

栄養成分表示の分析方法の測定誤差等 に関する基礎資料

報告書

令和6年 3 月

国立研究開発法人医薬基盤・健康・栄養研究所

本報告書は、消費者庁の委託を受け、国立研究開発法人医薬基盤・健康・栄養研究所が取りまとめたものである。

目次

1. 概要.....	3
I. 複数の分析試験機関における栄養成分の分析試験の実施及び取りまとめ.....	3
II. 許容差の範囲に関する考え方の整理.....	4
2. 背景と目的.....	6
3. 複数の分析試験機関における栄養成分の分析試験の実施及び取りまとめ	7
(1) 方法.....	7
I. 対象とした栄養成分.....	7
II. 食品検体.....	7
III. 複数の試験機関における栄養成分の分析試験の実施.....	8
IV. 試験結果の統計解析.....	9
(2) 結果及び考察.....	10
I. パントテン酸.....	10
II. ビオチン.....	11
III. ビタミン B ₁	13
IV. ビタミン B ₂	15
V. ビタミン B ₁₂	16
VI. ビタミン C.....	18
VII. 食物繊維.....	20
VIII. たんぱく質.....	22
IX. ナトリウム.....	24
4. 許容差の範囲に関する考え方の整理.....	26
(1) 試験室間誤差が、Horwitz 式の修正式 (Thompson の式) から予想される妥当な範囲内 であると考えられる場合	26
(2) 大きな試験室間誤差が、試験方法の違いにより生じている可能性が考えられる場合.....	26
(3) 大きな試験室間誤差が、検体中含有量の低さにより生じている可能性が考えられる場合	27
(4) 試験室間誤差と許容差の範囲に関する考え方の素案 (フロー図)	28

1. 概要

I. 複数の分析試験機関における栄養成分の分析試験の実施及び取りまとめ

目的:

食品表示基準(平成 27 年内閣府令第 10 号)における栄養成分等の分析方法等については、同基準の別表第9第3欄に測定及び算出の方法が掲げられており、「食品表示基準について(平成 27 年 3 月 30 日消食表第 139 号消費者庁次長通知)別添 栄養成分等の分析方法等」(以下「分析等通知」という。)で具体的な手法を示している。地方公共団体等は食品の収去及び試験等を行い、栄養成分表示の表示値の適否を監視している。しかし、測定値に必ず含まれる測定誤差に関する実態は明らかとなっていない。そこで、分析等通知の方法による測定値の試験室間誤差を明らかにすることを目的とする。

調査方法:

4 種類の食品(パン、調製粉乳、飲料、サプリメント)について、国内 7 か所の分析試験機関において、9 種類の栄養成分(パントテン酸、ビオチン、ビタミン B₁、ビタミン B₂、ビタミン B₁₂、ビタミン C、食物繊維、たんぱく質、ナトリウム)に関する分析試験を実施した。回収したデータに対し、外れ値検定を行い、平均値、室間再現標準偏差(s_R)、室間再現相対標準偏差(RSD_R)を計算した。また、Horwitz 式の修正式(Thompson の式)に従い室間再現相対標準偏差の予想値($PRSD_R$)を計算し、HorRat 値による評価を行った。

結果及び考察:

試験室間誤差は次の場合を除き、Horwitz 式の修正式(Thompson の式)から予想される妥当な範囲内であることが示唆された。ビタミン B₁の測定についてはジベソイルチアミンが添加されている場合、ビタミン C の測定については含有量が最小表示値付近の場合、食物繊維については特にカルシウムを豊富に含む場合及び含有量が最小表示値付近の場合、たんぱく質の測定については最小表示値以下の場合

及びケルダール法と燃焼法で測定値に違いが生じる場合において、無視できない試験室間誤差が生じると考えられた。

II. 許容差の範囲に関する考え方の整理

目的：

国及び地方公共団体で、食品の収去及び試験等を行った際に、許容差の範囲の境界付近の測定値が得られた場合について、地方公共団体等や食品関連事業者の実行可能性及び複数の分析試験機関における栄養成分の分析試験の取りまとめ結果を考慮し、許容差の範囲に関する考え方の素案を示す。

調査方法：

「I. 複数の分析試験機関における栄養成分の分析試験の実施及び取りまとめ」で明らかとした試験室間誤差をモデルケースとし、HorRat 値、食品表示基準における最小表示値、栄養素等表示基準値等を勘案し、許容差の範囲に関する考え方を整理した。

結果及び考察：

(1) 試験室間誤差が、Horwitz 式の修正式(Thompson の式)から予想される妥当な範囲内(目安として HorRat 値 $\leq$ 2)であると考えられる場合は、許容差の範囲を見直す必要はなく、試験室間誤差が生じる可能性を勘案して、測定値を解釈すべきである。

(2) 大きな試験室間誤差(目安として HorRat 値 $>$ 2)が、試験方法の違いにより生じている可能性が考えられる場合は、本質的には許容差の範囲と無関係であり、見直しを行う必要はない。適切な分析方法に基づいて試験を行うべきである。

(3-1) 義務又は推奨表示事項である場合は、低含有量であっても表示を行う必要がある。検体中の含有量の低さにより、大きな試験室間誤差(目安として HorRat 値 $>$ 2) が考えられる場合は、許容差の範囲を見直すべきである。今回の検討の範囲では、食物繊維の許容差の範囲を、炭水化物及び糖質と同様に、2.5g/100g未満の

食品においては表示値 $\pm 0.5\text{g}/100\text{g}$ とし、0と表示することができる量についても0.5g未満とすることが妥当であると考えられた。

(3-2) 任意項目である場合は、検体中の含有量の低さにより、大きな試験室間誤差（目安として HorRat値 >2 ）が考えられたとしても、表示を行わないという選択肢が存在するため、許容差の範囲を見直す必要はない。

(4) 対象成分としたパントテン酸、ビオチン、ビタミンB₁、ビタミンB₂、ビタミンB₁₂、ビタミンC、食物繊維、たんぱく質、ナトリウムについて、試験室間誤差と許容差の範囲に関する考え方の素案として、(1)～(3)をまとめた一連のフロー図を以下に示す。

