



# 迅速測定器校正用の試料乳を用いた 校正についての検討

岩 崎 司\*

(公益財団法人日本乳業技術協会 〒102-0073 東京都千代田区九段北 1-14-19)

## 1. 目 的

生乳検査における基準となる検査法はゲルベル法、常圧乾燥法などの標準法であるが、近年、ほとんどの生乳検査施設では、検査の効率化やより広範囲な項目の検査需要に対応するため、赤外分光多成分測定装置（迅速測定器）が導入されている<sup>1)</sup>。

迅速測定器による成分測定は検量線法であり機器購入時にはあらかじめ測定用の検量線が準備されている<sup>2)</sup>が、標準法との同等性を確保するためには必要に応じて検量線を調整する必要がある<sup>3)</sup>。標準法によって測定された標準試料を用いて既存の検量線を調整することを校正といい、当協会はその校正のための試料乳（校正用試料乳）を調製し配布している。毎月配布している校正用試料乳は3種類1セットであり、標準法による成分値を添付するとともに、参考として当協会保有の迅速測定器の校正結果をホームページ上に提供している<sup>4)</sup>。

校正は、その月に配布された校正用試料乳の測定値を用いて行う他、過去の測定データを使用することで校正に用いるデータ数を増やすことも可能である。今回、校正用試料乳利用者に校正のためのより良い情報を提供することを目的として、両者の比較検討を行った。すなわち、迅速測定器による測定値と標準法による測定値の差の大きさについて、毎月の校正用試料乳（3試料）を用いて校正した場合と、過去1年分の校正用試料乳測定データ（ $12 \times 3 = 36$ 試料）を用いて校正した場合とを比較検討した。

## 2. 方 法

### 2-1 実施期間

平成26年9月より平成27年8月までの1年間とした。

### 2-2 生乳試料

校正用試料乳および生乳検査外部精度管理調査試料を試料として用いた。校正用試料乳は平成26年9月分より平成27年8月分までの12ヶ月分を使用した。生乳検査外部精度管理調査<sup>5)</sup>は当協会が年に4回実施している技能試験であり、平成26年度第3回（平成26年10月）、平成26年度第4回（平成27年1月）、平成27年度第1回（平成27年4月）、平成27年度第2回（平成27年7月）の4回分を使用した。

