

平成 30 年度消費者庁請負事業

とろみ調整用食品の粘度等に係る
試験方法の室間妥当性確認事業

報告書

国立研究開発法人医薬基盤・健康・栄養研究所

理事長 米田 悦啓

平成 31 (2019) 年 3 月



目次

1. 概要	1
2. 目的	2
3. 調査内容	3
I 方法	3
1) 試験方法	3
a) 粘度の試験方法	3
b) 溶解性・分散性の試験方法	3
c) 経時的安定性及び唾液抵抗性の試験方法	4
d) 温度安定性の試験方法	5
2) 室間再現性の確認	6
a) 試料	6
b) 粘度要件に係る室間共同試験の実施方法	6
c) 性能要件に係る室間共同試験の実施方法	7
II 結果及び考察	8
1) 食品試料の均質性確認試験	8
2) 粘度要件に係る室間共同試験	10
a) 粘度測定値について	10
b) 100 及び 400 mPa·s となる濃度について	17
c) 粘度測定値の補正について	19
3) 性能要件に係る室間共同試験	21
a) 溶解性・分散性試験について	21
b) 経時安定性について	23
c) 唾液抵抗性について	25
d) 温度安定性について	27
4) 結論及び今後の課題	30
III. 参考文献	33
4. 検証された分析法のマニュアル	34

1. 概要

【目的】 特別用途食品（とろみ調整用食品）の粘度等の測定方法は、特別用途食品の表示許可等について（平成 29 年 10 月 30 日消食表第 529 号最終改正：平成 30 年 8 月 8 日消食表第 403 号）に記載されているが、複数の解釈が可能な記載があり、試験結果に機関間の差が生じる可能性を否定できない状況であったため、試験方法の妥当性を確認した。

【調査方法】 とろみ調整用食品の許可基準に準じる 3 種類の食品、1 種類の試薬（キサントガム）及び 4 種類の標準粘度液を検体として、10 機関を対象とした室間共同試験を実施して検証した。

【結果及び考察】 粘度要件に係る室間共同試験の結果、とろみ調整用食品の種類及び濃度によって、粘度の分析精度に大きな差があるものの、測定値がばらつく主要因は、低濃度における併行精度の悪さであり、粘度計の機種やコーンプレートの形状の差異の影響は小さいと考えられた。また、粘度要件に係る許可基準への適否判定が機関間で食い違うことはなかったものの、各機関が 100 及び 400 mPa·s となる濃度を独自に試験した場合、性能要件に係る試験における添加濃度に少なくない差異が生じることが懸念された。

性能要件に係る室間共同試験は、添加濃度を統一して実施したにもかかわらず、溶解性・分散性試験の判定結果に大きな機関間差があることが明らかになった。経時安定性及び唾液抵抗性試験の室間再現性は良好であったが、温度安定性試験では検体により機関間におけるばらつきが認められた。また、温度安定性試験では、3 検体中 2 検体が 20 °C の粘度に対する 45 °C の粘度比が規格基準を満たさなかった。

【今後の課題】 1. 特に低濃度における粘度測定値の併行精度を高めるため、均質な試験溶液が得られるような調製方法について検討する、2. 試験に用いる粘度計の要件を明確にする、3. 性能要件に係る試験において、添加濃度を統一するための方策を検討する、4. 溶解性・分散性試験における判定基準を明確にし、さらには、人の手による攪拌操作の個人差に起因する機器間差を低減するための方策を検討する、5. 温度安定性試験の試験条件を検討することが必要であると考えられた。

2. 目的

特別用途食品（とろみ調整用食品）として許可を得るには、特別用途食品の表示許可等について（平成 29 年 10 月 30 日消食表第 529 号 最終改正：平成 30 年 8 月 8 日消食表第 403 号）の別紙 3 に示された方法（以下「通知法」という。）に従って、粘度、溶解性・分散性、経時的安定性、唾液抵抗性、温度安定性を測定し、試験結果が別添 1 第 5 項 2(2)イに示された規格基準を満たす必要がある。特別用途食品の許可における試験（以下「許可試験」という。）は、健康増進法（平成 14 年 8 月 2 日法律第 103 号 最終改正：平成 29 年 5 月 30 日法律第 41 号）第 26 条に基づき国立開発法人医薬基盤・健康・栄養研究所（以下「研究所」という。）または内閣総理大臣の登録を受けた法人（以下「登録試験機関」という。）にて行われる。許可試験を実施するにあたり、研究所あるいは登録試験機関のいずれにおいて許可試験が実施されたとしても同等の分析値が得られるように試験方法が標準化され、その妥当性が室間共同試験で確認されていることが望ましい。しかし、特別用途食品（とろみ調整用食品）の通知法については、複数の解釈が可能な記載があり、室間共同試験による妥当性確認も実施されていない。

とろみ調整用食品の運用が平成 30 年 4 月 1 日から開始されたことを受け、平成 30 年 4 月 17 日に、研究所及び登録試験機関でとろみ調整用食品の試験方法について意見交換会を実施した。通知法の解釈の統一等のすり合わせを行ったが、試験実施者や各機関が所有している粘度計の差等により、各機関における試験結果に差が生じる可能性を否定できない状況であった。

そこで、本事業においては、とろみ調整用食品の許可基準に準じる検体を用いた室間共同試験を実施し、通知法の妥当性を確認した。また、得られた結果を体系的に整理・分析し、粘度等の測定結果に影響を及ぼす要因について考察した。

3. 調査内容

I 方法

1) 試験方法

試験方法は通知法に準じたが、一部「とろみ調整用食品測定に関する申し合わせ事項」等を踏まえて適宜加筆・修正を加えた。

a) 粘度の試験方法

- 1) 200 mL のガラスビーカーに精製水 (JIS K0557 A3~A4 規格準拠) を量り取り、水浴式恒温槽を用いて 20 ± 2 °C に調温した。処方は下記とした。

濃度 (%)	0.5	1.5	2.0	4.0
精製水 (g)	99.5	98.5	98.0	96.0
試料 (g)	0.5	1.5	2.0	4.0

- 2) 試料を薬包紙に量り取った。
- 3) 20 ± 2 °C に調温した精製水に長さ 180 mm のスパーテルを用いて約 3 回転/秒の速さで攪拌しながら量り取った試料を添加した。試料は数秒を掛けて全量を添加し、その後同じ攪拌速度で 30 秒間攪拌を継続した。
- 4) 30 秒間の攪拌後、水浴式恒温槽 (水温 20 ± 2 °C) で 30 分間静置した。
- 5) 30 分後、 20 ± 2 °C に調温したコーンプレート型回転粘度計を用いて、ずり速度を 50 s^{-1} に設定し、測定開始 2 分後の値を粘度とした。

b) 溶解性・分散性の試験方法

イ 溶解性・分散性

- 1) 200 mL のガラスビーカーに精製水を量り取り、水浴式恒温槽を用いて 20 ± 2 °C に調温した。粘度要件に係る室間共同試験の結果から、 $400\text{ mPa}\cdot\text{s}$ となる添加量を推定し、下記に処方を統一した。

検体	A	B	C
精製水 (g)	150.0	150.0	150.0
試料 (g)	4.66	3.62	4.15

- 2) 試料を薬包紙に量り取った。
- 3) 20±2 °C に調温した精製水に長さ 180 mm のスパーテルを用いて約 3 回転/秒の速さで攪拌しながら量り取った試料の全量を一気に添加し、その後同じ攪拌速度で 10 秒間攪拌を継続した。攪拌後、20 秒間そのまま静置した。
- 4) 20 秒後、目視にて 5 mm 以上の不透明な不溶解物の塊 (だま) の有無を確認した。だまが確認された場合はその数を記録した。
- 5) 同試験を更に 2 回行った (計 3 回の繰り返し試験を行った。)
- 6) 同様の試験について、精製水を 10±2 °C、45±2 °C に調温して実施し、検証した。ただし、45±2 °C の試験については、300 mL のガラスビーカーを用いて、左右に約 2 往復/秒で攪拌する方法を必ず用いることとした。

c) 経時的安定性及び唾液抵抗性の試験方法

- 1) 200 mL のガラスビーカーに精製水を量り取り、水浴式恒温槽を用いて 20±2 °C に調温した。粘度要件に係る室間共同試験の結果から、400 mPa·s となる添加量を推定し、下記に処方を統一した。

検体	A	B	C
精製水 (g)	150.0	150.0	150.0
試料 (g)	4.66	3.62	4.15

- 2) 試料を薬包紙に量り取った。
- 3) 20±2 °C に調温した精製水に長さ 180 mm のスパーテルを用いて約 3 回転/秒の速さで攪拌しながら、量り取った試料の全量を数秒掛けて添加し、その後同じ攪拌速度で 30 秒間攪拌を継続した。
- 4) 30 秒間の攪拌後、水浴式恒温槽中 (水温 20±2 °C) で 10 分間静置した。
- 5) 4) の一部を取って、20±2 °C に調温したコーンプレート型回転粘度計を用いて、ずり速度を 50 s⁻¹ に設定し、測定開始 2 分後の粘度を測定し継時安定性の判定に用いた。
- 6) 4) の残りを水浴式恒温槽 (水温 20±2 °C) に戻し、更に 20 分間 (計 30 分間) 静置した後、5) と同様に粘度を測定し、継時安定性の判定に用いた。
- 7) 6) の残りを、100 mL のガラスビーカーに 70.0 g ずつ分け、各々、溶液 I、II とした。

- 8) 溶液Iをアミラーゼ無添加区、溶液IIをアミラーゼ添加区とした。
- 9) 溶液I、IIともにアルミホイルで蓋をして、37 °C の水浴式恒温槽中で1時間静置した。
- 10) 1時間後、溶液IIを水浴式恒温槽から取り出し、100 U/mL のアミラーゼ溶液 70 μL をマイクロピペットを用いて溶液IIに添加した。アミラーゼ溶液は、配付した α-アミラーゼ (*Bacillus subtilis* 由来) を精製水で溶かして規定の濃度になるよう事前に用時調製した。長さ 180 mm のスパーテルを用いて約3回転/秒の速さで10秒間攪拌した。溶液I、II共に37 °C の水浴式恒温槽中で更に30分間静置した。
- 11) 溶液I、IIを水浴式恒温槽中から取り出し、水浴式恒温槽中 (水温 20±2 °C) で静置し、溶液の温度を 20±2 °C に調温した。この際、アルコール温度計等を用いて、溶液の温度を実測して確認した。
- 12) 調温後、20±2 °C に調温したコーンプレート型回転粘度計を用いてずり速度を 50 s⁻¹ に設定し、測定開始2分後の粘度を測定し、唾液抵抗性の判定に用いた。
- 13) 同試験を更に1回行った (計2回の繰り返し試験を行った。)。

d) 温度安定性の試験方法

- 1) 200 mL のガラスビーカーに精製水を量り取り、水浴式恒温槽を用いて 20±2 °C に調温した。粘度要件に係る室間共同試験の結果から、100 mPa·s となる添加量を推定し、下記に処方を統一した。