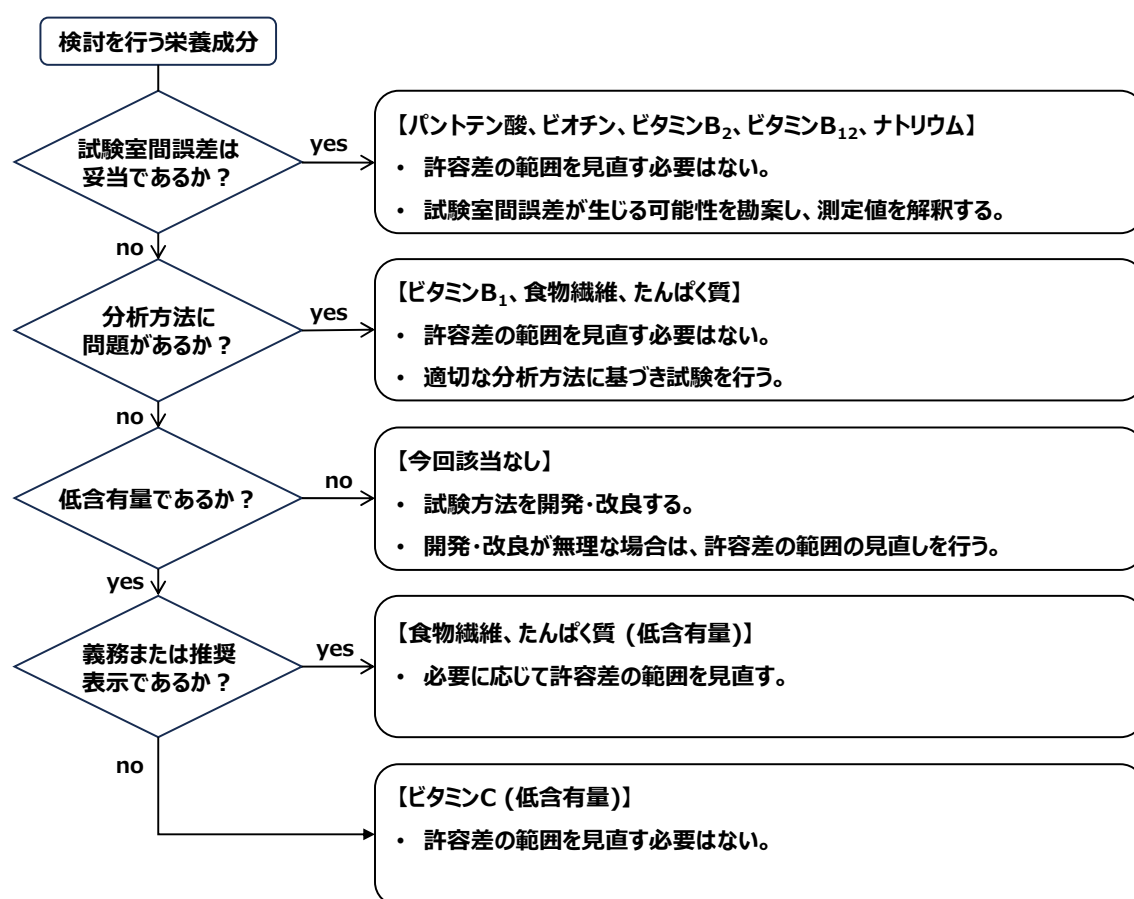


図 1. 試験室間誤差と許容差の範囲に関する考え方のフロー図

2. 背景と目的

食品表示基準における栄養成分等の分析方法等については、同基準の別表第9第3欄に測定及び算出の方法が掲げられており、分析等通知で具体的な手法を示している。

食品関連事業者は、分析等通知の方法により得られた測定値が栄養成分表示の表示値の許容差の範囲内になるよう、製品を管理する必要がある。その一方で、地方公共団体等は、食品の収去及び試験等を行い、栄養成分表示の表示値の適否を監視している。しかし、測定値には必ず誤差が含まれるため、測定値が許容差の範囲の境界付近である場合、その解釈に苦慮している。

そのため、当該業務では、測定誤差が測定値に及ぼす影響を明らかにし、地方公共団体等や食品関連事業者の実行可能性を考慮したうえで、許容差の範囲の考え方に関する基礎資料を得ることを目的とする。

3. 複数の分析試験機関における栄養成分の分析試験の実施及び取り まとめ

(1) 方法

I. 対象とした栄養成分

表 1 に、今回の検討の対象とした 9 種類の栄養成分と、その選定理由を示した。

表 1. 対象とした栄養成分

栄養成分	選定理由 ^{a)}			
	1	2	3	4
パントテン酸	○	○	—	—
ビオチン	○	○	—	—
ビタミンB ₁₂	○	○	—	—
ビタミンB ₁	—	○	—	—
ビタミンB ₂	—	○	—	—
ビタミンC	—	○	—	—
食物繊維	—	—	○	—
たんぱく質	—	—	—	○
ナトリウム	—	—	—	○

○：該当、—：非該当

^{a)} 選定理由

1. 食品表示基準別表第 9 において、分析誤差が生じやすいと考えられる微生物学的定量法での分析を要するため。
2. 日本人の食事摂取基準(2020 年版)で耐容上限量が設けられておらず、許容差の範囲の見直しが考えられるため。
3. 食品表示基準において、推奨表示事項に位置付けられているが、同基準別表第 9 に 0 と表示することができる量が定められていないため。
4. 比較対象として、試験室間における分析誤差が生じにくいと考えられる栄養成分を加えるため。

II. 食品検体

対象成分の含有量や食品の形態により分析難易度が異なるため、結果的に分析誤差の幅も異なると考えられる。そこで栄養成分表示に対象成分のビタミン類(パントテン酸、ビオチン、ビタミン B₁、ビタミン B₂、ビタミン B₁₂、ビタミン C)全ての含有量

の表示がされている食品から幅広く 4 種類の検体を選択した(表 2)。

表 2. 食品検体

食品検体	ビタミン類 の含有量	分析のため必要 な前処理	配付検体の作成方法	保存方法	備考
パン	低	粉碎・均質化と 抽出が必要。	同一製造所で製造された同一 賞味期限の製品 58 個を、フー ドプロセッサ (パナソニック製、 MK-K62) で荒く粉碎した。70 Lポリ袋に合わせ、振とう混和し た後、ラミネート袋20袋に封入 し、配付検体とした。	冷蔵	製品は常温保存品であるが、配付 検体作成のために包装を開封して処 理をしたため、ビタミン類の損耗や腐 敗等を抑制するため、冷蔵保存する よう各試験機関に依頼した。
調製粉乳	低	粉末状であり、 粉碎・均質化は 不要であるが、 抽出が必要。	同一ロットの大缶 (800 g) 4 缶から、等量 (20 g/缶) ずつ 採取し、ラミネート袋に封入し、 配付検体とした。	常温	特別用途食品 (乳児用調製粉乳) を用いたが、各試験機関には、許可 基準値から含有量を推測できないよ うに検体名を「調製粉乳」と伝えた。
飲料	中	液状であり、粉 砕・均質化と抽 出は不要。	同一ロットの製品 (アルミボトル 入り) を 30 本入手し、未開封 のまま配付検体とした。	常温	ビタミン強化飲料
サプリメント	高	粉碎・均質化と 抽出が必要。	同一ロットの製品 (60粒/袋) 28袋から、等量 (2粒/袋) ずつ 採取し、ラミネート袋に封入し、 ビタミン分析用の配付検体とし た。また、複数ロットの製品 125 袋から、等量 (2粒/袋) ずつ採 取し、食物繊維・たんぱく質・ナ トリウム用の配付検体とした。	常温	マルチビタミンタブレット

III. 複数の試験機関における栄養成分の分析試験の実施

日本国内で対象成分のビタミン類の分析を受託している 7 か所の分析機関(うち健康増進法に基づく登録試験機関であるもの 4 か所、食品衛生法に基づく登録検査機関であるもの 6 か所)に対して分析依頼を行った。分析方法は、分析等通知で示された方法に準ずるよう依頼したが、分析等通知の通則第 2 項及び第 3 項の内容を含めたものとして実施した。各試験機関において、ビタミン類(パントテン酸、ビオチン、ビタミン B₁、ビタミン B₂、ビタミン B₁₂、ビタミン C)の試験を 2023 年 12 月下旬～2024 年 2 月下旬に、食物繊維、たんぱく質、ナトリウムの試験を 2024 年 1 月下旬～2024 年 2 月下旬に行い、有効数字 3 桁で示した 100g 当たりの含有量の試験結果を回収した。

IV. 試験結果の統計解析

回収したデータから、中央値±中央値×50%の範囲を超える報告値を原則的に除外した後に、平均値、室間再現標準偏差(s_R)及び室間再現相対標準偏差(RSD_R)を計算した。

試験室間における測定誤差の評価として、平均値から求めた質量分率(C)に基づき、以下の Horwitz 式の修正式(Thompson の式)に従い、室間再現相対標準偏差の予想値($PRSD_R$)を計算し、HorRat 値による評価を行った。HorRat 値は値が小さいほど試験室間における分析誤差が小さいことを示しており、正常範囲は 0.5～2.0 とされる。

$$PRSD_R = \begin{cases} 22 & C < 1.2 \times 10^{-7} \\ 2C^{-0.1505} & 1.2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0.138 \\ C^{-0.5} & C > 0.138 \end{cases}$$

$$\text{HorRat} = RSD_R / PRSD_R$$

さらに、平均値が「食品表示基準について」で示された各栄養成分の含有量の最小表示の位付近又はそれ以下の場合については別途考察を加えた。

(2) 結果及び考察

I. パントテン酸

測定結果の大部分は「微生物学的定量法」によるものであるが、試験機関 A の飲料及びサプリメントに関する結果は「高速液体クロマトグラフ法」によるものである。今回検討した検体に含まれるパントテン酸は、3.04~1,690 mg/100g であり、最小表示値よりも大きかった(表3)。試験室間の測定誤差は RSD_R で 7.8~14.0% であった。HorRat 値は 1.4~2.1 であり、おおむね正常範囲であった(図2)。

