用していたが、他機関と比較して試料採取量が多かった（5 g以上）。試料採取量が過剰な場合に脂質の値が低値となる傾向は、過去に実施した技能試験の試行調査²⁾でも認められており、有機溶媒による脂質の抽出が不十分となった可能性が考えられた。

4. 灰 分

2017年および2018年調査で用いた試料中の灰分は、ともに約3 g/100 gである。RSD_Rは両年とも約2%であり、Horwitzの修正式による予想値である3.4%より若干小さかった。報告値の分布は単峰性でありおおむね左右対称であった（Fig. 1C）。

分析方法については、全機関が直接灰化法を採用していた。報告値が不適切となった原因については、明らかにすることができなかった。

5. 水 分

2017および2018年調査で用いた試料中の水分含有量

は、それぞれ約64 g/100 gおよび約56 g/100 gである。RSD_Rは約0.4%（2017年調査）および約0.7%（2018年調査）であり、Horwitzの修正式による予想値である1.3%より小さかった。報告値の分布は単峰性でありおおむね左右対称であった（Fig. 1D）。

分析方法については、ほとんどすべての機関が常圧加熱乾燥法を採用しており、乾燥補助剤を用いた機関（2017年調査, 34機関, 53%; 2018年調査, 40機関, 56%）と、用いなかった機関（2017年調査, 29機関, 45%; 2018年調査, 31機関, 43%）があった。乾燥補助剤の有無により得られた結果に有意差はなかった（2017年調査, $p=0.1897$; 2018年調査, $p=0.5274$ ）。

不適切な結果となった原因として、乾燥温度が低過ぎることによる乾燥不十分、あるいは乾燥時間が長すぎることに由来する過加熱が疑われた機関があった。また、乾燥不十分が疑われた機関は、乾燥が完了して恒量に達したことを確認するための判定基準を設けていないことが多かったが、逆に、恒量の基準に適合するため必要以上に乾燥を繰り返し、過加熱となったと疑われた機関もあった。いずれにせよ、加熱乾燥後の試料に色調の不自然なむらや焦げなどがないか目視確認することが重要であると考えられた。

6. 炭 水 化 物

2017および2018年調査で用いた試料中の炭水化物含有量は、ともに約8 g/100 gである。RSD_Rは約8%（2017年調査）および約9%（2018年調査）であり、Horwitzの修正式による予想値である12%より小さかった。

分析方法については、NIRSを応用した分析装置を用いて報告をしていた1機関を除き、差し引き法が採用されており、食品の重量から、タンパク質、脂質、灰分および水分量を除いて求められた。報告値の分布は単峰性であるもののやや右に歪んでおり（Fig. 1E）、高値を示す機関が多い傾向が示唆された。これは、脂質の分布がやや左に歪んでいたことに影響されたためだと考えられた。なお、2017および2018年調査で、炭水化物の報告値が不適切だと疑われた9機関のうち、差し引き計算に使用する各成分の報告値が同時に疑われた機関の数は、タンパク質, 2機関; 脂質, 5機関; 灰分, 0機関, 水分3機関であった。

炭水化物の報告値のばらつきには、タンパク質、脂質、灰分および水分量のばらつきが影響するため、タンパク質や脂質の報告値と比較してRSD_Rが大きかった。一般的に、RSD_Rは測定される成分の含有量が低下するにつれて大きくなることから、炭水化物含有量が数g/100 gの食品については、試験機関による結果のばらつきが本研究より大きくなる可能性に留意し、単一の機関から許容差の範囲外の数値が報告されたことをもって表示値が不適切だと断定するべきではないと考えられた。

7. 熱 量

2017および2018年調査で用いた試料の熱量は、それぞれ約190 kcal/100 gおよび約270 kcal/100 gである。RSD_Rは約1.5%（2017年調査）および約1.3%（2018年

Table 1. Summary of the results of proficiency testing schemes for nutrition analysis in Japan (2017–2018)