検体	A	B	C
精製水 (g)	150.0	150.0	150.0
試料 (g)	1.63	1.25	1.34

- 2) 試料を薬包紙に量り取った。
- 3) 20±2 °C に調温した精製水に長さ 180 mm のスパーテルを用いて約3回転/秒の速さで攪拌しながら量り取った試料の全量を数秒掛けて添加し、その後同じ攪拌速度で30秒間攪拌を継続した。
- 4) 30秒間の攪拌後、水浴式恒温槽中 (水温 20±2 °C) で30分間静置した。
- 5) 30分後、20±2 °C に調温したコーンプレート型回転粘度計を用いて、ずり速度を 50 s⁻¹ に設定し、測定開始2分後の粘度を測定した。

6) 同試験を更に 1 回行った (計 2 回の繰り返し試験を行った)。

7) 1)~6) の操作について、精製水、水浴式恒温槽及びコーンプレート型回転粘度計の温度を 10 ± 2 °C 及び 45 ± 2 °C に変更して同様に実施した。

2) 室間再現性の確認

a) 試料

室間試験に用いる食品試料として、消費者庁から提供を受けた許可基準に準じる 3 種類のとろみ調整用食品を検体とした。それぞれの食品試料は、事前に充分混和した後、150 袋のチャック付きアルミ袋に約 10g ずつ小分けし、シーラーで密封した。それぞれの袋には 1~450 の検体番号を無作為に付した。検体の均質性を確認するため、それぞれの食品試料の小分け検体から乱数を用いて 10 個の検体を抜き取り、抜き取った各検体から 2 個の分析用試料を取り出した。20 個の分析用試料をランダムな順番で、粘度要件の試験方法に準じて濃度 2.0%、温度 20 ± 2 °C における粘度を測定した。コクラン検定 (上側危険率 1%) を実施した後、一元配置分散分析を実施し、精度指標を計算し、均質性を判定した [1]。

また、上記の 3 種類の食品試料に加え、1 種類の粉末試薬 (キサントガム) 及び 4 種類の液状検体 (標準粘度液) を粘度要件に係る室間共同試験の未知試料とした。

b) 粘度要件に係る室間共同試験の実施方法

室間共同試験の参加機関には、50 mL に小分けした粘度標準液、校正証明書 (写) 及び各温度における粘度一覧表を配付し、事前に十分な練習を行うように依頼した。

3 種類の食品試料、1 種類の粉末試薬 (キサントガム) 及び 4 種類の液状検体 (標準粘度液) を 10 か所の参加機関 (詳細は別添参考資料参照) に配付した。食品試料については、通知法に準じて試験するよう依頼した。粉末試薬については、後述するように、濃度 0.5% の調製法を別途指示し、粘度を測定した。液状検体については、精製水に溶かすことなく、そのまま 10 ± 2 、 20 ± 2 及び 45 ± 2 °C における粘度を測定するよう依頼した。参加機関には、検体が食品検体、粉末試薬、液状検体のいずれであるかのみを開示し、非明示 2 反復で室間共同試験を実施した (2018 年 12 月 11 日~2019 年 1 月 18 日)。また、参加機関には実施要項を文章で通知した (詳細は別添参考資料参照)。室間共同試験は国際ハーモナイズドプロト

コール (1995) [2] に準じて実施し、回収したデータから欠損値及び外れ値検定 (コクラン検定及びグラッブズ検定による) を除いた後、一元配置分散分析を行い、精度指標を計算した。

粉末試料の粘度試験法を以下に示す。

- 1) 200 mL のガラスビーカーに超純水を 99.5 g 量り取り、水浴式恒温槽を用いて 20 ± 2 °C に調温した。
- 2) 粉末試薬 0.5 g を薬包紙に量り取った。
- 3) 20 ± 2 °C に調温した超純水に長さ 180 mm のスパートルを用いて約 3 回転/秒の速さで攪拌しながら量り取った試料を添加した。試料は数秒を掛けて全量を添加し、その後同じ攪拌速度で 30 秒間攪拌を継続した。
- 4) 室温で 15~17 時間静置した。
- 5) 長さ 180 mm のスパートルを用いて約 3 回転/秒の速さで 30 秒間攪拌した。
- 6) 水浴式恒温槽 (水温 20 ± 2 °C) で 5~7 時間静置した。
- 7) 長さ 180 mm のスパートルを用いて約 3 回転/秒の速さで 30 秒間攪拌した。
- 8) 20 ± 2 °C に調温したコーンプレート型回転粘度計を用いて、ずり速度を 50 s^{-1} に設定し、測定開始 2 分後の値を粘度とした。

c) 性能要件に係る室間共同試験の実施方法

粘度要件に係る室間共同試験で用いた 3 種類の食品試料を用いて、引き続き性能要件に係る室間共同試験を実施した (2019 年 1 月 11 日~2019 年 2 月 28 日)。粘度要件に係る室間共同試験に参加した 10 機関が、全て性能要件に係る共同試験にも参加した。各機関には、検体の種類 (A、B、C) を開示し、それぞれの検体毎に、粘度要件に係る室間共同試験における機関平均値を用いて計算した 100 及び 400 mPa·s となる濃度に基づいた添加濃度を指示した。反復測定数は溶解性・分散性試験については通知に従い 3 回、それ以外は 2 回とした。参加機関には実施要項を文章で通知した (詳細は別添参考資料参照)。室間共同試験は国際ハーモナイズドプロトコール (1995) [2] に準じて実施し、定性試験である溶解性・分散性試験を除いて、回収したデータから欠損値及び外れ値検定 (コクラン検定及びグラッブズ検定による) を除いた後、一元配置分散分析を行い、精度指標を計算した。

II 結果及び考察

1) 食品試料の均質性確認試験

表 1 に食品試料の均質性確認試験の結果を示す。検体 A 及び B については、一元配置分散分析の F 検定 (上側危険率 5%) により均質であると考えられた。検体 C については、一元配置分散分析で有意な差が認められたものの、試料間の相対標準偏差は検体 B とほぼ同程度の 2.3% であった。性能要件の試験において、粘度の許容幅は $\pm 5\%$ に設定されていることから、受け入れ可能な室間再現標準偏差 (RSD_R) を 5% と仮に置き、目的に適合した標準偏差 σ_p を総平均 $\times RSD_R$ (%) / 100 で算出し、IUPAC の技能試験ハーモナイズドプロトコール (2006) [1] の判定式を適用すると、均質性の判定式

$$s_{sam}^2 = 34.6 < F_1 \sigma_{all}^2 + F_2 s_{an}^2 = 54.9$$

が成立するため、検体 C についても均質であると考えられた。

表 1. 食品試料の均質性確認試験結果 (濃度: 2.0 %、温度: 20±2 °C における粘度、mPa·s)

	検体 A		検体 B		検体 C	
	1	2	1	2	1	2
1	182	170	325	293	248	256
2	211	194	322	328	251	244
3	229	205	305	323	263	267
4	219	218	315	313	263	263
5	210	202	312	316	261	252
6	198	214	319	313	252	253
7	137	204	306	292	241	248
8	201	196	308	264	265	258
9	221	226	292	303	264	249
10	225	183	315	318	266	260
総平均値	202		309		256	
コクラン検定	有意差なし		有意差なし		有意差なし	
一元配置分散分析						
<i>F</i> 値	1.57		1.42		3.48	
<i>F</i> 境界値	3.02		3.02		3.02	
<i>P</i> 値	0.24		0.29		0.03	
併行標準偏差	19		14		5	
併行相対標準偏差 (%)	9.6		4.4		2.1	
試料間の標準偏差	10		6		6	
試料間の相対標準偏差 (%)	5.2		2.0		2.3	

2) 粘度要件に係る室間共同試験

a) 粘度測定値について

表 2~4 に食品試料の結果、表 5 に粉末試薬の結果、表 6~8 に液状検体の試験結果を示した。食品試料における、室間再現相対標準偏差は 4.5~57 % であり、検体の種類及び試験を行う濃度によって大きな差があった。全体的に、濃度が増加するにしたがって分析精度が改善する傾向が認められた。

低濃度においては高濃度と比較して粘度測定の併行精度が悪く、その結果、室間再現精度も悪化した。液状検体（標準粘度液）の粘度測定における併行精度は、粘度の高低に関わらず良好であることから、食品試料において低濃度で併行精度が低い理由は、粘度測定値が低いことにより粘度計による測定時にばらつきが生じているわけではないことが示唆された。粘度要件の試験においては、検体を水に添加して溶かすためにスパーテルで混和する時間が 30 秒と規定されているが、この短時間の混和で試験溶液は均一とならず、粘度が高い部分と低い部分が残っている可能性がある。これは、低濃度側、特に検体 A において顕著であるのかも知れない。粉末試薬であるキサントガムは水と均一に混和することが困難であるため、時間をかけて試験溶液の調製を行ったが、非常に良好な併行精度が得られた。このことは上記の仮説を支持している。濃度が増えるに従い、併行精度の改善に伴って室間再現精度も向上し、高濃度における室間再現相対標準偏差は 5 % 前後となった。20±2 °C における標準粘度液についての室間再現相対標準偏差が概ねこの程度であるため、これ以上の改善は難しいと考えられた。

標準粘度液の測定結果について、各機関から報告された粘度測定値の平均値は、標準粘度液の製造者から提供された付与値と概ね一致していた。このことから、今回の室間共同試験で用いられた粘度計の真度は良好であったと考えられた。

今回の参加機関が使用した粘度計の製造メーカー、機種及びコーンプレートの形状（角度、半径、ギャップ距離）は様々であった（図 1）。粉末試薬（キサントガム）の分析精度が良好であったことから、これらの粘度計及びコーンプレートの形状の差異が粘度測定値のばらつきに及ぼす影響は小さいと考えられた。