以上の結果から、パントテン酸の測定における試験室間誤差は Horwitz 式の修正式(Thompson の式)から予想される妥当な範囲内であることが示唆された。

表 3. パントテン酸に関する試験室間測定誤差

試験機関	検体			
	パン	調製粉乳	飲料	サプリメント
A	3.53	6.07	6.99 [†]	1,660 [†]
B	3.46	7.52	9.35	1,570
C	2.88	6.52	7.21	1,820
D	2.61	5.97	7.36	1,830
E	-	-	-	-
F	2.72	5.51	6.80	1,560
G	-	-	-	-
試験機関数 ^{a)}	5	5	5	5
平均値 (mg/100 g)	3.04	6.32	7.5	1,690
s_R (mg/100 g)	0.43	0.76	1.0	130
最小表示値 ^{b)} (mg)	0.1	0.1	0.1	0.1
RSD_R (%)	14.0	12.1	13.7	7.8
$PRSD_R$	9.6	8.6	8.3	3.7
HorRat	1.5	1.4	1.6	2.1

-: 未測定

特に注釈がない場合は「微生物学的定量法」による試験結果を示す。

[†] 「液体クロマトグラフ法」による試験結果

^{a)} 解析に用いた試験室数

^{b)} 食品表示基準について

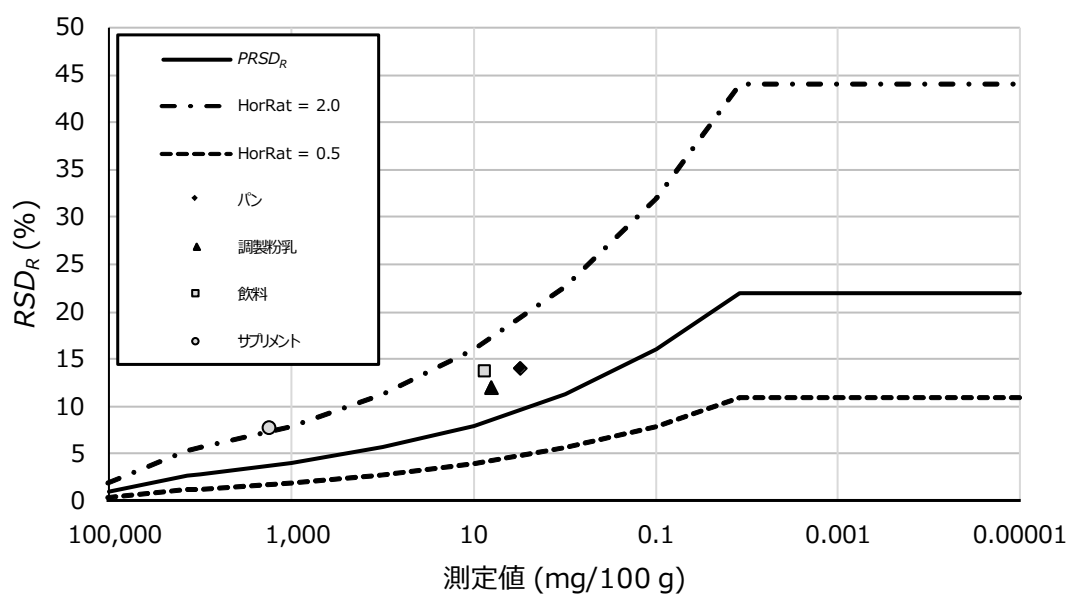


図2. パントテン酸の試験室間測定誤差と濃度の関係

II. ビオチン

測定結果は全て「微生物学的定量法」によるものである。今回検討した検体に含まれるビオチンは、 $19.9 \sim 10,800 \mu\text{g}/100\text{g}$ であり、最小表示値よりも大きかった（表4）。試験室間の測定誤差は RSD_R で $9.0 \sim 16.7\%$ であった。HorRat 値は $0.4 \sim 1.7$ であり、おおむね正常範囲であった（図3）。

以上の結果から、ビオチンの測定における試験室間誤差は Horwitz 式の修正式（Thompson の式）から予想される妥当な範囲内であることが示唆された。

表 4. ビオチンに関する試験室間測定誤差

試験機関	検体			
	パン	調製粉乳	飲料	サプリメント
A	19.2	26.2	45.6	11,500
B	19.5	22.4	46.7	8,990
C	19.1	20.9	40.3	10,600
D	18.5	19.8	33.6	10,100
E	-	-	-	-
F	23.0	24.4	53.1	12,900
G	-	-	-	-
試験機関数 ^{a)}	5	5	5	5
平均値 (μg/100 g)	19.9	22.7	43.9	10,800
s_R (μg/100 g)	1.8	2.6	7.3	1,500
最小表示値 ^{b)} (μg)	1	1	1	1
RSD_R (%)	9.0	11.4	16.7	13.6
$PRSD_R$	20.4	20.0	18.1	7.9
HorRat	0.4	0.6	0.9	1.7

-: 未測定

a) 解析に用いた試験室数

b) 食品表示基準について

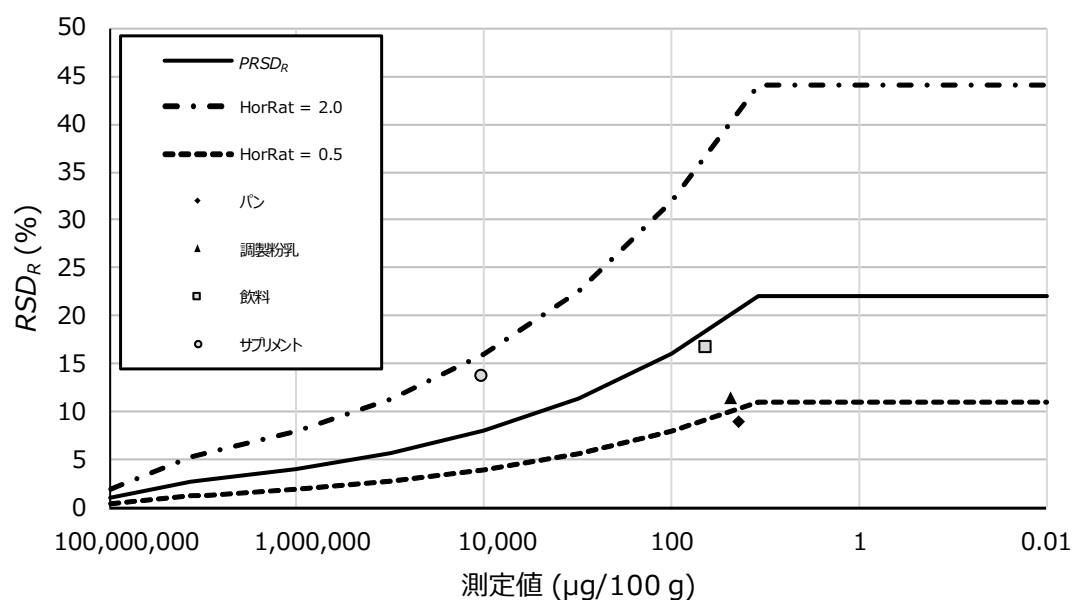


図3. ビオチンの試験室間測定誤差と濃度の関係

III. ビタミン B₁

測定結果は全て「高速液体クロマトグラフ法」によるものであるが、試験機関 F のパン及びサプリメントに関する結果は、分析等通知の参考文献に記載されているジベンゾイルチアミンを含む総ビタミン B₁の定量法(吉田幹彦、菱山隆、五十嵐友二:日本食品科学工学会誌, 55, 421(2008))によるものである。今回検討した検体に含まれるビタミン B₁ は、0.586~238mg/100g であり、最小表示値よりも大きかった(表5)。試験室間の測定誤差は RSD_R で 6.0~26.7%であった。HorRat 値は 0.5~5.4 であり、サプリメントを除き正常範囲であった(図4)。サプリメントで測定値のばらつきが大きくなった理由として、検体に分析等通知の方法では十分に定量できないジベンゾイルチアミンが含まれていた可能性が考えられた。

以上の結果から、ビタミン B₁の測定における試験室間誤差は、ジベンゾイルチアミンが添加されている食品を除けば、Horwitz 式の修正式(Thompson の式)から予想される妥当な範囲内であることが示唆された。