### 2-3 測定項目

乳脂肪分（FAT）、たんぱく質（PRO）、乳糖（LAC）、全乳固形分（TS）、無脂乳固形分（SNF）の5項目とした。

\*Tel : 03-3264-1921 E-mail: iwasaki@jdta.or.jp

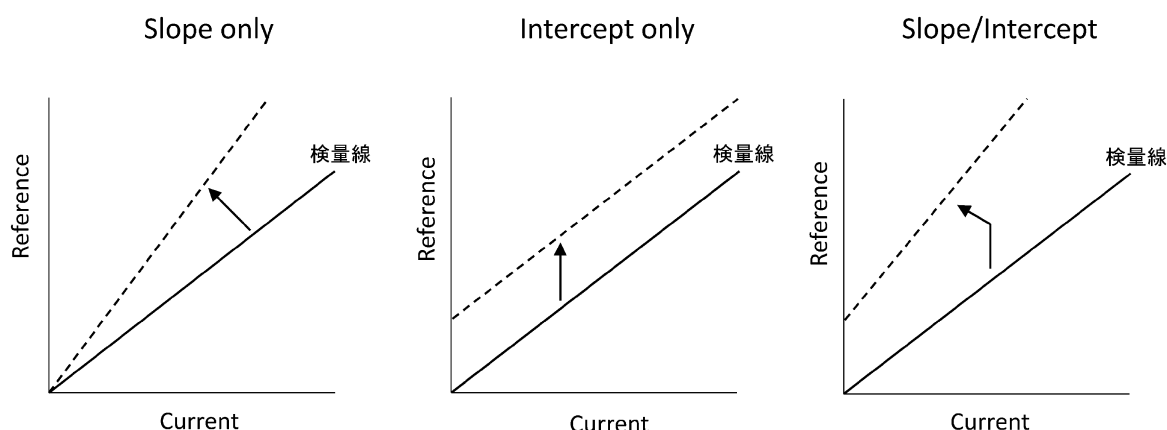


図1 校正イメージ図

#### 2-4 迅速測定器による測定

迅速測定器は当協会所有の MilkoScan FT120（フォス・ジャパン株式会社製）を使用した。測定器にあらかじめ搭載されている乳測定用の標準検量線（ベーシックキャリブレーション）「Milk」をもとに校正を行い、各プロダクトを作成した。また、データの連続性を維持するため、FTIR イコライザーを用いた標準化作業<sup>2)</sup>は毎月実施した。プロダクトとは測定対象毎に検量線や測定条件等の機械的設定をひとまとめにしたものを指す。

MilkoScan FT120における校正は、通常、検量線を新たに作成するのではなく、標準法によって測定された標準試料を用いて既存の検量線を一次方程式により修正することによって行われる。修正の方式は、一次方程式の係数（傾き）である Slope のみを使用する Slope only、一次方程式の Y 切片である Intercept のみを使用する Intercept only、及びそれらを同時に使用する Slope/Intercept の3種類が存在する。（図1）

当該月の校正用試料乳（3試料）を用いて毎月校正を行ったプロダクトを「新規プロダクト」、平成25年10月～平成26年9月の校正用試料乳測定データ（1年分36試料）を用いて校正を行ったプロダクトを「積上プロダクト」とした。なお、参考として、それぞれのプロダクトの校正方式を表1に示す。

#### 2-5 標準法による測定

乳脂肪分をゲルベル法で、たんぱく質をケルダール法で、乳糖をレイン・エイノン法で、全乳固形分を常圧乾燥法で測定した。無脂乳固形分は全乳固形分から乳脂肪分を差し引いて求めた計算値である。各測定値は校正用試料乳における成分値および生乳検査外部精度管理調査において参考値として公表している標準法測定値を使用した。

### 3 結果および考察

新規プロダクトと積上プロダクトを用いて生乳試料を測定し、標準法による測定値との差を確認した。校正用試料乳については表2に、生乳検査外部精度管理調査試料については表3にそれぞれ結果を示した。許容範囲は、生乳検査精度管理認証制度<sup>6)</sup>（一般社団法人Jミルク）における内部精度管理の管理基準を用い、FAT $\pm$ 0.05%、PRO $\pm$ 0.03%、LAC $\pm$ 0.04%、SNF $\pm$ 0.04%、TS $\pm$ 0.04%とした。各測定項目の測定値の許容範囲内、許容範囲外数をカウントし、その集計結果を表4に示した。

新規プロダクトによる測定値は、全測定項目数240のうち許容範囲外となったものが8例あったが、97%は許容範囲内であったことから、標準法との同等性が確保できていると考えられた。

表 1 新規プロダクトおよび積上プロダクトの校正方式

新規プロダクト<sup>1)</sup>

平成26年 9 月					平成26年10月				
FAT	PRO	LAC	TS	SNF	FAT	PRO	LAC	TS	SNF
S/I	I	I	S/I	I	S/I	I	I	I	I
平成26年11月					平成26年12月				
FAT	PRO	LAC	TS	SNF	FAT	PRO	LAC	TS	SNF
S/I	I	I	I	I	S/I	I	I	S/I	S/I
平成27年 1 月					平成27年 2 月				
FAT	PRO	LAC	TS	SNF	FAT	PRO	LAC	TS	SNF
S/I	I	I	I	I	S/I	I	I	I	I
平成27年 3 月					平成27年 4 月				
FAT	PRO	LAC	TS	SNF	FAT	PRO	LAC	TS	SNF
S/I	I	I	I	I	I	I	I	I	I
平成27年 5 月					平成27年 6 月				
FAT	PRO	LAC	TS	SNF	FAT	PRO	LAC	TS	SNF
S/I	I	I	I	I	S/I	I	I	I	I
平成27年 7 月					平成27年 8 月				
FAT	PRO	LAC	TS	SNF	FAT	PRO	LAC	TS	SNF
S/I	I	I	I	I	S/I	I	I	I	I