表 2. 粘度要件に係る室間共同試験結果 (粘度 mPa·s、検体 A)

機関	濃度: 0.5 %		濃度: 1.5 %		濃度: 2.0 %		濃度: 4.0 %	
	1	2	1	2	1	2	1	2
1	27	27	147	161	223	223	599	610
2	29	31	114	145	200	194	N/A ^a	N/A ^a
3	30	27	145	205	248	238	611	653
4	39	34	173	179	240	248	639	653
5	28	46	192	218	223	222	488 ^b	481 ^b
6	18	20	168	163	249	243	616	628
7	24	88	124	209	206	229	647	663
8	20	18	160	145	211	202	638	598
9	47	87	86	166	227	227	600	605
10	48	21	154	142	222	222	581	570
有効機関数	10		10		10		8	
総平均値	35		160		225		619	
併行標準偏差	18		31		6.4		16	
併行相対標準偏差 (%)	52		20		2.8		2.6	
室間再現標準偏差	20		32		17		28	
室間再現相対標準偏差 (%)	57		20		7.5		4.5	

^a 粘度計の測定レンジを超えているため、値が表示されなかった。欠損値として除外した。

^b グラップズの検定の外れ値

表 3. 粘度要件に係る室間共同試験結果 (粘度 mPa·s、検体 B)

機関	濃度: 0.5 %		濃度: 1.5 %		濃度: 2.0 %		濃度: 4.0 %	
	1	2	1	2	1	2	1	2
1	46	46	211	205	331	308	795	776
2	47	48	214	219	332	327	N/A ^a	N/A ^a
3	43	48	231	220	344	324	810	782
4	50 ^b	59 ^b	236	222	355	360	856	870
5	50	45	195	194	302	297	790	742
6	47	48	224	221	357	335	843	855
7	40	48	223	229	364	342	872	772
8	39 ^b	43 ^b	228	221	326	314	807	814
9	46	45	222	226	316	302	801	771
10	44	44	222	205	341	335	768	739
有効機関数	8		10		10		9	
総平均値	46		218		331		803	
併行標準偏差	2.7		6.1		11		29	
併行相対標準偏差 (%)	5.9		2.8		3.2		3.7	
室間再現標準偏差	2.7 ^c		11		20		42	
室間再現相対標準偏差 (%)	5.9		5.3		6.1		5.2	

^a 粘度計の測定レンジを超えているため、値が表示されなかった。欠損値として除外した。

^b グラップズの検定の外れ値

^c 一元配置分散分析の「グループ間の分散」 < 「グループ内の分散」であったため、室間再現標準偏差=併行標準偏差とした。

表 4. 粘度要件に係る室間共同試験結果 (粘度 mPa·s、検体 C)

機関	濃度: 0.5 %		濃度: 1.5 %		濃度: 2.0 %		濃度: 4.0 %	
	1	2	1	2	1	2	1	2
1	43	46	189	186	273	274	669	675
2	33	48	186	187	277	256	N/A ^a	N/A ^a
3	52	60	196	204	282	279	707	715
4	58	53	195	206	300	287	724	695
5	55	57	171	173	268	235	630	655
6	52	50	212	200	280	291	721	723
7	46	53	197	178	288	286	773	771
8	36	41	187	181	272	269	694	716
9	53	67	196	206	275	249	679	688
10	47	51	185	187	261	256	647	635
有効機関数	10		10		10		9	
総平均値	50.0		191		273		695	
併行標準偏差	5.4		6.5		11		11	
併行相対標準偏差 (%)	11		3.4		4.1		1.6	
室間再現標準偏差	8.1		11		16		42	
室間再現相対標準偏差 (%)	16		6.0		5.8		6.0	

^a 粘度計の測定レンジを超えているため、値が表示されなかった。欠損値として除外した。

表 5. 粘度要件に係る室間共同試験結果 (粘度 mPa·s、粉末試薬)

機関	1	2
1	93	91
2	90	88
3	94	95
4	100	99
5	92	89
6	96	98
7	91	95
8	91	88
9	98	99
10	93	95
有効機関数	10	
総平均値	93.7	
併行標準偏差	1.6	
併行相対標準偏差 (%)	1.7	
室間再現標準偏差	3.8	
室間再現相対標準偏差 (%)	4.1	

表 6. 粘度要件に係る室間共同試験結果 (粘度 mPa·s、液状検体、10±2 °C)

機関	JS100		JS200		JS500		JS1000	
	1	2	1	2	1	2	1	2
1	168	168	377	364	1036	991	2228	2141
2	145	146	311	307	N/A ^a	N/A ^a	N/A ^a	N/A ^a
3	155	154	331	334	914	895	1915	1944
4	168	165	353	354	947	954	2080	1999
5	150	151	322	327	862	850	1849	1846
6	167	166	359	359	950	946	2070	2070
7	144	146	293	297	873 ^b	766 ^b	N/A ^a	N/A ^a
8	160	159	344	346	939	943	1987	1997
9	131	132	280	270	748	704	1534	1481
10	156	155	328	331	900	914	1897	1907
有効機関数	10		10		8		8	
総平均値	154		329		906		1930	
付与値 ^c	160		346		938		2004	
併行標準偏差	1.1		4.3		17		34	
併行相対標準偏差 (%)	0.71		1.3		1.9		1.7	
室間再現標準偏差	12		30		87		200	
室間再現相対標準偏差 (%)	7.6		9.1		9.6		11	

^a 粘度計の測定レンジを超えているため、値が表示されなかった。欠損値として除外した。

^b コ克兰の検定の外れ値

^c 20 °C 及び 40 °C の校正値から、JIS Z 8809:2011 解説 5.3 記載の式 (2) により求めた計算値

表 7. 粘度要件に係る室間共同試験結果 (粘度 mPa·s、液状検体、20±2 °C)

機関	JS100		JS200		JS500		JS1000	
	1	2	1	2	1	2	1	2
1	89	90	183	182	458	441	892	902
2	81	84	163	159	396	396	N/A ^a	N/A ^a
3	86	85	172	172	434	431	875	873
4	89	88	178	178	444	445	914	882
5	83	83	166	164	400	408	825	825
6	92	92	181	181	451	459	913	924
7	85	84	169	169	415	427	864	837
8	84	84	172	169	430	422	858	850
9	82	81	157	161	400	398	783	788
10	88	89	172	174	437	438	886	878
有効機関数	10		10		10		9	
総平均値	85.9		171.0		427		865	
付与値 ^b	85.9		172.8		435		879	
併行標準偏差	0.76		1.6		5.8		11	
併行相対標準偏差 (%)	0.89		0.93		1.4		1.3	
室間再現標準偏差	3.6		8.0		22		42	
室間再現相対標準偏差 (%)	4.2		4.7		5.1		4.9	

^a 粘度計の測定レンジを超えているため、値が表示されなかった。欠損値として除外した。

^b 20 °C 及び 40 °C の校正値から、JIS Z 8809:2011 解説 5.3 記載の式 (2) により求めた計算値

表 8. 粘度要件に係る室間共同試験結果 (粘度 mPa·s、液状検体、45±2 °C)

機関	JS100		JS200		JS500		JS1000	
	1	2	1	2	1	2	1	2
1	25	25	41	43	91	88	163	159
2	25	26	44	45	96	96	161 ^a	181 ^a
3	27	28	48	49	103	104	187	187
4	26	26	46	46	98	99	179	173
5	26	25	45	45	98	94	173	171
6	28	29	50	50	108	107	194	191
7	28	27	48	48	98	104	183	179
8	24	24	41	41	88	87	156	156
9	29	29	51	51	112	112	203	201
10	27	29	50	50	107	105	189	188
有効機関数	10		10		10		9	
総平均値	26.6		46.6		99.7		179	
付与値 ^b	25.7		44.9		97.0		174	
併行標準偏差	0.38		0.45		1.9		2.3	
併行相対標準偏差 (%)	1.4		1.0		1.9		1.3	
室間再現標準偏差	1.7		3.5		7.9		15	
室間再現相対標準偏差 (%)	6.6		7.6		7.9		8.4	

^a コ克兰の検定の外れ値

^b 20 °C 及び 40 °C の校正値から、JIS Z 8809:2011 解説 5.3 記載の式 (2) により求めた計算値






機関	1	2
写真		
メーカー	■■■■■	■■■■■
モデル	■■■■■	■■■■■
コーン角度	1	3
コーン半径 (mm)	30	24
ギャップ (μm)	51	13
機関	3	4
写真		
メーカー	■■■■■	■■■■■
モデル	■■■■■	■■■■■
コーン角度	1° 34	1
コーン半径 (mm)	24	50
ギャップ (μm)	40	100
機関	5	
写真		
メーカー	■■■■■	
モデル	■■■■■	
コーン角度	1	
コーン半径 (mm)	30	
ギャップ (μm)	52	

図1. 各機関が使用した粘度計及び治具の詳細 (次ページに続く)


機関	6	7
写真		
メーカー	■■■■■	■■■■■
モデル	■■■■■	■■■■■
コーン角度	1.001	3
コーン半径 (mm)	49.983	14
ギャップ (μm)	49	0
機関	8	9
写真		
メーカー	■■■■■	■■■■■
モデル	■■■■■	■■■■■
コーン角度	1	2
コーン半径 (mm)	17.5	25
ギャップ (μm)	52	207
機関	10	
写真		
メーカー	■■■■■	
モデル	■■■■■	
コーン角度	1.019	
コーン半径 (mm)	37.5165	
ギャップ (μm)	51	

図 1. 各機関が使用した粘度計及び冶具の詳細 (前ページの続き)

b) 100 及び 400 mPa·s となる濃度について

各機関から報告された濃度 0.5、1.5、2.0 及び 4.0 % における粘度の測定値から、食品試料の検体毎に濃度-粘度曲線を作成した。濃度 (%) を x 軸に、粘度 (mPa·s) を y 軸にプロットし、MS Excel を用いて 2 次関数で近似曲線 ($y = ax^2 + bx + c$) を求め、100 及び 400 mPa·s となる濃度 (%) を計算した。なお、欠損値がある場合は、必要に応じて濃度-粘度曲線を外挿して 100 及び 400 mPa·s となる濃度 (%) を計算した。