表 5. ビタミン B₁に関する試験室間測定誤差

試験機関	検体			
	パン	調製粉乳	飲料	サプリメント
A	0.584	0.901	1.13	264
B	0.438	0.808	0.806	159
C	0.609	0.966	1.16	279
D	0.603	0.940	1.18	297
E	0.579	0.876	1.13	172
F	0.639 [†]	0.959	1.19	309 [†]
G	0.652	0.912	1.25	186
試験機関数 ^{a)}	7	7	7	7
平均値 (mg/100 g)	0.586	0.909	1.12	238
s_R (mg/100 g)	0.071	0.055	0.14	63
最小表示値 ^{b)} (mg)	0.1	0.1	0.1	0.1
RSD_R (%)	12.0	6.0	12.9	26.7
$PRSD_R$	12.3	11.5	11.1	5.0
HorRat	1.0	0.5	1.2	5.4

特に注釈がない場合は分析等通知の「高速液体クロマトグラフ法」による試験結果を示す。

[†] 分析等通知の参考文献 1)の方法(ジベンゾイルチアミンを含む総ビタミン B₁の定量法)

a) 解析に用いた試験室数

b) 食品表示基準について

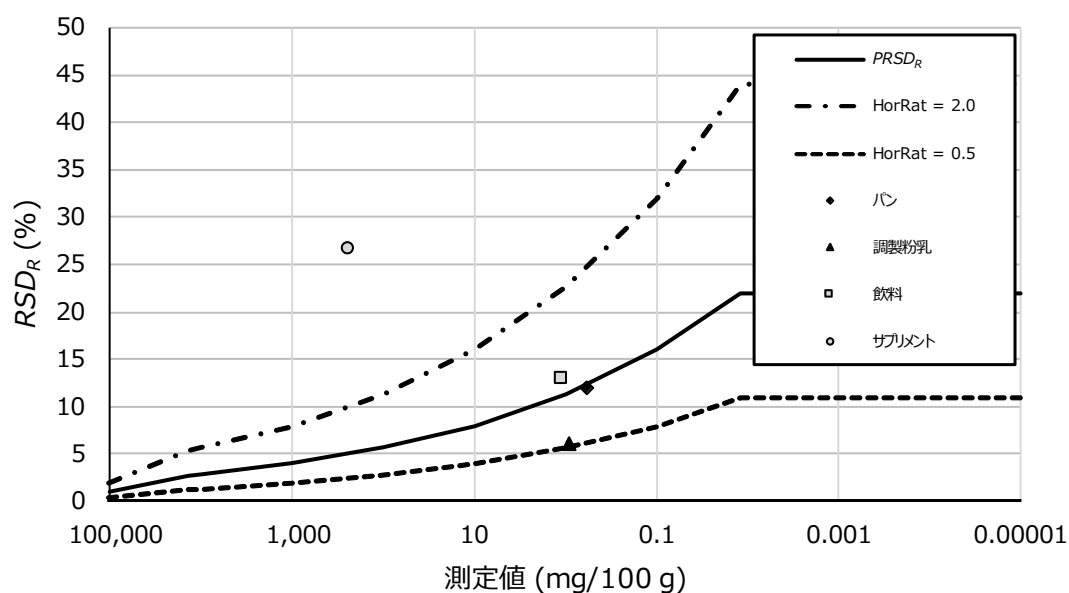


図4. ビタミン B₁の試験室間測定誤差と濃度の関係

IV. ビタミン B₂

測定結果は全て「高速液体クロマトグラフ法」によるものである。今回検討した検体に含まれるビタミン B₂は、0.614～303mg/100g であり、最小表示値よりも大きかった(表 6)。試験室間の測定誤差は RSD_R で 7.1～13.4%であった。HorRat 値は 0.8～1.5 であり、正常範囲であった(図5)。

以上の結果から、ビタミン B₂ の測定における試験室間誤差は、Horwitz 式の修正式(Thompson の式)から予想される妥当な範囲内であることが示唆された。

表 6. ビタミン B₂に関する試験室間測定誤差

試験機関	検体			
	パン	調製粉乳	飲料	サプリメント
A	0.611	1.25	1.42	309
B	0.505	0.970	0.953	288
C	0.663	1.22	1.41	299
D	0.695	1.30	1.50	343
E	0.612	1.16	1.42	296
F	0.614	1.18	1.41	313
G	0.595	1.15	1.33	276
試験機関数 ^{a)}	7	7	7	7
平均値 (mg/100 g)	0.614	1.176	1.35	303
s_R (mg/100 g)	0.059	0.105	0.18	21
最小表示値 ^{b)} (mg)	0.1	0.1	0.1	0.1
RSD_R (%)	9.7	8.9	13.4	7.1
$PRSD_R$	12.2	11.0	10.8	4.8
HorRat	0.8	0.8	1.2	1.5

^{a)} 解析に用いた試験室数

^{b)} 食品表示基準について

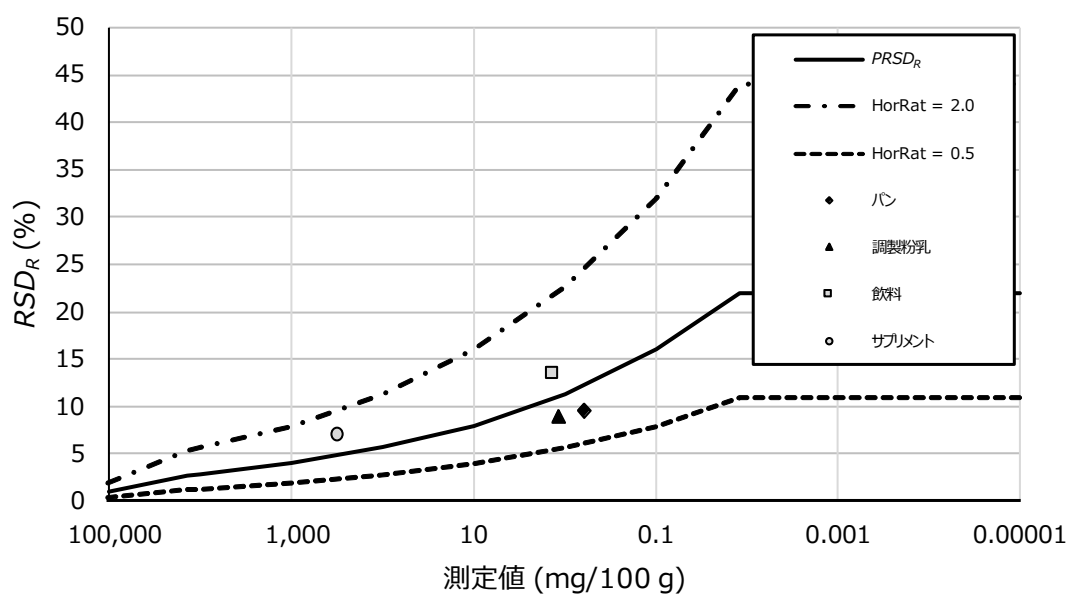


図5. ビタミン B₂ の試験室間測定誤差と濃度の関係

V. ビタミン B₁₂

測定結果の大部分は「微生物学的定量法」によるものであるが、試験機関 A の飲料及びサプリメントに関する結果は「高速液体クロマトグラフ法」によるものである。今回検討した検体に含まれるビタミン B₁₂ は、0.69～536μg/100g であり、最小表示値よりも大きかった(表 7)。試験室間の測定誤差は RSD_R で 9.5～31.5%であった。HorRat 値は 0.4～1.4 であり、おおむね正常範囲であった(図6)。

以上の結果から、ビタミン B₁₂ の測定における試験室間誤差は Horwitz 式の修正式(Thompson の式)から予想される妥当な範囲内であることが示唆された。

表 7. ビタミン B₁₂ に関する試験室間測定誤差

試験機関	検体			
	パン	調製粉乳	飲料	サプリメント
A	0.506	1.52	3.16	555
B	1.89 *	2.34	3.81	538
C	0.776	1.19	3.03	503
D	0.670	1.15	3.17	453
E	-	-	-	-
F	0.821	1.44	3.1	631
G	-	-	-	-
試験機関数 ^{a)}	4	5	5	5
平均値 (μg/100 g)	0.69	1.53	3.26	536
s_R (μg/100 g)	0.14	0.48	0.31	66
最小表示値 ^{b)} (μg)	0.1	0.1	0.1	0.1
RSD_R (%)	20.2	31.5	9.5	12.3
$PRSD_R$	22.0	22.0	22.0	12.4
HorRat	0.9	1.4	0.4	1.0

