

- [成果情報名]** 精米粉末中カドミウムおよび主要ミネラルの分析に関する技能試験の提供
- [要約]** 食総研では、各試験室で使用している分析法の点検等に役立ててもらうため、精米中のカドミウムおよび主要ミネラル分析を対象とした技能試験の提供を開始している。
- [キーワード]** 精米、カドミウム、主要ミネラル、技能試験、IUPAC/ISO/AOAC ハーモナイズドプロトコル
- [担当]** 食総研・食品分析研究領域・品質情報解析ユニット
- [代表連絡先]** 電話 029-838-8057
- [区分]** 食品
- [分類]** 行政・普及
- 

### **[背景・ねらい]**

技能試験は、分析法の点検等に活用してもらうことを目的として、実施者が分析対象の試料を参加試験室に配付し、各試験室から提出された報告値をデータ解析して試験結果報告書を返送するものである。試験室の技能試験への参加は、試験所認定（ISO/IEC 17025）や食品衛生法上の食品検査機関の登録の必須条件ともなっている。しかし、食品分析の技能試験はほとんどが海外から提供されているため、おり、国内の試験室では、分析対象としている食品および成分の技能試験への参加が難しいが難しいしにくい状況がある。食品として国内で関心の高い米を選択し、行政的な低減施策が行われているカドミウム（Cd）と、成分表示等の関連で分析機会の多い主要ミネラルを対象成分とした分析技術の技能試験を食総研から提供する。

### **[成果の内容・特徴]**

1. 2006年度と2007年度に食総研から提供した技能試験では、2006年度には(独)産業技術総合研究所が製造した候補標準物質を、2007年度には食総研の製造による精米粉末試料を配付布している（図1）。
2. 精米中Cdのコーデックス基準値（0.4mg/kg・fw）をもとに、分析法の点検にとって適当なCd含量の米を入手し、均質な精米粉末試料を調製している。2006年度および2007年度の試料ともに、試薬のCdの添加は行っていない。
3. IUPAC/ISO/AOACの分析化学試験室の技能試験に関する国際ハーモナイズドプロトコル（2006）にしたがって、試料の均質性を確認した後（2007年度食総研実施）、試料を参加試験室に配付する。し、試験室から提出されたの報告値のデータ解析（表1、図2）を行い、参加者への試験結果報告書を作成し、参加者へ報告している。
4. 2006年度は参加59試験室のうち参加があり、57試験室がから分析結果をの報告し、2007年度は参加48試験室のうち47試験室が分析結果を報告しているを得てデータ解析を行い（表1、図2）、参加者への試験結果報告書を作成した。

### **[成果の活用面・留意点]**

1. 報告書にはすべての参加試験室の試験結果が含まれるが、それぞれの試験室が特定されないようコード番号で識別されている。参加試験室は、自己の試験室にのみ知らされるコード番号によって試験結果を判断することができる。
2. 技能試験の参加により、使用している分析法の自己点検ができる。zスコアの絶対値が2を超えている場合は、分析法に問題がないかの検討が必要である。
3. 技能試験への参加が、上述の試験所認定や食品衛生法上の検査機関登録には、技能試験への参加がの必須条件であるほか、2年以内の技能試験参加の有無の報告が、コーデックス委員会、農林水産省に危害要因の分析データを提出する場合においても、2年以内の技能試験参加の有無の報告が必要となっている。分析試験室は、各自の分析目的に適合した技能試験への定期的な参加が望まれる。
4. 技能試験の運営に関するJIS Q 0043-1:1998（ISO Guide 43-1：1997の対応規格）の要求事項に従った品質システムを構築することが食総研の今後の検討課題である。

[具体的データ]



2006年度試料 約20g

Cd=0.178 mg/kg·fw (産総研製造、候補標準物質)



2007年度試料 約20g

Cd=0.384 mg/kg·fw (食総研製造)

図1 配付試料

表1 精米粉末の候補標準物質を用いた2006年度技能試験結果の要約

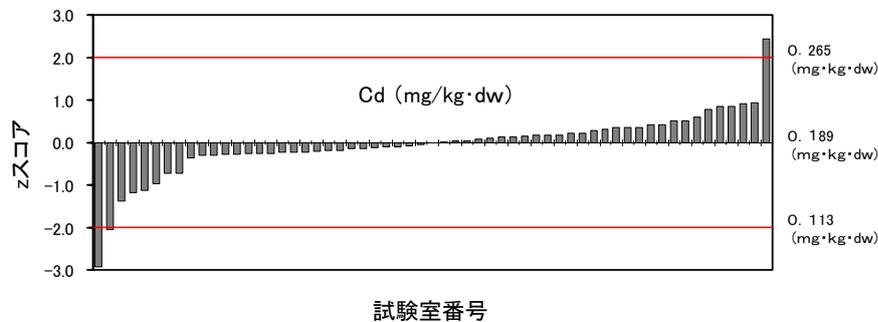
分析対象成分	参加試験室数	外れ値除去後の有効データ数	付与された値 (mg/kg·fw)	zスコア ≤2の試験室数	zスコア ≤2の率(%)	zスコア >3の試験室数
カドミウム(Cd)	59	58	0.178	56	95	0
ナトリウム(Na)	20	14	5.81	6	30	13
カリウム(K)	24	21	1300	19	79	3
マグネシウム(Mg)	29	25	504	22	76	6
カルシウム(Ca)	25	18	61.0	17	68	7
リン(P)	20	18	1630	17	85	2
鉄(Fe)	25	23	4.94	22	88	2
亜鉛(Zn)	36	32	19.3	29	81	6
銅(Cu)	34	30	1.78	28	82	4
マンガン(Mn)	30	30	8.24	29	97	1

注1) カドミウム及び水分の報告は必須とし、他のミネラルは任意とした。

注2) 赤及びグレーの行の成分は報告値のばらつきが大きくて、IUPAC/ISO/AOACの技能試験に関する国際ハーモナイズドプロトコルの手順で付与された値を決定できなかったため参考値。

注3)  $|z| \leq 2$  のとき測定値は受け入れ可能、 $2 < |z| \leq 3$  のとき測定値は疑わしい、 $|z| > 3$  のとき測定値は検討が必要と判定する。

注4) 精米粉末の候補標準物質は、(独)産業技術総合研究所が平成18年度中小企業産業術調査等委託費「食品分析精度管理用標準物質の研究開発」によって製造した。



zスコアは、標準正規分布の確率変数。-2~+2の範囲内の値を95%の確率とする。

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

$x$  : 試験室の分析値

$\hat{X}$  : 付与された値

$s_p$  : Horwitzの式に

付与された値を

代入して求めた

室間再現標準偏差

図2 精米粉末中の乾物重当たりのカドミウムのzスコアの分布

[その他]

研究課題名 : 外部精度管理における試料調製方法等の開発

課題 ID : 321-b

予算区分 : 食品プロ

研究期間 : 2006~2007年度

研究担当者 : 進藤久美子、塚越芳樹、内藤成弘、稲垣和三 (産総研)、鎗田孝 (産総研)、成川知弘 (産総研)、千葉 光一 (産総研)、安井明美

発表論文等 : 進藤ら (2007) 精米粉末中のカドミウム及び必須元素のプロフィシエンシィテスト報告書