表 9 に 100 mPa·s となる濃度、表 10 に 400 mPa·s となる濃度に関する解析結果を示した。室間再現相対標準偏差は、検体 A の 100 mPa·s となる濃度について 20 % と他より高値を示した他は、3.9~5.8 % と同程度であった。検体 A の 100 mPa·s となる濃度について精度が悪かった理由は、検体 A において、濃度 0.5 及び 1.5 % における粘度測定値の併行精度が低いためであると考えられた。また、機関 2 においては、食品検体の濃度 4.0 % における粘度が、粘度計の測定レンジを超えているため欠損値となった。そのため、400 mPa·s となる濃度を外挿で求めているが、3 検体中 2 検体について外れ値となった。

以上の結果から、100 及び 400 mPa·s となる濃度に関する室間再現相対標準偏差は、概ね 5 % 程度であると考えられた。JIS Z8402-6 [3] によると、異なる 2 つの試験室で 1 回限りの測定を行い得られた値について、95 % の有意水準で有意差が認められない最大の差 (許容差) は、

$$\text{許容差} = 2.8 \times \text{室間再現標準偏差}$$

で計算できるため、100 及び 400 mPa·s となる濃度については、機関間で 14 % 程度の差が生じうると考えられた。

なお、2019 年 1 月 11 日までに結果を受取ることができなかった機関 7 の報告値と、機関 2 の欠損値を除いた、他の全ての報告値の平均値を用いて、100 及び 400 mPa·s となる濃度を算出し、性能要件に係る室間共同試験における添加濃度とした。検体 A、B 及び C について、100 mPa·s となると推定した濃度は、それぞれ 1.07、0.83 及び 0.88 % であり、400 mPa·s となると推定した濃度は、それぞれ 3.01、2.36 及び 2.69 % であった。これらの数値は表 9 及び 10 における全機関平均値とほぼ同一であった。

表 9. 粘度要件に係る室間共同試験結果 (100 mPa·s となる濃度、%)

機関	検体 A		検体 B		検体 C	
	1	2	1	2	1	2
1	1.14	1.10	0.837	0.858	0.910	0.904
2	1.40	1.08	0.885	0.844	0.969	0.872
3	1.08	0.98	0.812	0.816	0.861	0.811
4	1.00	1.00	0.781	0.766	0.822	0.829
5	0.97	0.85	0.873	0.885	0.890	0.943
6	1.06	1.08	0.805	0.823	0.837	0.856
7	1.28	0.60	0.830	0.789	0.897	0.908
8	1.17	1.22	0.843	0.846	0.953	0.957
9	1.26	0.73	0.829	0.834	0.855	0.790
10	1.03	1.16	0.813	0.838	0.910	0.892
有効機関数	10		10		10	
総平均値	1.06		0.830		0.883	
最小値	0.60		0.766		0.790	
最大値	1.40		0.885		0.969	
併行標準偏差	0.21		0.016		0.031	
併行相対標準偏差 (%)	20		1.3		3.6	
室間再現標準偏差	0.21 ^a		0.032		0.052	
室間再現相対標準偏差 (%)	20		3.9		5.8	

^a 一元配置分散分析の「グループ間の分散」 < 「グループ内の分散」であったため、室間再現標準偏差=併行標準偏差とした。

表 10. 粘度要件に係る室間共同試験結果 (400 mPa·s となる濃度、%)

機関	検体 A		検体 B		検体 C	
	1	2	1	2	1	2
1	3.03	2.98	2.366	2.457	2.70	2.70
2	2.81 ^{a,b}	5.74 ^{a,b}	2.250 ^a	2.304 ^a	2.61 ^{a,b}	3.06 ^{a,b}
3	2.94	2.78	2.277	2.379	2.63	2.62
4	2.88	2.81	2.221	2.238	2.56	2.60
5	3.27	3.28	2.491	2.542	2.84	2.89
6	2.87	2.88	2.243	2.304	2.58	2.57
7	3.02	2.87	2.210	2.308	2.53	2.59
8	2.96	3.08	2.332	2.378	2.67	2.67
9	3.15	3.06	2.384	2.433	2.68	2.75
10	3.09	3.10	2.328	2.402	2.79	2.82
有効機関数	9		10		9	
総平均値	3.00		2.342		2.68	
最小値 ^c	2.78		2.210		2.53	
最大値 ^c	3.28		2.542		2.89	
併行標準偏差	0.067		0.049		0.027	
併行相対標準偏差 (%)	2.2		2.1		1.0	
室間再現標準偏差	0.15		0.094		0.11	
室間再現相対標準偏差 (%)	5.0		4.0		4.0	

^a 濃度-粘度曲線を外挿して得られた値

^b コ克兰の検定の外れ値

^c 外れ値検定で除外された数値を除く

c) 粘度測定値の補正について

上述のように、100 及び 400 mPa·s となる濃度については、機関間で 14 %程度の差が生じうると考えられた。各機関から報告された食品試料、粉末試薬、液状検体の粘度測定値 (表 2~8) を観察すると、大半の報告値が平均値より高い機関 (機関 3、4、6) と低い機関 (機関 2、5) が存在する。したがって、食品試料の粘度測定値を、粉末検体または液状検体の測定値で補正することで、機関間のばらつきを低減できる可能性が考えられた。

粉末試薬であるキサントガムの 0.5 %水溶液の粘度測定値に基づく補正 (補正I) は以下の式に基づき、食品試料から得られた粘度測定値を補正した。

$$\text{粘度補正值 (I)} = \text{食品試料の粘度測定値} \times \frac{\text{粉末試薬の粘度の総平均値}}{\text{各機関で得られた粉末試薬の粘度の平均値}}$$

液状検体である標準粘度液の粘度測定値に基づく補正 (補正II) は、以下のように行った。機関毎に、20±2 °C の JS100、JS200、JS500、JS1000 の付与値を x 軸に、2 反復測定データの各平均値を y 軸にプロットし、MS Excel を用いて 1 次関数で近似直線 ($y = ax + b$) を得た。この数式を用いて、食品試料の粘度測定値から粘度補正值 (II) を算出した。

補正方法I及びIIによる粘度補正值に基づき計算した 100 及び 400 mPa·s となる濃度を表 11 に示した。補正方法I及びIIのいずれを行っても、100 及び 400 mPa·s となる濃度の平均値は、ほとんど変化しなかった。室間再現性相対標準偏差について、補正により小さくなる場合と大きくなる場合が混在しており、必ずしも補正により分析精度が向上するとは言えなかった。また、検体 A の 100 mPa·s となる濃度に関する室間再現相対標準偏差は、特に改善が求められるところであったが、補正方法I及びIIのいずれも効果がなかった。そのため、試験操作を煩雑にしてまで粉末試薬または標準粘度液を用いた補正を行う利点はないと考えられた。

表 11. 粘度補正值に基づく 100 及び 400 mPa·s となる濃度

検体 粘度相当値 (mPa·s)	A						B						C					
	100			400			100			400			100			400		
	無し	I	II	無し	I	II	無し	I	II	無し	I	II	無し	I	II	無し	I	II
有効機関数	10			9			10			10			10			9		
平均値	1.06	1.06	1.05	3.00	3.01	2.97	0.83	0.83	0.83	2.34	2.34	2.31	0.88	0.88	0.88	2.68	2.69	2.65
最小値	0.60	0.59	0.57	2.78	2.79	2.76	0.77	0.78	0.78	2.21	2.18	2.12	0.79	0.82	0.75	2.53	2.52	2.48
最大値	1.40	1.36	1.36	3.28	3.24	3.11	0.89	0.87	0.90	2.54	2.53	2.51	0.97	0.94	0.96	2.89	2.92	2.83
室間再現相対標準偏差 (%)	20 ^a	20 ^a	21 ^a	5.0	4.1	3.6	3.9	2.6	3.7	4.0	4.1	4.5	5.8	3.6	6.3	4.0	4.3	4.0

補正法I：粉末試薬の平均値との比較による補正

補正法II：標準粘度液 (JS 100, 200, 500, 1000) の付与値との比較による補正

^a 一元配置分散分析の「グループ間の分散」 < 「グループ内の分散」であったため、室間再現標準偏差=併行標準偏差とした。

3) 性能要件に係る室間共同試験

a) 溶解性・分散性試験について

表 12 に、溶解性・分散性試験に係る室間共同試験結果を示した。検体 A に関して、45 °C においては、いずれの機関でもだまは認められず、20 または 10 °C においては、1~2 機関において 1 個のだまが、3 反復中 1 回のみ認められた。検体 B に関しては、2~4 機関において、1~6 個のだまが、3 反復中 1~2 回認められた。検体 C に関しては、2~4 機関において、1~12 個のだまが、3 反復中 1~3 回認められた。

溶解性・分散性試験における判定基準を、3 反復中、だまが認められない試行が 3 回の場合のみ適と判定する場合 (判定I)、検体 A の 45 °C を除き、機関により適否が分かれた。判定基準を、3 反復中、だまが認められない試行が 2~3 回の場合を適と判定するように緩和した場合 (判定II)、検体 A については、全ての機関の判定が適で一致したが、検体 B 及び C については、機関により適否が分かれたままであったものの、機関間の判定差は少なくなった。このように、適否判定の条件を緩和することにより機関間の差を低減できるが、利用者の安全を確保したままどこまで条件を緩和可能かについては別途議論する必要がある。

表 12. 溶解性・分散性試験に係る室間共同試験結果 (5 mm 以上のだまの数、個)