積上プロダクト<sup>2)</sup>

FAT	PRO	LAC	TS	SNF
S/I	I	I	I	I

<sup>1)</sup> 当該月の校正用試料乳 (3 試料) を用いて校正を行ったプロダクト

<sup>2)</sup> 平成25年10月～平成26年 9 月の校正用試料乳測定データ (1 年分36試料) を用いて校正を行ったプロダクト  
測定項目: 乳脂肪分 (FAT), たんぱく質 (PRO), 乳糖 (LAC), 全乳固形分 (TS), 無脂乳固形分 (SNF)  
校正方式: Slope only (S), Intercept only (I), Slope/Intercept (S/I)

また、積上プロダクトは全測定項目数240のうち許容範囲外となったものが37例あり、許容範囲内は85%であったことから、毎月の校正用試料乳を用いて校正した新規プロダクトの方が、一年分のデータを用いて校正した積上プロダクトより標準法との同等性が高いことが示された。積上プロダクトは一年を通して蓄積した測定データを用いているため、月によっては生乳試料と検量線のマッチングが悪くなってしまい標準法と乖離した結果が出てしまったことが推察される。

以上のことから、迅速測定器において標準法との同等性を維持するためには、測定器にあらかじめ搭載されている乳測定用の標準検量線をもとに、月に1回校正用試料乳を用いて校正を行う方法を提案したい。

今回の検討は限られた、可能な範囲での試料を用いて行ったものであるため、ご意見をお寄せいただければ幸いです。

表2 校正用試料乳の乳脂肪分（FAT）、たんぱく質（PRO）、乳糖（LAC）、全乳固形分（TS）、無脂乳固形分（SNF）の迅速測定器による測定値と標準法による測定値との差（％）