-: 未測定、*: 中央値±中央値×50%を超えたため解析から除外。

a) 解析に用いた試験室数

b) 食品表示基準について

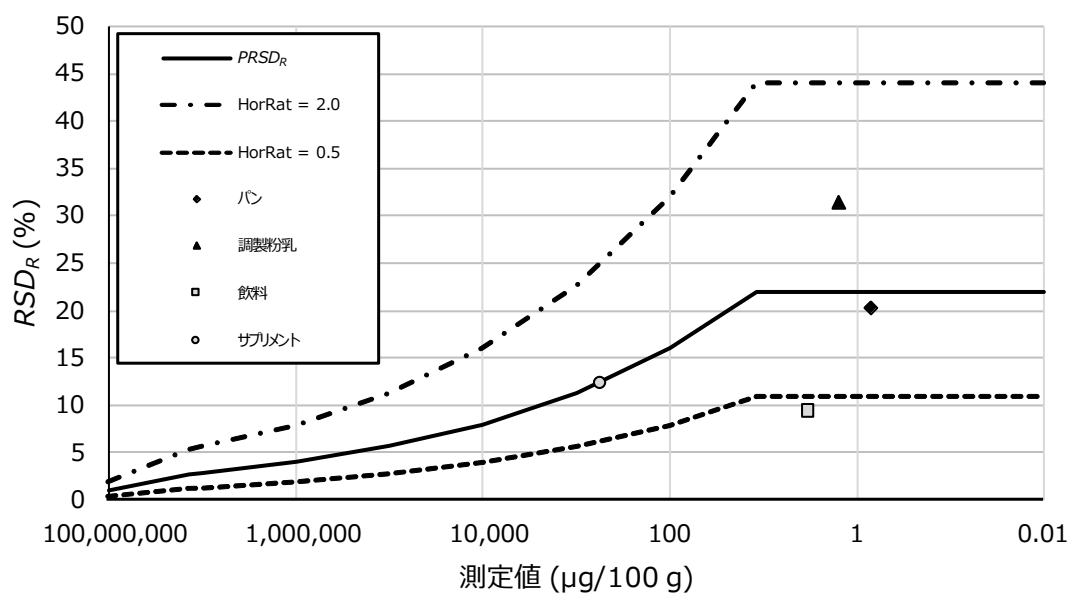


図6. ビタミン B₁₂ の試験室間測定誤差と濃度の関係

VI. ビタミン C

測定結果は全て「高速液体クロマトグラフ法」によるものである。今回検討した検体に含まれるビタミン C は、1.8～32,160mg/100g であり、パンについては最小表示値程度であった(表 8)。試験室間の測定誤差は RSD_R で 2.9～95.1%であった。HorRat 値は 0.7～9.2 であり、パンを除き正常範囲であった(図7)。パンで測定値のばらつきが大きくなった理由として、検体に含まれるビタミン C 含有量が最小表示値程度であり、分析等通知の方法では分析精度が担保できないと考えられた。

ビタミン C は任意表示項目であり、最小表示値である 1mg は、ビタミン C の栄養素等表示基準値の 1%に相当する。コーデックス委員会の栄養及び健康強調表示の使用に関するガイドライン(CAC/GL 23-1997)において、ビタミン源としての表示は、100g 当たりの量で栄養参照量の 15%以上とされていることを勘案すると、含有量が最小表示量付近の場合は、許容差の範囲の拡張を検討するのではなく、ビタミン C の表示を行わないことが望ましいと考えられた。

以上の結果から、ビタミン C の測定における試験室間誤差は、含有量が最小表示値付近の場合を除けば、Horwitz 式の修正式(Thompson の式)から予想される妥当な範囲内であることが示唆された。

表 8. ビタミン C に関する試験室間測定誤差

試験機関	検体			
	パン	調製粉乳	飲料	サプリメント
A	0.324 *	73.8	128	31,300
B	1.00	79.7	128	33,600
C	1.31	77.0	125	31,400
D	4.40 *	74.9	131	31,800
E	< 1.00 †	78.6	124	33,400
F	3.22 *	75.5	130	31,900
G	0.313 *	82.5	109	31,700
試験機関数 ^{a)}	6	7	7	7
平均値 (mg/100 g)	1.8	77.4	125.0	32,160
s_R (mg/100 g)	1.7	3.0	7.5	940
最小表示値 ^{b)} (mg)	1	1	1	1
RSD_R (%)	95.1	3.9	6.0	2.9
$PRSD_R$	10.4	5.9	5.5	1.8
HorRat	9.2	0.7	1.1	1.7

*: 中央値±中央値×50%を超えたが、半数以上が該当するため、除外せずに解析、†: 数値ではなく範囲であるため解析から除外。

a) 解析に用いた試験室数

b) 食品表示基準について

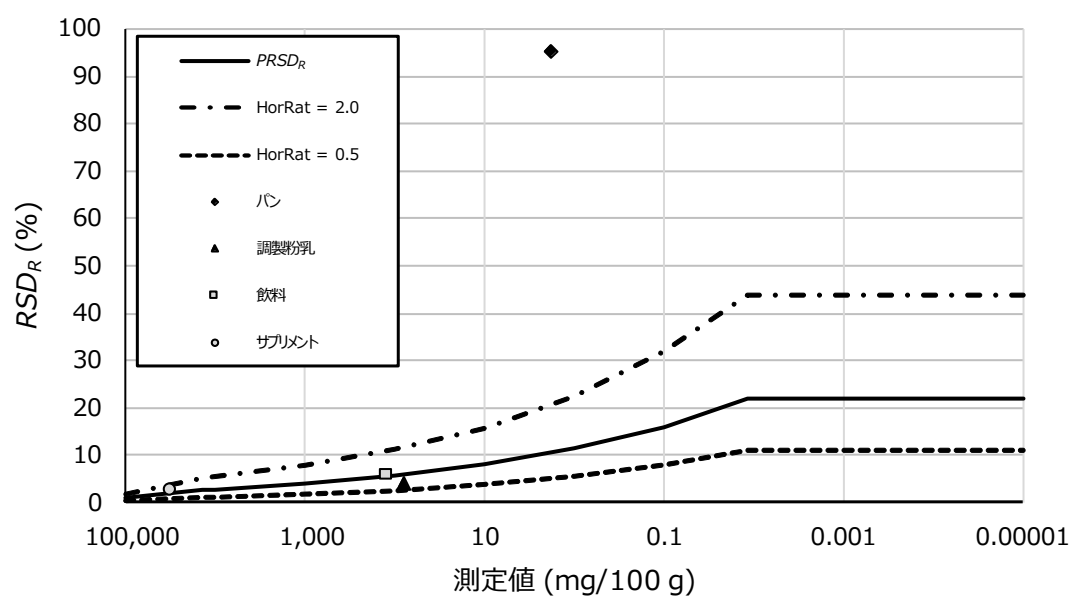


図7. ビタミン C の試験室間測定誤差と濃度の関係

VII. 食物繊維

測定結果は全て「プロスキー法(酵素-重量法)」及び「高速液体クロマトグラフ法(酵素-HPLC 法)」によるものであり、プロスキー法で求めた食物繊維の含有量と低分子水溶性食物繊維の含有量を合算した総食物繊維の含有量である。ただし、試験機関 A のサプリメントに関する結果は、分析等通知(8 食物繊維 (1) プロスキー法(酵素-重量法))の注 4 のカルシウムを豊富に含む食品の場合に従い、リン酸緩衝液に代えて MES-TRIS 緩衝液(MES:2-(N-Morpholino)ethanesulfonic acid、TRIS:Tris(hydroxymethyl)aminomethane)を使用して得たものである。今回検討した検体に含まれる食物繊維は、0.132~9.25g/100g であり、最小表示値付近のもの(調製粉乳)及びそれ以下のもの(飲料)が含まれた(表 9)。試験室間の測定誤差は RSD_R で 6.9~51.1%であった。HorRat 値は 2.1~9.4 であり、最小表示値以下の飲料だけでなく、最小表示値より含有量が高いサプリメントでも試験室間の測定値のばらつきが大きいと考えられた(図8)。サプリメントで測定値のばらつきが大きくなった理由として、検体がカルシウムを豊富に含んでおり、分析等通知の注 4 に従ってリン酸緩衝液に代えて、MES-TRIS 緩衝液の使用が適切であった可能性が考えられた。