機関	検体 A (濃度: 3.01 %)									検体 B (濃度: 2.36 %)									検体 C (濃度: 2.69 %)												
	20 °C			10 °C			45 °C			20 °C			10 °C			45 °C			20 °C			10 °C			45 °C						
	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	
1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0	0	0	2	2	4
4	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
5	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
6	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	2	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
7	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	
8	0	0	1	1	0	0	0	0	0	1	0	1	2	6	1	0	0	0	0	0	1	0	10	1	1	0	0	0	0	0	
9	0	1	0	0	0	0	0	0	0	3	4	0	3	3	0	3	3	0	7	2	12	2	3	0	0	2	4	0	0		
10	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1	
判定基準 I (3 反復中、だまが認められない試行が 3 回の場合のみ適と判定)																															
適	8 機関			9 機関			10 機関			8 機関			6 機関			7 機関			6 機関			8 機関			6 機関						
否	2 機関			1 機関			0 機関			2 機関			4 機関			3 機関			4 機関			2 機関			4 機関						
判定基準 II (3 反復中、だまが認められない試行が 2~3 回の場合に適と判定)																															
適	10 機関			10 機関			10 機関			8 機関			8 機関			8 機関			8 機関			8 機関			8 機関						
否	0 機関			0 機関			0 機関			2 機関			2 機関			2 機関			2 機関			2 機関			2 機関						

b) 経時安定性について

表 13 に、経時安定性試験に係る室間共同試験結果を示した。調整 30 分後の粘度は、調整 10 分後の粘度の概ね 100 % であり、粘度比の室間再現相対標準偏差は 2.4~4.5 % と良好であった。調整 10 分後及び 30 分後の粘度測定値に関する室間再現相対標準偏差は 4.4~7.5 % であり、粘度要件に係る室間共同試験における結果と概ね同レベルであった。調整 10 分後及び 30 分後の粘度測定値の平均値について、検体 A 及び C は 400 ± 20 mPa·s の範囲内であったが、検体 B はわずかに範囲外であった。経時安定性試験における調製 30 分後の粘度の測定条件は、10 分後の測定時にビーカーを水浴式恒温槽から出す操作があるため、厳密には粘度要件と同じではない。このことが、上述のずれの原因となった可能性が考えられた。

表 13. 経時安定性試験に係る室間共同試験結果

機関	検体 A (濃度: 3.01 %)						検体 B (濃度: 2.36 %)						検体 C (濃度: 2.69 %)					
	粘度 (10 分)		粘度 (30 分)		粘度比 ^a (%)		粘度 (10 分)		粘度 (30 分)		粘度比 ^a (%)		粘度 (10 分)		粘度 (30 分)		粘度比 ^a (%)	
	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
1	394	395	401	404	102	102	427	427	450	445	105	104	416	411	405	412	97	100
2	401	402	402	403	100	100	427	425	424	423	99	99	394	396	394	394	100	99
3	415	428	398	391	96	91	427	423	420	392	98 ^b	93 ^b	414	412	420	410	101	99
4	400	427	428	436	107	102	464	463	441	436	95	94	449	453	441	440	98	97
5	371	349	383	373	103	107	380	362	373	351	98	97	377	375	377	377	100	101
6	425	470	428	433	101	92	463	456	467	449	101	98	438	450	436	443	100	98
7	432	428	398	411	92	96	432	448	457	480	106	107	464	454	466	474	101	104
8	412	415	405	400	98	96	424	437	413	430	98	98	440	430	418	407	95	95
9	401	413	398	415	99	100	451	435	448	423	99	97	431	419	412	418	96	100
10	403	389	387	381	96	98	416	403	415	400	100	99	393	404	393	387	100	96
有効機関数	10		10		10		10		10		9		10		10		10	
総平均値	409		404		99.0		430		427		99.8		421		416		98.9	
併行標準偏差	14		6		2.7		8		13		1.0		6		5		1.8	
併行相対標準偏差 (%)	3.3		1.5		2.8		1.8		3.0		1.0		1.4		1.1		1.8	
室間再現標準偏差	25		18		4.5		27		32		3.7		27		28		2.4	
室間再現相対標準偏差 (%)	6.2		4.4		4.5		6.2		7.5		3.7		6.4		6.7		2.4	

^a 調製 30 分後の粘度/調製 10 分後の粘度

^b コ克兰の検定の外れ値

c) 唾液抵抗性について

表 14 に、唾液抵抗性試験に係る室間共同試験結果を示した。アミラーゼ添加 30 分後の粘度は、無添加の粘度の 98～99 % であり、粘度比の室間再現相対標準偏差は 2.3～3.1 % と良好であった。アミラーゼ無添加区及び添加区の粘度測定値に関する室間再現相対標準偏差は 4.0～6.2 % であり、粘度要件に係る室間共同試験における結果と概ね同レベルであった。無添加区の粘度測定値の平均値については、検体 A、B、C ともに 400 ± 20 mPa·s の範囲内であった。しかし、個々の機関の報告値に着目すると、いくつかの機関で 400 ± 20 mPa·s の範囲外の数値が認められた。

表 14. 唾液抵抗性試験に係る室間共同試験結果

機関	検体 A (濃度: 3.01 %)						検体 B (濃度: 2.36 %)						検体 C (濃度: 2.69 %)					
	無添加		添加		粘度比 ^a (%)		無添加		添加		粘度比 ^a (%)		無添加		添加		粘度比 ^a (%)	
	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
1	380	385	373	373	98	97	404	405	398	396	99	98	395	402	387	397	98	99
2	384	388	382	379	99	98	415	409	392	390	94	95	387	394	382	384	99	97
3	380	368	370	380	97	103	388	404	382	389	98	97	384	398	387	382	101	96
4	408	411	398	398	98	97	413	417	408	414	99	99	415	424	410	408	99	96
5	366	372	366	363	100	97	362	347	343	350	95	101	364	365	365	353	100	97
6	394	404	403	406	102	100	451	416	438	423	97	102	428	408	399	408	93	100
7	403	422	418	425	104	101	442	417	428	430	97	103	419	416	399 ^b	433 ^b	95	104
8	403 ^b	483 ^b	386	377	96 ^b	78 ^b	405	419	397	398	98	95	414	409	397	404	96	99
9	384	396	380	388	99	98	436	411	428	403	98	98	410	400	396	402	97	100
10	381	390	385	375	101	96	405	390	399	389	99	100	380	380	380	379	100	100
有効機関数	9		10		9		10		10		10		10		9		10	
総平均値	390		386		99.2		408		400		98.1		400		390		98.2	
併行標準偏差	7		5		2.1		13		7		2.3		7		5		3.1	
併行相対標準偏差 (%)	1.8		1.2		2.1		3.2		1.8		2.4		1.7		1.2		3.1	
室間再現標準偏差	16		17		2.3		24		25		2.3 ^c		19		16		3.1 ^c	
室間再現相対標準偏差 (%)	4.0		4.5		2.3		6.0		6.2		2.4 ^c		4.7		4.0		3.1 ^c	

a アミラーゼ添加 30 分後の粘度/無添加の粘度

b コ克蘭の検定の外れ値

c 一元配置分散分析の「グループ間の分散」 < 「グループ内の分散」であったため、室間再現標準偏差=併行標準偏差とした。

d) 温度安定性について

表 15～17 に、温度安定性試験に係る室間共同試験結果を示した。10 °C における粘度は、20 °C における粘度の 108～119 % であり、粘度比の室間再現相対標準偏差は 8.4～17 % であった。一方、45 °C における粘度は、20 °C における粘度の 45～82% であり、粘度比の室間再現相対標準偏差は 12～24% であった。温度安定性試験における許可基準は、粘度比が 65～135 % であり、検体 A 及び C については、検体 A の機関 9 を除いて基準を満たさない結果となった。一方、検体 B については、全ての機関の結果が基準を満たした。また、温度安定性試験においては継時安定性試験及び唾液抵抗性試験と比較して試験を行う際の食品の添加濃度が低いため、粘度測定における併行精度が悪化し、これが粘度比の室間再現相対標準偏差が大きくなった主な理由であると考えられた。

温度安定性試験について、通知では「20 °C における粘度が 100 ± 5 mPa·s となる濃度」で試験することが定められている。今回、粘度要件に係る室間共同試験における全機関の平均値を用いて計算した 100 及び 400 mPa·s となる濃度を指示して、性能要件に係る共同試験を実施したが、20 °C における粘度が 100 ± 5 mPa·s の範囲外となった機関が、10 機関中 3～5 機関認められた。従って、通知の記載を遵守するならば、機関間で添加濃度を変える必要が生じ、無視できない機関間差の原因となると考えられた。

分析通知において、温度安定性試験は「蒸留水を 10 ± 2 °C 及び 45 ± 2 °C に調温して同様に実施し、検証する。」となっており、試験溶液を作製した後に 30 分静置する温度及びコーンプレート型粘度計での測定温度については規定されていない。今回は、静置温度及び測定温度についても 10 °C 及び 45 °C として室間共同試験を実施した結果、規準を満たさない検体が認められた。なお、単一試験室において、45 °C で調製した後、静置及び測定温度を 20 °C として試験した結果、粘度比は検体 A=76 %、検体 B=94 %、検体 C=84% となり (n=2 の平均値)、規準を満たす値となった。

表 15. 温度安定性に係る室間共同試験結果 (検体 A, 濃度: 1.07 %)

機関	粘度 (mPa·s)						粘度比 (%)			
	20 °C		10 °C		45 °C		10 °C/20 °C		45 °C/20 °C	
	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
1	86	96	105	110	48	47	122	115	56	49
2	106	100	116	108	36	37	110	108	34	37
3	99	97	144	111	48	45	145	114	48	46
4	107	103	147	137	24	29	137	132	22	28
5	99	91	114	105	48	49	115	116	48	54
6	97	108	173	121	53	45	179	112	55	41
7	114 ^a	84 ^a	116	128	54 ^a	37 ^a	101	153	47	44
8	80	84	90	83	40	43	112	99	50	52
9	92	90	92	94	58	61	101	105	63	68
10	85	88	96	84	50	45	112	96	58	51
有効機関数	9		10		9		10		10	
総平均値	94.8		114		44.7		119		48	
併行標準偏差	4.5		15		2.9		21		4	
併行相対標準偏差 (%)	4.8		13		6.5		17		9.4	
室間再現標準偏差	8.7		23		9.4		21 ^b		11	
室間再現相対標準偏差 (%)	9.1		21		21		17 ^b		24	

^a コ克兰の検定の外れ値

^b 一元配置分散分析の「グループ間の分散」 < 「グループ内の分散」であったため、室間再現標準偏差=併行標準偏差とした。

表 16. 温度安定性に係る室間共同試験結果 (検体 B, 濃度: 0.83 %)

機関	粘度 (mPa·s)						粘度比 (%)			
	20 °C		10 °C		45 °C		10 °C/20 °C		45 °C/20 °C	
	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
1	97	93	101	95	83	75	104	102	85	80
2	97	90	98	101	70	70	101	112	72	78
3	103	100	100	105	65	76	97	105	63	75
4	92	99	115	122	77	79	125	124	84	80
5	91	93	91	87	74	77	99	94	81	83
6	105	102	114	113	79	77	109	111	75	75
7	98 ^a	66 ^a	83	108	86	72	85 ^a	164 ^a	88	110
8	90	80	76	98	67	73	84	123	75	91
9	105	96	106	110	84	79	100	115	80	82
10	88	82	95	103	78	80	108	126	89	98
有効機関数	9		10		10		9		10	
総平均値	94.6		101		76.0		108		82	
併行標準偏差	4.5		8		4.7		11		7	
併行相対標準偏差 (%)	4.8		8.0		6.1		10		8.9	
室間再現標準偏差	7.4		12		5.4		12		10	
室間再現相対標準偏差 (%)	7.8		11		7.1		11		12	