プロダクト <sup>1)</sup>	校正乳	平成26年9月					平成26年10月				
		FAT	PRO	LAC	TS	SNF	FAT	PRO	LAC	TS	SNF
新規	No. 1	0.02	0.00	0.00	0.01	-0.01	0.01	-0.02	0.02	0.01	-0.01
	No. 2	-0.03	-0.01	0.01	-0.03	0.00	-0.01	0.01	-0.02	0.01	0.02
	No. 3	0.01	0.00	0.00	0.01	0.00	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01
積上	No. 1	0.04	0.01	0.05	0.09	0.03	-0.01	0.00	0.03	0.04	0.02
	No. 2	0.01	0.00	0.04	0.05	0.05	-0.02	0.02	-0.01	0.03	0.04
	No. 3	0.06	0.02	0.03	0.09	0.05	0.02	0.03	0.03	0.05	0.05
プロダクト <sup>1)</sup>	校正乳	平成26年11月					平成26年12月				
		FAT	PRO	LAC	TS	SNF	FAT	PRO	LAC	TS	SNF
新規	No. 1	0.02	0.00	-0.02	0.00	-0.04	0.02	0.01	0.02	0.02	-0.01
	No. 2	-0.01	0.00	-0.02	0.00	0.00	0.02	-0.02	-0.01	0.01	0.00
	No. 3	0.01	0.00	0.01	0.00	0.01	0.00	0.00	-0.01	0.01	0.00
積上	No. 1	0.01	-0.01	-0.01	0.05	0.02	0.02	0.02	0.02	0.06	0.02
	No. 2	-0.02	-0.01	-0.01	0.04	0.06	0.05	0.00	-0.02	0.07	0.03
	No. 3	0.03	-0.01	0.03	0.08	0.08	0.04	0.02	-0.01	0.05	0.03
プロダクト <sup>1)</sup>	校正乳	平成27年1月					平成27年2月				
		FAT	PRO	LAC	TS	SNF	FAT	PRO	LAC	TS	SNF
新規	No. 1	0.00	-0.01	0.00	0.00	-0.02	0.01	0.00	0.01	0.04	0.01
	No. 2	0.02	0.00	0.02	0.02	0.01	-0.01	0.00	0.03	0.00	0.02
	No. 3	0.00	0.01	-0.03	-0.01	0.01	0.01	0.00	-0.03	-0.02	-0.01
積上	No. 1	0.00	-0.01	0.01	0.00	-0.02	0.01	0.02	0.04	0.07	0.05
	No. 2	0.01	0.00	0.03	0.02	0.01	-0.01	0.02	0.07	0.05	0.07
	No. 3	0.00	0.01	-0.02	-0.01	0.02	-0.01	0.02	0.01	0.01	0.04
プロダクト <sup>1)</sup>	校正乳	平成27年3月					平成27年4月				
		FAT	PRO	LAC	TS	SNF	FAT	PRO	LAC	TS	SNF
新規	No. 1	0.02	0.02	0.02	0.04	0.01	0.01	-0.01	0.01	-0.01	-0.02
	No. 2	0.00	0.01	0.01	0.02	0.02	-0.01	-0.01	-0.01	-0.01	-0.01
	No. 3	0.01	0.00	-0.01	0.01	0.00	0.01	0.01	-0.01	0.02	0.01
積上	No. 1	0.01	0.02	0.03	0.05	0.03	0.02	-0.01	0.01	0.03	0.00
	No. 2	0.00	0.01	0.02	0.04	0.05	0.02	0.00	-0.02	0.03	0.02
	No. 3	0.02	0.00	0.01	0.02	0.03	0.05	0.01	0.01	0.07	0.06
プロダクト <sup>1)</sup>	校正乳	平成27年5月					平成27年6月				
		FAT	PRO	LAC	TS	SNF	FAT	PRO	LAC	TS	SNF
新規	No. 1	0.00	-0.02	0.01	0.00	-0.04	0.01	-0.02	0.01	0.00	-0.04
	No. 2	0.01	0.00	-0.02	0.00	-0.02	0.01	0.00	-0.01	0.02	0.00
	No. 3	0.00	0.01	-0.02	-0.02	0.01	0.02	0.01	0.00	0.00	0.02
積上	No. 1	0.03	-0.02	0.01	-0.01	-0.04	0.03	-0.02	0.03	0.00	-0.04
	No. 2	0.02	-0.02	-0.01	-0.02	-0.03	0.01	0.00	0.02	0.01	0.01
	No. 3	-0.01	0.00	-0.02	-0.03	0.00	0.01	0.01	0.02	0.00	0.02
プロダクト <sup>1)</sup>	校正乳	平成27年7月					平成27年8月				
		FAT	PRO	LAC	TS	SNF	FAT	PRO	LAC	TS	SNF
新規	No. 1	0.01	-0.02	-0.01	0.00	-0.03	-0.01	-0.01	0.00	-0.04	-0.04
	No. 2	-0.01	0.00	0.00	-0.02	-0.01	0.01	0.00	-0.01	0.03	0.02
	No. 3	0.00	0.01	-0.03	-0.01	0.00	0.00	0.01	0.00	0.00	0.00
積上	No. 1	0.02	-0.02	-0.07	0.02	-0.03	0.00	0.00	-0.02	0.00	-0.01
	No. 2	0.01	0.00	-0.06	0.01	0.00	0.02	0.02	-0.01	0.07	0.06
	No. 3	0.02	0.01	-0.09	0.02	0.02	0.03	0.02	-0.01	0.03	0.03