Variable	2017		2018	
	Public organizations (<i>n</i> = 54)	All organizations (<i>n</i> = 65)	Public organizations (<i>n</i> = 54)	All organizations (<i>n</i> = 73)
Protein				
<i>X</i> (g/100 g)	13.28	13.28	11.56	11.55
$\hat{\sigma}$ (g/100 g)	0.23	0.24	0.25	0.23
RSD _R (%)	1.7	1.8	2.2	2.0
PRSD _R (%)	3.5	3.5	3.6	3.6
$ z < 3$ and $ D_{\%} < 20\%$ (<i>n</i>)	54	65	52	69
$ z \geq 3$ or $ D_{\%} \geq 20\%$ (<i>n</i>)	0	0	2	4
Fat				
<i>X</i> (g/100 g)	12.22	12.21	21.12	21.16
$\hat{\sigma}$ (g/100 g)	0.49	0.49	0.54	0.57
RSD _R (%)	4.0	4.0	2.6	2.7
PRSD _R (%)	2.8	2.8	2.2	2.2
$ z < 3$ and $ D_{\%} < 20\%$ (<i>n</i>)	53	62	53	71
$ z \geq 3$ or $ D_{\%} \geq 20\%$ (<i>n</i>)	1	3	1	2
Ash				
<i>X</i> (g/100 g)	2.799	2.803	2.709	2.711
$\hat{\sigma}$ (g/100 g)	0.070	0.063	0.058	0.058
RSD _R (%)	2.5	2.2	2.1	2.1
PRSD _R (%)	3.4	3.4	3.4	3.4
$ z < 3$ and $ D_{\%} < 20\%$ (<i>n</i>)	53	62	53	71
$ z \geq 3$ or $ D_{\%} \geq 20\%$ (<i>n</i>)	1	2	1	1
Moisture				
<i>X</i> (g/100 g)	63.79	63.77	56.41	56.39
$\hat{\sigma}$ (g/100 g)	0.23	0.23	0.37	0.38
RSD _R (%)	0.4	0.4	0.7	0.7
PRSD _R (%)	1.3	1.3	1.3	1.3
$ z < 3$ and $ D_{\%} < 20\%$ (<i>n</i>)	53	63	48	65
$ z \geq 3$ or $ D_{\%} \geq 20\%$ (<i>n</i>)	1	1	6	7
Carbohydrate				
<i>X</i> (g/100 g)	7.91	7.97	8.21	8.16
$\hat{\sigma}$ (g/100 g)	0.61	0.63	0.78	0.76
RSD _R (%)	7.7	7.9	9.5	9.3
PRSD _R (%)	12.5	12.4	11.9	12.0
$ z < 3$ and $ D_{\%} < 20\%$ (<i>n</i>)	53	61	50	66
$ z \geq 3$ or $ D_{\%} \geq 20\%$ (<i>n</i>)	1	3	4	6
Energy				
<i>X</i> (kcal/100 g)	194.5	194.5	269.4	269.5
$\hat{\sigma}$ (kcal/100 g)	2.9	3.0	3.5	3.6
RSD _R (%)	1.5	1.6	1.3	1.3
PRSD _R (%)	2.7	2.7	2.2	2.2
$ z < 3$ and $ D_{\%} < 20\%$ (<i>n</i>)	53	61	52	69
$ z \geq 3$ or $ D_{\%} \geq 20\%$ (<i>n</i>)	1	3	2	3
Sodium				
<i>X</i> (mg/100 g)	834	837	834	833
$\hat{\sigma}$ (mg/100 g)	35	37	31	31
RSD _R (%)	4.2	4.5	3.7	3.7
PRSD _R (%)	4.1	4.1	4.1	4.1
$ z < 3$ and $ D_{\%} < 20\%$ (<i>n</i>)	51	60	51	67
$ z \geq 3$ or $ D_{\%} \geq 20\%$ (<i>n</i>)	3	4	3	4
Salt equivalent				
<i>X</i> (g/100 g)	2.119	2.126	2.118	2.116
$\hat{\sigma}$ (g/100 g)	0.091	0.095	0.080	0.079
RSD _R (%)	4.3	4.5	3.8	3.7
PRSD _R (%)	4.1	4.0	4.1	4.1
$ z < 3$ and $ D_{\%} < 20\%$ (<i>n</i>)	51	60	51	67
$ z \geq 3$ or $ D_{\%} \geq 20\%$ (<i>n</i>)	3	4	3	4