^a コ克兰の検定の外れ値

表 17. 温度安定性に係る室間共同試験結果 (検体 C, 濃度: 0.88 %)

機関	粘度 (mPa·s)						粘度比 (%)			
	20 °C		10 °C		45 °C		10 °C/20 °C		45 °C/20 °C	
	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
1	98	107	118	118	52	50	121	110	53	47
2	97	103	122	121	36	40	126	118	38	39
3	111	112	126	134	48	48	113	121	43	43
4	100	108	140	130	36	37	140	119	36	34
5	97	97	116	120	39	40	120	124	40	41
6	120	112	127	128	51	50	106	114	43	44
7	118	115	116	120	46	52	98	104	39	45
8	96	99	107	108	43	47	111	110	45	47
9	101	97	129	125	56	55	127	129	55	56
10	98	106	121	127	54	52	124	119	56	49
有効機関数	10		10		10		10		10	
総平均値	104.5		122.6		46.6		117.7		44.7	
併行標準偏差	4.3		3.6		2.0		6.4		2.7	
併行相対標準偏差 (%)	4.1		2.9		4.4		5.4		6.1	
室間再現標準偏差	8.0		8.1		6.7		9.8		6.7	
室間再現相対標準偏差 (%)	7.7		6.6		14		8.4		15	

4) 結論及び今後の課題

特別用途食品（とろみ調整用食品）の粘度等に係る試験方法の妥当性を室間共同試験で確認した。

粘度要件に係る試験方法については、とろみ調整用食品の種類及び濃度によって、粘度の分析精度に大きな差があった（室間再現相対標準偏差 = 4.5～57 %）。低濃度における粘度を測定する際には併行精度が悪い傾向が認められ、これが機関間で数値がばらつく主要因であると考えられた。一方、粘度計の機種やコーンプレートの形状の差異の影響は小さいと考えられた。各機関で得られた濃度-粘度曲線から算出した 100 及び 400 mPa・s となる濃度の室間再現性相対標準偏差は 3.9～20 % であり、概ね 5 % 程度であると考えられた。粘度要件に係る許可基準への適否が機関間で食い違うことはなかったが、各機関が 100 及び 400 mPa・s となる濃度を独自に試験した場合、性能要件に係る試験における添加濃度に少なくない差異が生じることが懸念された。

粘度要件に係る試験方法については、添加濃度を統一して実施してもなお、溶解性・分散性試験の判定結果に大きな機関間差があることが明らかになった。「3 反復中だまが認められた試行が 0 回」を判定基準とした場合と比較して、「3 反復中だまが認められた試行が 0～1 回」を判定基準とすれば、機関間の判定差を少なくできるが、安易な条件緩和は利用者の安全面から懸念された。経時安定性及び唾液抵抗性試験の室間再現性は良好であったが、温度安定性試験では検体により機関間におけるばらつきが認められた（室間再現性相対標準偏差 = 8～24 %）。この原因として、試験を行う際の食品の添加濃度が少ないことに起因した併行精度の悪さが考えられた。なお、温度安定性試験においては、大多数の機関において、3 検体中 2 検体が 20 °C の粘度に対する 45 °C の粘度比が規格基準を満たさなかった。

以上の結果を踏まえ、とろみ調整用食品の試験方法に関する信頼性を高めるために、今後検討すべき事項を以下に挙げる。

1. 特に低濃度における粘度測定値の併行精度を高めるため、均質な試験溶液が得られるような調製方法について検討する。粉末試薬の併行分析精度が良好であったことから、水浴式恒温槽中での静置時間を延長すること及び粘度計で測定する直前に再度攪拌する

操作を加えることが有効であると推定された。

2. 粘度計の要件を明確にする必要がある。通知では、「ずり速度 50^{-1} で 2 分後の粘度が測定可能なコーンプレート型粘度計」としか規定されていないが、温度安定性試験を実施するにあたり、コーンプレート及びステージの調温機能は必須であると考えられる。また、粘度要件に係る試験において、測定不能な濃度があると適切な濃度-粘度曲線が作成できなくなるため、粘度計が測定可能な粘度範囲を明示することが望ましいと考えられた。今回検討したとろみ調整用食品では、概ね $40\sim 800$ mPa·s の粘度が測定できれば、適切な濃度-粘度曲線を描けたが、他のとろみ調整用食品を含めて、どの範囲の粘度が測定できれば不都合が生じないか検討する必要がある。
3. 性能要件に係る試験において、添加濃度を統一する工夫が必要である。添加濃度を統一した条件下においても、試験項目によっては無視できない機関間差が認められたことから、これを統一しない場合、より大きな差が生じることが懸念される。添加濃度を統一する方法として、申請者が予め 100 及び 400 mPa·s となると推定される添加濃度（設計値）を申請し、その数値が妥当であることを確認したうえで、設計値を基に性能要件に係る試験を実施する方法が考えられた。室間共同試験の結果、各機関が個別に求めた 100 及び 400 mPa·s となる濃度の室間再現相対標準偏差は概ね 5% であり、これは、機関間において 14% 程度の差が生じ得ることを示している。検体によっては、室間再現相対標準偏差が 5% より大きいものもあることから、各機関が独自に試験して計算した 100 及び 400 mPa·s となる濃度が設計値の $\pm 20\%$ 以内であれば、設計値は妥当であると判断して良いのではないかと考えられた。
4. 溶解性・分散性試験における判定基準を明確にする必要がある。3 反復中、1 回だけだまが認められる場合を許容すれば、機関間における判定差は低減されるが、安易な条件緩和は利用者の安全が懸念される。一方、試験検査の公平性を担保するためには、1 回でもだまが認められれば即座に不適と判定するのは問題がある。そのため、3 回中 1 回だけだまが認められた試行がある場合は、結果を破棄して再試験を行うことが有効であると考えられた。

5. 溶解性・分散性試験における機関間差（個人差）を低減する工夫が望ましい。人の手による攪拌では、文章で表現が困難なわずかな違いにより、だまがしやすい試験者と、できにくい試験者の個人差が生じるのは避けられない。本事業における第2回委員会において、攪拌する道具をスパーテルからフォークや小形の泡立て器のようなだまが生じにくいものに適宜変更する方法について議論されたが、消費者が必ずしも適した道具を使用するとは限らず判定が甘くなるのではないかという指摘や、道具を工夫したとしても人の手で攪拌する以上個人差が生じるのは避けられないのではないかという指摘があった。とろみ調整用食品の品質を担保するために厳密な許可基準を設ける場合、試験機関による適否判定の差が生じないためには、ばらつきが少ない試験方法が求められる。溶解性・分散性試験においては、人の手による操作において、個人や道具の差によりだまの有無がどうなるかを十分に検証したうえで、その結果を模した機械的な攪拌条件を定めることができれば、分析精度が高まると考えられた。

具体的には下記のような検証を行うことが有用ではないかと考える。攪拌はスターラーを用いることとし、試験を行うビーカーの形状（底面の直径等）、用いる攪拌子の規格（大きさ及び形状）を決める。攪拌速度が速いほどだまが生じにくくなると考えられるため、攪拌速度（回転数）を変化させ、回転数とだまの有無の関係を検証する。別途、人の手による攪拌試験を行い、両者の結果を比較し、人における結果を良く反映している回転数を検討する。

6. 温度安定性試験の試験条件を検討する必要がある。今回の室間共同試験においては、3検体中2検体が45℃の粘度が20℃の粘度の-35%以下となり、規格基準を満たさなかった。通知法は、事業者団体により提案された方法が基礎となっているが、初稿では粘度が400 mPa・sとなる量で温度安定性試験を行う事となっていた。平成28年度第3回特別用途食品制度に関する検討会ワーキンググループにおいて、濃いとろみのものより薄いとろみのものの方が、温めてゆるくなった場合の誤嚥のリスクが高いという理由により、粘度が100 mPa・sとなる量で温度安定性試験を行うこととされた経緯がある。なお、事業者団体から提供された検証データによると、温度安定性試験を100 mPa・sとなる量で実施すると、20℃の粘度に対する45℃の粘度の割合が基準を満たすものが5製品

中 2 製品であるのに対し、400 mPa·s となる量で実施すると、5 製品中 5 製品が基準を満たすという結果が得られている。従って、温度安定性試験を行う際の添加濃度を 400 mPa·s に変更すれば規格基準を満たす製品が増加すると推定されるが、変更の是非については、安全面に配慮したワーキンググループにおける議論も勘案して、慎重に議論すべきである。

III. 参考文献

- [1] Thompson, M., Ellison, S. L. R., Wood, R., The international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories (IUPAC Technical Report). *Pure and Applied Chemistry*, **78**, 145-196 (2006).
- [2] Horwitz, W. Protocol for the design, conduct and interpretation of method-performance studies: Revised 1994 (Technical Report). *Pure and applied chemistry*, **67**, 331-343 (1995).
- [3] JIS Z 8402-6, 4.1 併行許容差と再現許容差. 測定方法及び測定結果の精確さ (真度及び精度)－第 6 部：精確さに関する値の実用的な使い方 (1999).