以上の結果から、食物繊維の測定における試験室間誤差は Horwitz 式の修正式(Thompson の式)から予想される範囲より大きく、カルシウムを豊富に含む場合や、含有量が最小表示値以下の場合にばらつきが大きいことが示唆された。食物繊維は食品表示基準第6条において推奨表示事項となっており、将来的に義務化される可能性がある。そのため、食品中の含有量が最小表示値付近であっても、実行可能性を担保した表示ができるように許容差の範囲の見直しを含めて検討することが望ましいと考えられた。

表 9. 食物繊維に関する試験室間測定誤差

試験機関	検体			
	パン	調製粉乳	飲料	サプリメント
A	9.29	0.598 *	0.196	6.40 †
B	10.4	1.59	0.200	6.61
C	8.96	1.63	0.0457	10.1
D	9.44	1.36	0.128	8.64
E	8.67	1.68	< 0.100 ‡	8.35
F	8.73	1.56	0.0884	7.49
G	-	-	-	-
試験機関数 ^{a)}	6	5	5	6
平均値 (g/100 g)	9.25	1.56	0.132	7.9
s_R (g/100 g)	0.64	0.12	0.067	1.4
最小表示値 ^{b)} (g)	1	1	1	1
RSD_R (%)	6.9	7.8	51.1	17.5
$PRSD_R$	2.9	3.7	5.4	2.9
HorRat	2.4	2.1	9.4	6.0

-: 未測定、*: 中央値±中央値×50%を超えたため解析から除外、‡: 数値ではなく範囲であるため解析から除外。

† 分析等通知 8(1)の注 4)の方法(リン酸緩衝液の代わりに MES-TRIS 緩衝液を使用)

a) 解析に用いた試験室数

b) 食品表示基準について

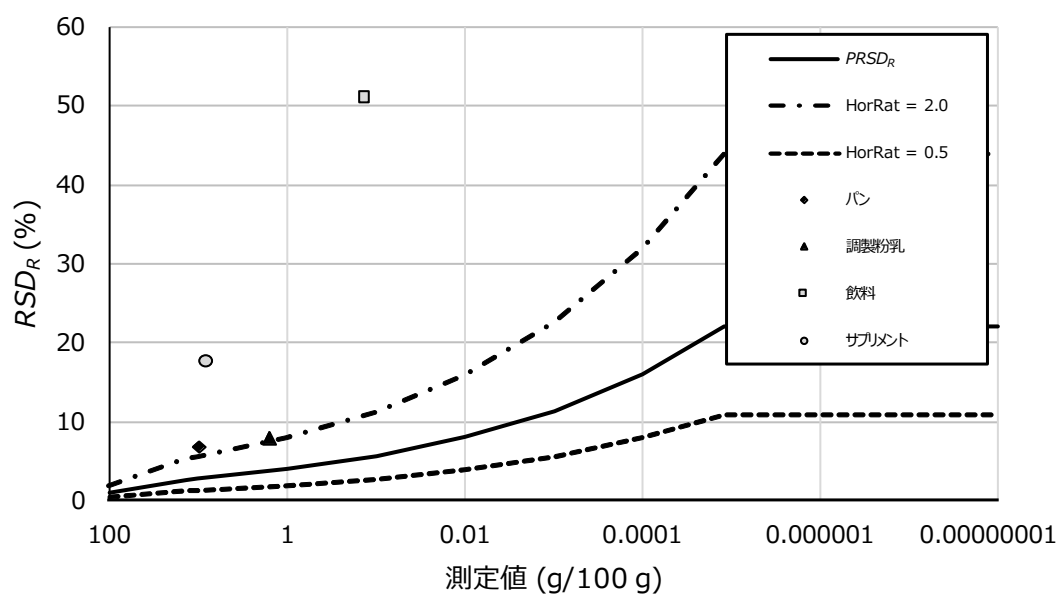


図8. 食物繊維の試験室間測定誤差と濃度の関係

VIII. たんぱく質

測定結果は全て「窒素定量換算法」によるものである。使用した窒素・たんぱく質換算係数は、試験機関 C の調製粉乳が 6.38 であった。他は 6.25 であった(試験機関 G は不明)。全窒素の定量法は、ケルダール法が 2 機関(B・G)、燃焼法が 3 機関(C・E・F)、不明が 2 機関(A・D)であった。

今回検討した検体に含まれるたんぱく質は、0.050~20.30g/100g であり、最小表示値以下のもの(飲料)が含まれた(表 10)。試験室間の測定誤差は RSD_R で 1.4~20.6%であった。HorRat 値は 0.5~4.6 であり、最小表示値以下の飲料だけでなく、最小表示値より含有量が高いサプリメントでも試験室間の測定値のばらつきが大きいと考えられた(図9)。

飲料(0.05g/100g)における測定値のばらつきは RSD_R で 20.6%であるが、 s_R は 0.010g/100g である。たんぱく質の含有量が 2.5g/100g 未満の食品については、許容差の範囲が表示値 $\pm$ 0.5g/100g となることを勘案すると、このばらつきは食品表示基準の運用上大きな問題とはならないと考えられた。

サプリメントで測定値のばらつきが大きくなった理由として、ケルダール法と燃焼法による違いが考えられた。ケルダール法は有機窒素とアンモニアのみを測定するのに対し、燃焼法は亜硝酸塩や硝酸塩などの硝酸態窒素を含む全窒素を測定する。コーデックス委員会の栄養表示に関するガイドライン(CAC/GL 2-1985)においては、「たんぱく質=ケルダール法による全窒素 $\times$ 6.25」と定義されており、ケルダール法と燃焼法で測定値に違いが生じる場合についてさらなる検討が必要であると考えられた。

以上の結果から、たんぱく質の測定における試験室間誤差は、最小表示値以下の食品及びケルダール法と燃焼法で測定値に違いが生じる食品を除けば、Horwitz 式の修正式(Thompson の式)から予想される妥当な範囲内であることが示唆された。

表 10. たんぱく質に関する試験室間測定誤差

試験機関	検体			
	パン	調製粉乳	飲料	サプリメント
A ³⁾	20.4	11.8	0.0430	3.69
B ¹⁾	19.6	11.8	0.0625	2.44
C ²⁾	20.6	12.2 [§]	0.0369	3.79
D ³⁾	20.3	11.7	< 0.1 [‡]	3.65
E ²⁾	20.2	11.9	< 0.100 [‡]	3.43
F ²⁾	20.6	11.9	0.0563	3.87
G ¹⁾	20.4 [¶]	11.8 [¶]	0.0492 [¶]	2.99 [¶]
試験機関数 ^{a)}	7	7	5	7
平均値 (g/100 g)	20.30	11.87	0.050	3.41
s_R (g/100 g)	0.34	0.16	0.010	0.52
最小表示値 ^{b)} (g)	1	1	1	1
RSD_R (%)	1.7	1.4	20.6	15.2
$PRSD_R$	2.2	2.8	6.3	3.3
HorRat	0.8	0.5	3.3	4.6