Table 1. Continued

Variable	2017		2018	
	Public organizations (<i>n</i> = 54)	All organizations (<i>n</i> = 65)	Public organizations (<i>n</i> = 54)	All organizations (<i>n</i> = 73)
Calcium				
<i>X</i> (mg/100 g)	N/A	N/A	116.3	116.1
$\hat{\sigma}$ (mg/100 g)	N/A	N/A	8.3	9.0
RSD _R (%)	N/A	N/A	7.1	7.8
PRSD _R (%)	N/A	N/A	5.5	5.5
$ z < 3$ and $ D_{\%} < 20\%$ (<i>n</i>)	N/A	N/A	33	44
$ z \geq 3$ or $ D_{\%} \geq 20\%$ (<i>n</i>)	N/A	N/A	6	6
Iron				
<i>X</i> (mg/100 g)	N/A	N/A	3.72	3.70
$\hat{\sigma}$ (mg/100 g)	N/A	N/A	0.27	0.28
RSD _R (%)	N/A	N/A	7.3	7.6
PRSD _R (%)	N/A	N/A	9.4	9.2
$ z < 3$ and $ D_{\%} < 20\%$ (<i>n</i>)	N/A	N/A	36	47
$ z \geq 3$ or $ D_{\%} \geq 20\%$ (<i>n</i>)	N/A	N/A	3	3

X: assigned value, $\hat{\sigma}$: standard deviation for proficiency assessment, RSD_R: relative standard deviation for proficiency assessment, PRSD_R: predicted relative standard deviation, $|z|$: absolute value of *z*-score, $|D_{\%}|$: absolute value of percentage difference, *n*: number, N/A: not applicable

調査)であり, Horwitzの修正式による予想値である2.7および2.2%より小さかった。報告値の分布は単峰性であるもののやや左に歪んでおり (Fig. 1F), 脂質の分布が歪んでいる影響であると考えられた。

分析方法については, ほとんどの機関が修正アトウォーター法を採用しており, 係数は, タンパク質4 kcal/g, 脂質9 kcal/g, 炭水化物4 kcal/gであった。

不適切な結果となった原因は, 他より熱量が大きい脂質の分析値が低値となったため, 熱量を有さない水分の分析値が高値となったため, または計算ミスのためなどが考えられた。

8. ナトリウムおよび食塩相当量

2017年および2018年調査で用いた試料中のナトリウム含有量は, とともに約830 mg/100 gである。RSD_Rは両年とも約4%であり, Horwitzの修正式による予想値である4.1%と同程度であった。報告値の分布は単峰性でおおむね左右対称であった (Fig. 1G)。

分析方法については, 原子吸光光度法を採用した機関が最も多く (2017年調査, 55機関, 86%; 2018年調査, 51機関, 83%), 次いで誘導結合プラズマ発光分析法を採用した機関であった (2017年調査, 9機関, 14%; 2018年調査, 10機関, 14%)。2つの分析方法で得られた結果の平均値を比較すると, 原子吸光光度法で得られた結果は, 誘導結合プラズマ発光分析法で得られた結果より有意

に高かった (2017年調査, 原子吸光光度法840±43 mg/100 g vs. 誘導結合プラズマ発光分析法805±66 mg/100 g, *p*=0.0486; 2018年調査, 原子吸光光度法835±39 mg/100 g vs. 誘導結合プラズマ発光分析法797±58 mg/100 g, *p*=0.0092)。しかし, 測定装置の違いによる分析結果の平均値の差は, *z*-スコアに換算すると1.0 (2017年調査) および1.1 (2018年調査) であり, 各機関の報告値の評価に対する影響は大きくないと考えられた。また, 試験溶液調製法としては, 灰化法を採用した機関 (2017年調査, 30機関, 47%; 2018年調査, 30機関, 42%) と, 塩酸抽出法を採用した機関 (2017年調査, 33機関, 52%; 2018年調査, 36機関, 51%) が, おおむね同程度で主流であった。二つの試験溶液調製法で得られた結果に有意差はなかった (2017年調査, *p*=0.8352; 2018年調査, *p*=0.1460)。