4. 検証された分析法のマニュアル

通知の分析方法	本検証の結果推奨される分析方法 (案)																														
<p>(2) とろみ調整用食品の試験方法</p> <p>ア 粘度</p> <p>1) 200 mL のガラスビーカーに蒸留水を量り取り、水浴式恒温槽を用いて 20±2 °C に調温する。処方 は 下記のとおり。</p> <table border="1" data-bbox="210 577 730 725"> <tr> <td>濃度 (%)</td> <td>0.5</td> <td>1.5</td> <td>2.0</td> <td>4.0</td> </tr> <tr> <td>蒸留水 (g)</td> <td>99.5</td> <td>98.5</td> <td>98.0</td> <td>96.0</td> </tr> <tr> <td>試料 (g)</td> <td>0.5</td> <td>1.5</td> <td>2.0</td> <td>4.0</td> </tr> </table> <p>2) 試料を薬包紙に量り取る。</p> <p>3) 20±2 °C に調温した蒸留水に長さ 180 mm のスパートルを用いて約 3 回転/秒の速さで攪拌しながら量り取った試料を添加する。試料は数秒を掛けて全量を添加し、その後同じ攪拌速度で 30 秒間攪拌を継続する。</p> <p>4) 30 秒間の攪拌後、水浴式恒温槽 (水温 20±2 °C) で 30 分間静置する。</p> <p>5) 30 分後、コーンプレート型回転粘度計を用いて、ずり速度を 50 s⁻¹ に設定し、測定開始 2 分後の値を粘度とする。</p> <p>イ 溶解性・分散性</p> <p>1) 200 mL のガラスビーカーに蒸留水を 150.0 g 量り取り、水浴式恒温槽を用いて 20±2 °C に調温する。</p> <p>2) 粘度要件の添加濃度範囲である 1.5 % (w/w) 以上 4.0 % (w/w) 未満であって、30 分後の粘度が 400±20 mPa・s となる量の試料を薬包紙に量り取る。</p> <p>3) 20±2 °C に調温した蒸留水に長さ 180 mm のスパートルを用いて約 3 回転/秒の速さで攪拌しながら量り取った試料の全量を一気に添加し、その後同じ攪拌速度で 10 秒間攪拌を継続する。攪拌後、20 秒間そのまま静置する。</p>	濃度 (%)	0.5	1.5	2.0	4.0	蒸留水 (g)	99.5	98.5	98.0	96.0	試料 (g)	0.5	1.5	2.0	4.0	<p>(2) とろみ調整用食品の試験方法</p> <p>ア 粘度</p> <p>1) 200 mL のガラスビーカーに精製水^{注1)}を量り取り、水浴式恒温槽を用いて 20±2 °C に調温する。処方 は 下記のとおり。</p> <table border="1" data-bbox="863 577 1383 725"> <tr> <td>濃度 (%)</td> <td>0.5</td> <td>1.5</td> <td>2.0</td> <td>4.0</td> </tr> <tr> <td>精製水 (g)</td> <td>99.5</td> <td>98.5</td> <td>98.0</td> <td>96.0</td> </tr> <tr> <td>試料 (g)</td> <td>0.5</td> <td>1.5</td> <td>2.0</td> <td>4.0</td> </tr> </table> <p>2) 試料を薬包紙に量り取る。</p> <p>3) 20±2 °C に調温した精製水に長さ 180 mm のスパートルを用いて約 3 回転/秒の速さで攪拌しながら量り取った試料を添加する。試料は数秒を掛けて全量を添加し、その後同じ攪拌速度で 30 秒間攪拌を継続する。</p> <p>4) 30 秒間の攪拌後、水浴式恒温槽 (水温 20±2 °C) で 30 分間静置する。</p> <p>5) 30 分後、長さ 180 mm のスパートルを用いて約 3 回転/秒の速さで 30 秒間攪拌した後、20±2 °C に調温したコーンプレート型回転粘度計を用いて、ずり速度を 50 s⁻¹ に設定し、測定開始 2 分後の値を粘度とする。</p> <p>イ 溶解性・分散性</p> <p>1) 200 mL のガラスビーカーに精製水を 150.0 g 量り取り、水浴式恒温槽を用いて 20±2 °C に調温する。</p> <p>2) 粘度要件の添加濃度範囲である 1.5 % (w/w) 以上 4.0 % (w/w) 未満であって、30 分後の粘度が 400 mPa・s となると推定される量^{注2)}の試料を薬包紙に量り取る。</p> <p>3) 20±2 °C に調温した精製水に長さ 180 mm のスパートルを用いて約 3 回転/秒の速さで攪拌しながら量り取った試料の全量を一気に添加し、その後同じ攪拌速度で 10 秒間攪拌を継続する。攪拌後、20 秒間そのまま静置する。</p>	濃度 (%)	0.5	1.5	2.0	4.0	精製水 (g)	99.5	98.5	98.0	96.0	試料 (g)	0.5	1.5	2.0	4.0
濃度 (%)	0.5	1.5	2.0	4.0																											
蒸留水 (g)	99.5	98.5	98.0	96.0																											
試料 (g)	0.5	1.5	2.0	4.0																											
濃度 (%)	0.5	1.5	2.0	4.0																											
精製水 (g)	99.5	98.5	98.0	96.0																											
試料 (g)	0.5	1.5	2.0	4.0																											

- 4) 20 秒後、目視にて 5 mm 以上の不透明な不溶解物の塊 (だま) の有無を確認する。
- 5) 同試験を更に 2 回行う (計 3 回の繰り返し試験を行う。)

6) 同様の試験について、蒸留水を 10 ± 2 °C、 45 ± 2 °C に調温して実施し、検証する。ただし、 45 ± 2 °C の試験については、300 mL のガラスビーカーを用いて、左右に約 2 往復/秒で攪拌する方法を用いることができる。

ウ 経時的安定性

- 1) 200 mL のガラスビーカーに蒸留水を 150.0 g 量り取り、水浴式恒温槽を用いて 20 ± 2 °C に調温する。
- 2) 粘度要件の添加濃度範囲である 1.5 % (w/w) 以上 4.0 % (w/w) 未満であって、30 分後の粘度が 400 ± 20 mPa·s とする量の試料を薬包紙に量り取る。
- 3) 20 ± 2 °C に調温した蒸留水に長さ 180 mm のスパークルを用いて約 3 回転/秒の速さで攪拌しながら、量り取った試料の全量を数秒掛けて添加し、その後同じ攪拌速度で 30 秒間攪拌を継続する。
- 4) 30 秒間の攪拌後、水浴式恒温槽中 (水温 20 ± 2 °C) で 10 分間静置する。
- 5) コーンプレート型回転粘度計を用いて、ずり速度を 50 s^{-1} に設定し、測定開始 2 分後の値を粘度とする。
- 6) 調製した溶液を水浴式恒温槽 (水温 20 ± 2 °C) に戻し、更に 20 分間 (計 30 分間) 静置した後、同様の測定を実施し、検証する。

エ 唾液抵抗性

- 4) 20 秒後、目視にて 5 mm 以上の不透明な不溶解物の塊 (だま) の有無を確認する。
- 5) 同試験を更に 2 回行う (計 3 回の繰り返し試験を行う。)

6) 3 回の繰り返し試験のうち、だまが認められた試験が 1 回の時は、1 回のみ再試験を行う (再試験においても、計 3 回の繰り返し試験を行う)。

7) 同様の試験について、精製水を 10 ± 2 °C、 45 ± 2 °C に調温して実施し、検証する。ただし、 45 ± 2 °C の試験については、300 mL のガラスビーカーを用いて、左右に約 2 往復/秒で攪拌する方法を用いること。

ウ 経時的安定性

- 1) 200 mL のガラスビーカーに精製水を 150.0 g 量り取り、水浴式恒温槽を用いて 20 ± 2 °C に調温する。
- 2) 粘度要件の添加濃度範囲である 1.5 % (w/w) 以上 4.0 % (w/w) 未満であって、30 分後の粘度が $400 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ となると推定される量^{注2)} の試料を薬包紙に量り取る。
- 3) 20 ± 2 °C に調温した精製水に長さ 180 mm のスパークルを用いて約 3 回転/秒の速さで攪拌しながら、量り取った試料の全量を数秒掛けて添加し、その後同じ攪拌速度で 30 秒間攪拌を継続する。
- 4) 30 秒間の攪拌後、水浴式恒温槽中 (水温 20 ± 2 °C) で 10 分間静置する。
- 5) 長さ 180 mm のスパークルを用いて約 3 回転/秒の速さで 30 秒間攪拌した後、4)の一部を取り、 20 ± 2 °C に調温したコーンプレート型回転粘度計を用いて、ずり速度を 50 s^{-1} に設定し、測定開始 2 分後の値を粘度とする。
- 6) 4)の残りを水浴式恒温槽 (水温 20 ± 2 °C) に戻し、更に 20 分間 (計 30 分間) 静置した後、5)と同様に粘度を測定する。

エ 唾液抵抗性

- 1) 経時変化試験において 30 分後の粘度を測定した溶液を、100 mL のガラスビーカーに 70.0 g ずつ分け、各々、溶液I、IIとする。
- 2) 溶液Iをアミラーゼ無添加区、溶液IIをアミラーゼ添加区とする。
- 3) 溶液I、IIともにアルミホイルで蓋をして、37 °C の水浴式恒温槽中で 1 時間静置する。
- 4) 1 時間後、溶液IIを水浴式恒温槽から取り出し、別途調製した 100 U/mL のアミラーゼ溶液 70 μ L をマイクロピペットを用いて溶液IIに添加する。長さ 180 mm のスパートルを用いて約 3 回転/秒の速さで 10 秒間攪拌する。溶液I、II共に 37 °C の水浴式恒温槽中で更に 30 分間静置する。
- 5) 溶液I、IIを水浴式恒温槽中から取り出し、水浴式恒温槽中 (水温 20 \pm 2 °C) で静置し、溶液の温度を 20 \pm 2 °C に調温する。

- 6) 調温後、コンプレート型回転粘度計を用いて、ずり速度を 50 s⁻¹ に設定し、測定開始 2 分後の値を粘度とする。

オ 温度安定性

- 1) 200 mL のガラスビーカーに蒸留水を 150.0 g 量り取り、水浴式恒温槽を用いて 20 \pm 2 °C に調温する。
- 2) 粘度要件の添加濃度範囲である 0.1 % (w/w) 以上 1.5 % (w/w) 未満であって、30 分後の 20 °C の粘度が 100 \pm 5 mPa \cdot s となる量の試料を薬包紙に量り取る。
- 3) 20 \pm 2 °C に調温した蒸留水に長さ 180 mm のスパートルを用いて約 3 回転/秒の速さで攪拌しながら量り取った試料の全量を数秒掛けて添加し、その後同じ攪拌速度で 30 秒間攪拌を継続する。
- 4) 30 秒間の攪拌後、水浴式恒温槽中 (水温