<sup>1)</sup> プロダクトとは測定対象毎に検量線や測定条件等の機械的設定をひとまとめにしたもの  
測定項目：乳脂肪分（FAT）、たんぱく質（PRO）、乳糖（LAC）、全乳固形分（TS）、無脂乳固形分（SNF）  
灰色セル：許容範囲を超えたもの

表3 生乳検査外部精度管理調査試料の乳脂肪分 (FAT), たんぱく質 (PRO), 乳糖 (LAC), 全乳固形分 (TS), 無脂乳固形分 (SNF) の迅速測定器による測定値と標準法による測定値との差 (%)

プロダクト <sup>1)</sup>	試料	平成26年度第3回					平成26年度第4回				
		FAT	PRO	LAC	TS	SNF	FAT	PRO	LAC	TS	SNF
新規	No. 1	0.02	0.01	0.03	0.06	0.05	-0.01	0.02	0.00	0.04	0.04
	No. 2	0.02	0.02	0.04	0.06	0.05	0.00	0.03	-0.01	0.01	0.00
	No. 3	0.03	-0.01	0.03	0.00	-0.01	-0.01	0.02	0.00	0.00	0.03
積上	No. 1	-0.01	0.00	0.04	0.05	0.06	-0.01	0.01	-0.01	0.00	0.01
	No. 2	-0.01	0.02	0.06	0.05	0.06	0.01	0.02	-0.02	-0.01	-0.01
	No. 3	0.00	0.00	0.06	0.00	0.02	-0.01	0.01	0.01	0.00	0.03
プロダクト <sup>1)</sup>	試料	平成27年度第1回					平成27年度第2回				
		FAT	PRO	LAC	TS	SNF	FAT	PRO	LAC	TS	SNF
新規	No. 1	-0.02	0.00	0.03	-0.04	-0.02	-0.04	-0.02	0.04	-0.08	-0.04
	No. 2	-0.03	0.00	0.02	-0.05	-0.03	-0.02	0.02	0.03	-0.06	-0.03
	No. 3	0.00	0.01	-0.01	-0.02	-0.03	-0.04	0.02	0.02	-0.05	-0.03
積上	No. 1	0.00	0.01	0.02	-0.01	0.00	-0.02	-0.03	-0.03	-0.07	-0.04
	No. 2	0.00	0.00	0.02	-0.01	0.01	0.00	0.01	-0.04	-0.04	-0.03
	No. 3	0.01	0.01	-0.02	0.01	-0.01	-0.02	0.01	-0.05	-0.04	-0.03

<sup>1)</sup> プロダクトとは測定対象毎に検量線や測定条件等の機械的設定をひとまとめにしたもの  
 測定項目：乳脂肪分 (FAT), たんぱく質 (PRO), 乳糖 (LAC), 全乳固形分 (TS), 無脂乳固形分 (SNF)  
 灰色セル：許容範囲を超えたもの

表4 新規および積上プロダクトを用いて生乳試料を測定した結果の比較

プロダクト <sup>1)</sup>	全測定項目数	許容範囲内	許容範囲外
新規	240(100%)	232(97%)	8(3%)
積上	240(100%)	203(85%)	37(15%)

<sup>1)</sup> プロダクトとは測定対象毎に検量線や測定条件等の機械的設定をひとまとめにしたもの  
 ( ) 内は全測定項目数に対する割合を示している。

## 文献等

- 1) 生乳検査マニュアルガイドライン—生乳検査精度委員会 生乳検査マニュアル検討委員会 (平成22年4月)
- 2) 長谷川敦子・桂順二・實成信博：乳成分測定装置の進歩, 乳業技術, 59, 49-61 (2009)
- 3) ISO9622/IDF141, Milk and liquid milk products-Guidelines for the application of mid-infrared spectrometry
- 4) <http://www.jdta.or.jp/seido.html>
- 5) <http://www.jdta.or.jp/seido2.html>
- 6) <http://www.j-milk.jp/gyokai/seidokanri/beroh000000cox.html>