不適切な結果となった原因は, 1機関については計算ミスによるものであったが, その他の機関については明らかにすることができなかった。

食塩相当量については, 全機関がナトリウムの分析値に係数を乗じて算出しており, 報告値はナトリウムの報告値と同じ傾向を示した (Fig. 1H)。なお, ナトリウムから食塩相当量への換算係数は, 食品表示法において2.54と定められており, ほとんどの機関がこの数字を使用していたが, 一部2.5421などの異なる数値を使用している場合が

Fig. 1. Mirrored histograms of the results of proficiency testing schemes for nutrition analysis in Japan (2017–2018)

The distribution of the laboratory values (white columns, public organizations; shaded columns, other organizations) in the 2017 scheme are shown on the top and those of the 2018 scheme are shown on the bottom. Solid lines represent the values corresponding to *z*-scores of ±3. Dashed lines represent the values corresponding to percentage differences of ±20%. N/A: not applicable.

あった。

9. カルシウム

カルシウムに関する技能試験については、2018年の技能試験において任意参加項目として実施したもので、参加機関は全50機関（公的機関39機関）である。試料中のカルシウム含有量は、約120 mg/100 gであり、RSD_Rは約7%でHorwitzの修正式による予想値である5.5%より大きかった。報告値の分布は単峰性であるものの左に歪んでおり（Fig. 1I）、低値を示す機関が多い傾向が示唆された。また、炭水化物と同様に $z=\pm 3$ の実線のラインの内側に $D_{\%}=\pm 20\%$ の破線のラインが存在した。カルシウムにおいては、表示値の $-20\sim+50\%$ が許容差の範囲と定められているが、表示値の許容範囲を若干下回る単一の報告値に基づき表示値の違反を判断することは危険であることが示唆された。

分析方法については、原子吸光光度法を採用した機関が最も多く（30機関、60%）、次いで誘導結合プラズマ発光分析法を採用した機関であった（20機関、40%）。2つの分析方法で得られた結果に有意差はなかった（2018年調査、 $p=0.2495$ ）。

不適切な結果となった原因として、原子吸光光度法における干渉抑制剤の不使用が考えられた機関が1機関あったが、その他の機関については明らかにすることができなかった。

10. 鉄

鉄に関する技能試験については、2018年の技能試験において任意参加項目として実施したもので、参加機関は全50機関（公的機関39機関）である。試料中の鉄の含有量は、約4 mg/100 gであり、RSD_Rは約7%でHorwitzの修正式による予想値である9.3%より小さかった。報告値の分布は単峰性でありおおむね左右対称であった（Fig. 1J）。また、鉄についても、 $z=\pm 3$ の実線のラインと $D_{\%}=\pm 20\%$ の破線のラインが近接しており、カルシウムと同様に、許容範囲（表示値の $-20\sim+50\%$ ）を若干下回った単一の報告値のみから、表示値が不適切だと断定できないことが示唆された。

分析方法については、原子吸光光度法を採用した機関（26機関、52%）と、誘導結合プラズマ発光分析法を採用した機関（23機関、46%）がおおむね同程度で主流であった。2つの分析方法で得られた結果に有意差はなかった（2018年調査、 $p=0.3180$ ）。報告値が不適切となった原因については、明らかにすることができなかった。

ま と め

2017年および2018年に実施された畜肉ソーセージを検体とした栄養成分分析に関する技能試験の結果を解析した。

義務表示項目である、熱量、タンパク質、脂質、炭水化物、食塩相当量について、いずれかの報告値が不適正と判定された機関は、2017年調査では全65機関中7機関

（11%）であり、公的機関54機関中5機関（9%）であった。一方、2018年調査では全73機関中11機関（15%）であり、公的機関54機関中7機関（13%）であった。