‡ : 数値ではなく範囲であるため解析から除外。

全試験機関が「窒素定量換算法」を使用した詳細は異なる。

窒素・たんぱく質換算係数：特に注釈がない場合 = 6.25 ; § = 6.38 ; ¶ = 不明

測定法：¹⁾ ケルダール法；²⁾ 燃焼法；³⁾ 不明

a) 解析に用いた試験室数

b) 食品表示基準について

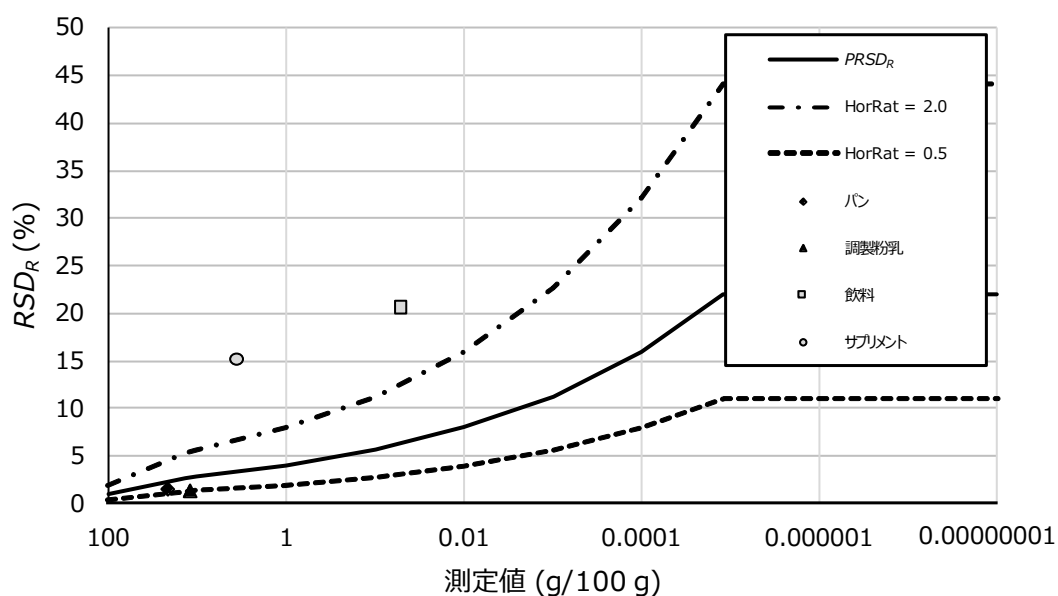


図9. たんぱく質の試験室間測定誤差と濃度の関係

IX. ナトリウム

測定結果は「原子吸光光度法(試験機関 C・D・E・F・G)」又は「誘導結合プラズマ発光分析法(試験機関 A・B)」によるものである。今回検討した検体に含まれるナトリウムは、53.7～222mg/100g であり、最小表示値よりも大きかった(表 11)。試験室間の測定誤差は RSD_R で 3.7～5.8%であった。HorRat 値は 0.7～1.0 であり、正常範囲であった(図 10)。

以上の結果から、ナトリウムの測定における試験室間誤差は、Horwitz 式の修正式(Thompson の式)から予想される妥当な範囲内であることが示唆された。

表 11. ナトリウムに関する試験室間測定誤差

試験機関	検体			
	パン	調製粉乳	飲料	サプリメント
A ²⁾	212	130	54.4	221
B ²⁾	225	142	59.8	245
C ¹⁾	226	147	51.2	222
D ¹⁾	211	138	52.7	211
E ¹⁾	212	147	50.0	215
F ¹⁾	218	142	54.4	216
G ¹⁾	231	149	53.5	226
試験機関数 ^{a)}	7	7	7	7
平均値 (mg/100 g)	219.3	142.1	53.7	222
s_R (mg/100 g)	8.1	6.6	3.1	11
最小表示値 ^{b)} (mg)	1	1	1	1
RSD_R (%)	3.7	4.6	5.8	5.0
$PRSD_R$	5.0	5.4	6.2	5.0
HorRat	0.7	0.9	0.9	1.0

測定法：¹⁾ 原子吸光光度法；²⁾ 誘導結合プラズマ発光分析法

a) 解析に用いた試験室数

b) 食品表示基準について

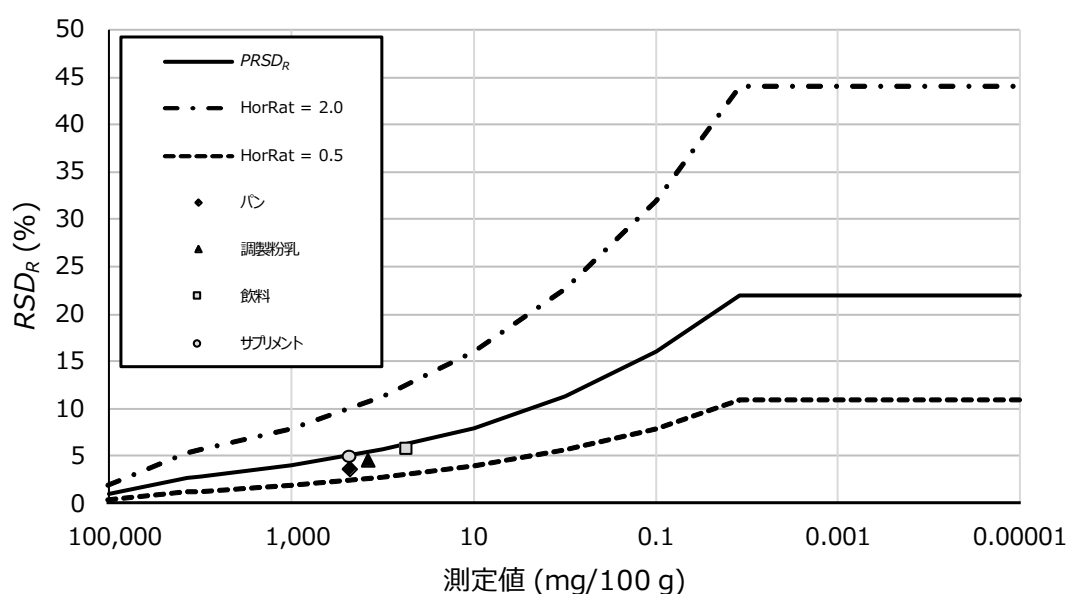


図 10. ナトリウムの試験室間測定誤差と濃度の関係

4. 許容差の範囲に関する考え方の整理

複数の分析試験機関における栄養成分の分析試験の取りまとめ結果を踏まえ、許容差の範囲に関する考え方を以下のように整理した。

(1) 試験室間誤差が、Horwitz 式の修正式(Thompson の式)から予想される 妥当な範囲内であると考えられる場合

今回の検討で該当する栄養成分：

パントテン酸、ビオチン、ビタミン B₂、ビタミン B₁₂、ナトリウム

許容差の範囲に関する考え方：

試験室間誤差の観点からは、許容差の範囲を見直す必要はない。化学分析において測定値は必ず誤差を伴う。測定値を解釈する際には、内部・外部質管理がなされている試験機関であっても、HorRat=2 程度の試験室間誤差が生じる可能性を勘案すべきである。以下に考え方の一例を示す。

任意の試験室における測定値(単位は質量分率(C))に変換すると Horwitz 式の修正式(Thompson の式)から、標準不確かさ(s_R)を計算する。

$$s_R = \begin{cases} 0.22C & C < 1.2 \times 10^{-7} \\ 0.02C^{0.8495} & 1.2 \times 10^{-7} \leq C \leq 0.138 \\ 0.01C^{0.5} & C > 0.138 \end{cases}$$

標準不確かさ(s_R)に包括係数($k=2$)を乗じて拡張不確かさ(U)を計算する。測定値 $\pm U$ と規制値である許容差の上下限との関係から、規制方法を検討する(図 11)。

(2) 大きな試験室間誤差が、試験方法の違いにより生じている可能性が考えられる場合

今回の検討で該当する栄養成分：

ビタミン B₁、食物繊維、たんぱく質

許容差の範囲に関する考え方：

本質的には許容差の範囲と無関係であり、見直しを行う必要はない。適切な分析方法に基づいて試験を行うべきである。ただし、収去及び試験等の場合、検体に関する情報(例えば、添加されているビタミン B₁の種類や、含まれるカルシウムの量、亜硝