- 1) 経時変化試験において 30 分後の粘度を測定した溶液を、100 mL のガラスビーカーに 70.0 g ずつ分け、各々、溶液I、IIとする。
- 2) 溶液Iをアミラーゼ無添加区、溶液IIをアミラーゼ添加区とする。
- 3) 溶液I、IIともにアルミホイルで蓋をして、37 °C の水浴式恒温槽中で 1 時間静置する。
- 4) 1 時間後、溶液IIを水浴式恒温槽から取り出し、別途調製した 100 U/mL のアミラーゼ溶液注3) 70 μ L をマイクロピペットを用いて溶液IIに添加する。長さ 180 mm のスパートルを用いて約 3 回転/秒の速さで 10 秒間攪拌する。溶液I、II共に 37 °C の水浴式恒温槽中で更に 30 分間静置する。
- 5) 溶液I、IIを水浴式恒温槽中から取り出し、水浴式恒温槽中 (水温 20 \pm 2 °C) で静置し、溶液の温度を 20 \pm 2 °C に調温する。この際、アルコール温度計等を用いて、溶液の温度を実測して確認を行うこと。

- 6) 調温後、長さ 180 mm のスパートルを用いて約 3 回転/秒の速さで 30 秒間攪拌した後、20 \pm 2 °C に調温したコンプレート型回転粘度計を用いて、ずり速度を 50 s⁻¹ に設定し、測定開始 2 分後の値を粘度とする。

オ 温度安定性

- 1) 200 mL のガラスビーカーに精製水を 150.0 g 量り取り、水浴式恒温槽を用いて 20 \pm 2 °C に調温する。
- 2) 粘度要件の添加濃度範囲である 0.1 % (w/w) 以上 1.5 % (w/w) 未満であって、30 分後の 20 °C の粘度が 100 mPa \cdot s となると推定される量注2) の試料を薬包紙に量り取る。
- 3) 20 \pm 2 °C に調温した精製水に長さ 180 mm のスパートルを用いて約 3 回転/秒の速さで攪拌しながら量り取った試料の全量を数秒掛けて添加し、その後同じ攪拌速度で 30 秒間攪拌を継続する。
- 4) 30 秒間の攪拌後、水浴式恒温槽中 (水温

<p>20±2 °C) で 30 分間静置する。</p> <p>5) 30 分後、<u>コーンプレート型回転粘度計</u>を用いて、<u>ずり速度を 50 s⁻¹ に設定し、測定開始 2 分後の値を粘度とする。</u></p> <p>6) <u>3)~5) の操作について、蒸留水を 10±2 °C 及び 45±2 °C に調温して同様に実施し、検証する。</u></p>	<p>20±2 °C) で 30 分間静置する。</p> <p>5) 30 分後、<u>長さ 180 mm のスパーテルを用いて約 3 回転/秒の速さで 30 秒間攪拌した後、20±2 °C に調温したコーンプレート型回転粘度計を用いて、ずり速度を 50 s⁻¹ に設定し、測定開始 2 分後の値を粘度とする。</u></p> <p>6) <u>1)~5) の操作について、精製水、水浴式恒温槽及びコーンプレート型回転粘度計の温度を 10±2 °C 及び 45±2 °C に変更して同様に実施する。</u></p> <p>[注]</p> <p>1) <u>逆浸透法、蒸留法、イオン交換法、紫外線照射、ろ過などを組み合わせた方法によって精製した水で、JIS K 0557 に規定する A3~A4 またはこれと同等以上の水を使用する。</u></p> <p>2) <u>30 分後の 20 °C の粘度が 100 または 400 mPa・s となると推定される量は、申請者の申告による。</u></p> <p>3) <u>α-アミラーゼ (<i>Bacillus subtilis</i> 由来) または同等品を用い、精製水で規定の濃度に用時調製する。</u></p>
-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------	-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------

変更の理由等

- 「蒸留水」→「精製水」：とろみ調整用食品の試験においては、水に含まれるミネラル分が粘度に影響を及ぼすため純度の高い水を使用する必要がある。通知の方法においては「蒸留水」を使用するよう規定されているが、純度の高い水を得る方法は必ずしも蒸留である必要はない。そのため、イオン交換、蒸留、逆浸透または限外ろ過などを単独あるいは組み合わせたシステムにより作製された「精製水」を使用することとした。室間共同試験では、JIS K 0557:1998 A4 規格準拠の水を使用するよう依頼したが、一部の試験室においてクラス A3 規格準拠の水が使用された。A3 規格準拠の水を使用した試験室の結果が、A4 規格準拠の水を使用した試験室の結果と比較して、必ずしも統計的な外れ値と言えなかったことから、使用する水の規格は A3~A4 とし、注 1 にその旨を明示した。
- 記載なし→「長さ 180 mm のスパーテルを用いて約 3 回転/秒の速さで 30 秒間攪拌した後」：粘度測定において、試験溶液の不均質性が併行精度を低下させていると推定されたため、測定直前に再度攪拌する過程を加筆した。
- 記載なし→「20±2 °C に調温したコーンプレート型回転粘度計」：粘度計に調温機能が必須であることを明示した。

4. 「粘度が〇〇 mPa・s となる量」→「粘度が〇〇 mPa・s となると推定される量^{注2)}」: 検証においては、粘度要件に係る室間共同試験で得られたデータの平均値を用いて 100 及び 400 mPa・s となる量を計算し、その量を指示して性能要件に係る室間共同試験を行った。このような統一された条件下においても、試験項目によっては無視できない機関間差が認められた。添加濃度を指定しない場合、より大きな機関間差が生じることが懸念されるため、添加濃度は申請者の申告値とし、注 2 にその旨を明示した。なお、室間共同試験の結果から、申告値が妥当であるかどうかは、各機関が独自に試験して計算した 100 及び 400 mPa・s となる量が申告値の±20 %以内であるかどうかで判断できると考えられた。
5. 記載なし→「6)3 回の繰り返し試験のうち、だまが認められた試験が 1 回の時は、1 回のみ再試験を行う (再試験においても、計 3 回の繰り返し試験を行う)」: 溶解性・分散性試験において、だまが認められた場合の判定方法を明示した。
6. 「左右に約 2 往復/秒で攪拌する方法を用いることができる。」→「～用いること。」: 攪拌方法に自由度があると、機関間差が生じる可能性があるため。
7. 記載なし→「4) の一部を取り」、「調整した溶液」→「4) の残り」、「同様の測定を実施し、検証する」→「5) と同様に粘度を測定する」: 経時安定性試験の操作方法から誤解の余地を無くすため。
8. 「アミラーゼ溶液」→「アミラーゼ溶液^{注3)}」、記載なし→「[注 3) アミラーゼは、 α -アミラーゼ (*Bacillus subtilis* 由来) または同等品を用い、精製水で規定の濃度に用時調製する。」: 試験方法を統一するため。
9. 記載なし→「この際、アルコール温度計等を用いて、溶液の温度を実測して確認を行うこと。」: 確実に 20±2 °C に調温するため。
10. 「6) 3)~5) の操作について、蒸留水を 10±2 °C 及び 45±2 °C に調温して同様に実施し、検証する。」→「6) 1)~5) の操作について、精製水、水浴式恒温槽及びコーンプレート型回転粘度計の温度を 10±2 °C 及び 45±2 °C に変更して同様に実施する。」: 温度安定性試験の操作方法から誤解の余地を無くすため。

今後のさらなる検討が必要と考えられ、変更に至らなかった事項等

1. 室間共同試験において、低濃度において粘度測定値の併行精度が悪い原因として、試験溶液の不均質性が疑われたため、測定直前に再度スパーテルを用いて攪拌する操作を加筆したが、これで効果が不十分な場合は、水浴式恒温槽中での静置時間についても、30

分より延長することを検討する必要があると考えられた。

2. 今回の室間共同試験において、粘度計及びコーンプレートの形状の差異が粘度測定値のばらつきに及ぼす影響は小さいと考えられたため、調温機能を有したコーンプレート型粘度計ならばどれを使用しても概ね妥当な測定が行えると考えられた。しかし、濃度4.0%の粘度が粘度計の測定レンジを超えているため測定不能であった機関では、適切な濃度-粘度曲線を描くことができず、100及び400 mPa·sとなる濃度が外れ値になることがあった。そのため、粘度計が測定可能な粘度範囲を明示することが望ましいと考えられた。今回検討したとろみ調整用食品では、概ね40~800 mPa·sの粘度が測定できれば、適切な濃度-粘度曲線を描けたが、他のとろみ調整用食品を含めて、どの範囲の粘度が測定できれば不都合が生じないか検討する必要があると考えられた。
3. 溶解性・分散性試験においては、文章で表現が困難な攪拌方法のわずかな違いにより、だまが得意やすい試験者と、できにくい試験者の個人差が生じていると推定された。本事業における第2回委員会において、攪拌する道具をスパーテルからフォークや小形の泡立て器のようなだまが生じにくいものに適宜変更する方法について議論したが、消費者が必ずしも適した道具を使用するとは限らず判定が甘くなるのではないかという指摘や、道具を工夫したとしても人の手で攪拌する以上個人差が生じるのは避けられないのではないかという指摘があった。とろみ調整用食品の品質を担保するために厳密な許可基準を設ける場合、試験機関による適否判定の差が生じないためには、ばらつきが少ない試験方法が求められる。溶解性・分散性試験については、だまの有無における個人差や道具の差を検証したうえで、それを模した、規定の攪拌子と容器を用いたスターラーによる機械的な攪拌条件を定めることが可能であれば、分析精度が高まると考えられた。
4. 今回の室間共同試験においては、温度安定性試験において、3検体中2検体が45℃の粘度が20℃の粘度の-35%以下となり、規格基準を満たさなかった。通知法は、事業者団体により提案された方法が基礎となっているが、初稿では粘度が400 mPa·sとなる量で温度安定性試験を行う事となっていた。平成28年度第3回特別用途食品制度に関する検討会ワーキンググループにおいて、濃いとろみのものより薄いとろみのものの方が、温めてゆるくなった場合の誤嚥のリスクが高いという理由により、粘度が100 mPa·sとなる量で温度安定性試験を行うこととされた経緯がある。なお、事業者団体から提供された検証データによると、温度安定性試験を100 mPa·sとなる量で実施すると、20℃の粘度に対する45℃の粘度の割合が基準を満たすものが5製品中2製品であるのに対し、400 mPa·sとなる量で実施すると、5製品中5製品が基準を満たす。従って、温度安定性試験を行う際の添加濃度を400 mPa·sに変更すれば規格基準を満たす製品が増加すると推定されるが、変更の是非については、安全面に配慮したワーキンググループにおけ

る議論も勘案して、慎重に議論すべきである。