機関間の報告値のばらつきを示す指標であるRSD_Rは、タンパク質=2%、脂質=3%、灰分=2%、水分=0.5%、炭水化物=9%、熱量=1%、ナトリウム（食塩相当量）=4%、カルシウム=7%、鉄=7%程度であった。ただし、これらはあらかじめ均質に調製した調査試料の分析に基づく数値であり、各機関で均質化操作を実施する場合は、これより大きな値になる可能性に留意する必要がある。

参加機関の7割以上が、収去食品の栄養成分分析を担当する公的機関であったことから、本技能試験の報告値の分布は、収去試験において生じうる機関間の検査結果のばらつきを強く反映していると考えられる。炭水化物の表示値が数g/100 g以下の食品については、機関間の検査値のばらつきが表示値の許容範囲以上となる可能性が否定できないことから、収去試験においては、単一の機関から許容差の範囲外の数値が報告されたことをもって表示値が不適切だと断定するべきではないと考えられた。

本研究の限界として、調査試料の食品形態が畜肉ソーセージに限られるという点が挙げられる。上述した各栄養成分のRSD_Rは食品形態により変動しうる。我々は、2019年および2020年には穀物シリアルを調査試料とした技能試験を予定しており、これらの結果と合わせて解析することにより、加工食品の栄養成分分析についてより汎用性の高い知見が得られると期待される。

謝 辞

栄養成分検査の外部精度管理調査成績評価委員会の委員として貴重なご助言を賜りました農業・食品産業技術総合研究機構の安井明美博士および内藤成弘博士ならびに実践女子大学名誉教授の西島基弘博士に深謝いたします。調査試料の作製にご尽力いただきました日本ハム株式会社中央研究所の荒川史博氏に感謝申し上げます。調査試料の品質評価試験にご助力いただきました医薬基盤・健康・栄養研究所の堀尚子氏、データの統計解析にご助力いただきました食品薬品安全センター秦野研究所の鈴木達也氏に感謝申し上げます。

文 献

- 1) Takebayashi, J. Matsumoto, T, Ishimi, Y. Ensuring the reliability of nutrition labeling values: a preliminary study on the establishment of a methodology for proficiency testing of laboratories for nutritional analysis. Eiyogaku Zasshi (The Japanese Journal of Nutrition and Dietetics), **73**, 8-15 (2015).
- 2) Takebayashi, J. Matsumoto, T, Ishimi, Y. Ensuring the reliability of nutrition labeling values: an attempt at proficiency testing of major nutrients analysis. Eiyogaku Zasshi (The Japanese Journal of Nutrition and Dietet-

- ics), **75**, 3–18 (2017).
- 3) 安井明美編集委員長, 最新版食品分析法の妥当性確認ハンドブック. 千葉, サイエンスフォーラム, 2010, p. 79–83. (ISBN 978-4-905098-00-3)
  - 4) JIS Q 17043, 適合性評価–技能試験に対する一般要求事項 (2011).
  - 5) JIS Q 17025, 試験所及び校正機関の能力に関する一般要求事項 (2018).
  - 6) Analytical Methods Committee. Robust statistics–how not to reject outliers. Part 1. Basic concepts. *Analyst*, **114**, 1693–1697 (1989).
  - 7) Thompson, M. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing. *Analyst*, **125**, 385–386 (2000).
  - 8) JIS Z 8405, 試験所間比較による技能試験のための統計的方法 (2008).
  - 9) Kubota, T. Oshida, T., Yanai, K., Inoue, Y., Matsui, S., Matsumoto, T., Ishikuro, E., Yasui, A. Improvement of the conditions for the determination of total nitrogen in fish meal in kjeldahl method and its comparison with dumas method. *Bunseki Kagaku*, **60**, 67–74 (2011).