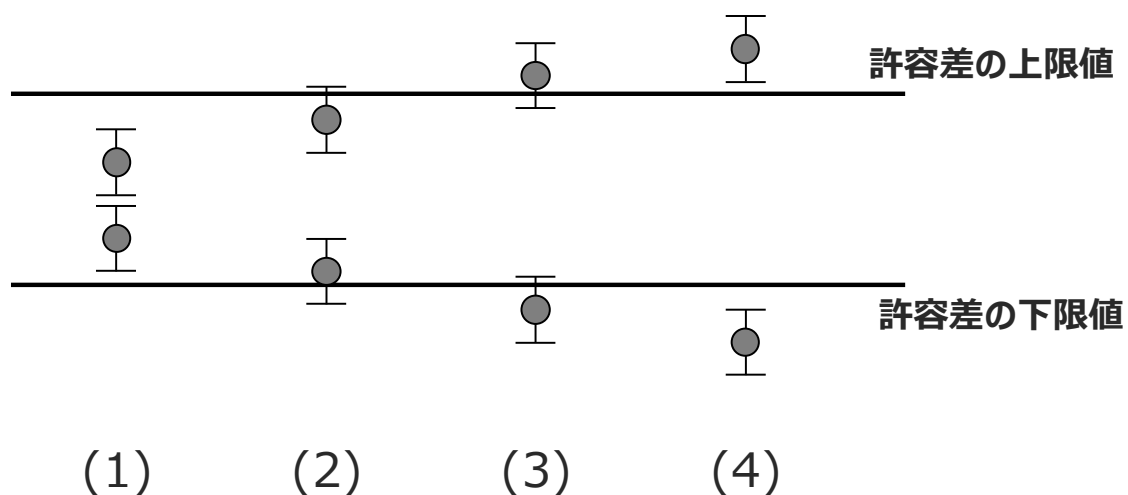


図 11. 試験室間誤差と規制値(許容差の上下限)の関係

- (1) 不確かさを含めて測定値は許容差の範囲内 → 表示値は適正と評価する。
- (2) 測定値は規制値内だが、不確かさは規制値を超えている → 表示値は適正と評価する。
- (3) 測定値は規制値外だが、不確かさは規制値内を含む → 表示値が不適切である可能性がある。ただし、試験室間の測定誤差による影響の可能性があるため、評価を保留し、異なる試験機関における再試験を実施した後、両者の結果を勘案して評価することが望ましい。
- (4) 不確かさを含めて測定値は規制値外 → 表示値は不適切と評価する。

酸塩や硝酸塩などの硝酸態窒素の含有量など)が不明であるため、適切な分析方法の選択が困難であることが多い。そのため、分析方法が適切でないことにより不適切な測定値が得られた可能性に注意し、適宜、食品関連事業者に品質管理のための分析方法を確認するなどの対応が望ましい。

(3) 大きな試験室間誤差が、検体中含有量の低さにより生じている可能性が考えられる場合

今回の検討で該当する栄養成分：

ビタミン C、食物繊維、たんぱく質

許容差の範囲に関する考え方：

I. 義務又は推奨表示事項である場合（食物繊維、たんぱく質）

低含有量であっても表示を行う必要があるため、許容差の範囲を見直すべきであ

る。たんぱく質については、既に低含有量における許容差の範囲の拡張が行われており、試験室間誤差が食品表示基準の運用上大きな問題とはならないと考えられた。一方、食物繊維については、低含有量における許容差の範囲の拡張が必要であると考えられた。以下に考え方の一例を示す。

食品表示基準の運用上、食物繊維の表示値は炭水化物、糖質の表示値と密接に関わっており、これらとの整合性が取れるように考えるべきである。炭水化物、糖質の含有量が 2.5g/100g 未満の食品については、許容差の範囲が表示値 $\pm$ 0.5 g/100g となる。「炭水化物=糖質 + 食物繊維」の関係があり、食物繊維だけ許容差の範囲が異なると表示上の不整合が生じる(例えば、炭水化物 0g、糖質 0g、食物繊維 0.4g という表示が成立する。)。したがって、食物繊維の許容差の範囲は炭水化物、糖質と同様に、2.5g/100g 未満の食品においては、表示値 $\pm$ 0.5 g/100g とすることが妥当である。

今回の検討では、調製粉乳(1.56g/100g)及び飲料(0.132g/100 g)がこの濃度範囲に該当する。 s_R は、それぞれ 0.12g/100g 及び 0.067 g/100g であり、許容差の範囲を $\pm$ 0.5g/100g に拡張することにより、食物繊維の試験室間測定誤差が食品表示基準の運用に及ぼす影響を軽減できると考えられた。

なお、上述の提案により、0.5g/100g 以下で食物繊維の表示値の許容差の範囲に 0 が含まれることから、0 と表示することができる量についても合わせて 0.5g 未満とすることが妥当である。

II. 任意表示事項である場合 (ビタミン C)

まず、低含有量でも表示を行う必要性があるか、栄養素等表示基準値等を勘案して栄養生理学的な意義を検討するべきである。今回の検討では、許容差の範囲を見直す必要性はないと考えられた。

(4) 試験室間誤差と許容差の範囲に関する考え方の素案(フロー図)

対象成分としたパントテン酸、ビオチン、ビタミン B₁、ビタミン B₂、ビタミン B₁₂、ビタミン C、食物繊維、たんぱく質、ナトリウムをモデルケースとし、試験室間誤差と許容差の範囲に関する考え方の素案として、(1)～(3)をまとめた一連のフロー図を示し

た(図 12)。

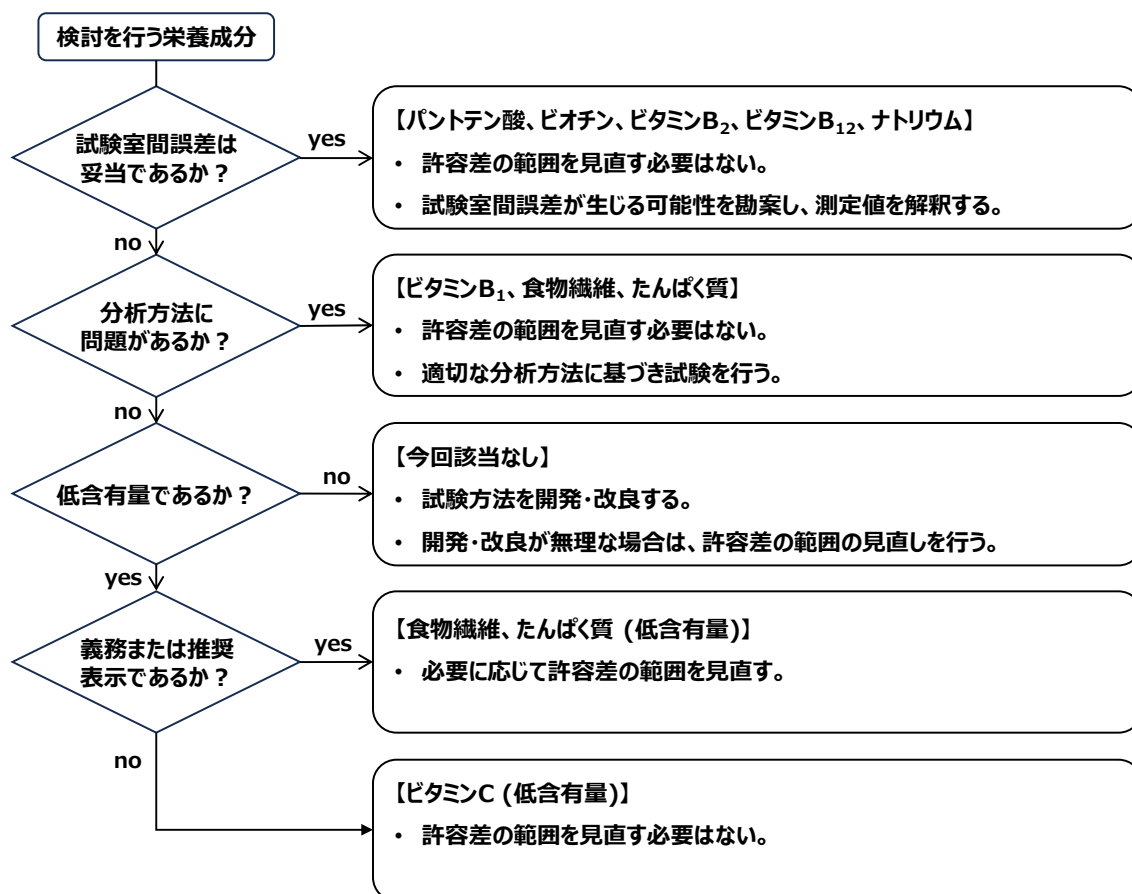


図 12. 試験室間誤差と許容差の範囲に関する考え方のフロー図