

(別添)

分析法の妥当性確認の結果（平成 26 年度）

（１）間接分析法

ア 検出限界及び定量限界

クロマトグラムの S/N（シグナル／ノイズ）比より、以下のとおり算出しました。

定量限界：S/N 比=10 に相当する濃度

検出限界：S/N 比=3 に相当する濃度

表 4 検出限界及び定量限界の算出結果（単位：mg/kg）

食品名	assayA (遊離したグリシドール濃度)		assayB (遊離した 3-MCPD 濃度)	
	定量限界	検出限界	定量限界	検出限界
バター	0.06	0.03	0.08	0.04
マーガリン	0.2	0.1	0.2	0.1
ショートニング	0.2	0.1	0.2	0.1
ラード	0.06	0.03	0.08	0.04
魚油を主成分とする食品	0.06	0.03	0.08	0.04
調製粉乳等	0.2	0.1	0.2	0.1

イ 標準添加回収率

試料（ショートニング、マーガリン、調製粉乳、バター、ラード）に、表 5-1 から表 5-4 に示した 2 濃度に相当する量を添加して、それぞれの濃度で 3 回分析し、それぞれの濃度における回収率及び相対標準偏差（RSD_r）を算出しました。その結果、回収率が分析法の性能規準に関する国際的なガイドラインに示されている値を概ね満たしていることを確認しました。

なお、本文中の表 1-1 から表 2-2 の測定結果は、回収率による補正をしていません。

表 5-1 ショートニングの標準添加回収試験の結果

添加濃度 (mg/kg)	assay A (遊離したグリシドール濃度)			assay B (遊離した 3-MCPD 濃度)		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
1.0	93 – 103	96	6.1	88 – 89	88	1.1
5.0	109 – 118	114	4.3	85 – 101	95	8.8

表 5-2 マーガリンの標準添加回収試験の結果

添加濃度 (mg/kg)	assay A (遊離したグリシドール濃度)			assay B (遊離した 3-MCPD 濃度)		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.8	101 – 112	108	5.3	83 – 96	91	7.4
4.0	73 – 81	76	6.2	101 – 112	108	5.3

表 5-3 調製粉乳の標準添加回収試験の結果

添加濃度 (mg/kg)	assay A (遊離したグリシドール濃度)			assay B (遊離した 3-MCPD 濃度)		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.3	106 – 114	110	2.8	90 – 105	97	7.8
1.3	90 – 107	99	8.5	71 – 79	75	5.5

表 5-4 バターの標準添加回収試験の結果

添加濃度 (mg/kg)	assay A (遊離したグリシドール濃度)			assay B (遊離した 3-MCPD 濃度)		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.08	96 – 102	99	3.0	101 – 109	104	4.3
4.0	97 – 109	104	5.9	93 – 106	101	6.7

表 5-5 ラードの標準添加回収試験の結果

添加濃度 (mg/kg)	assay A (遊離したグリシドール濃度)			assay B (遊離した 3-MCPD 濃度)		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.4	91 – 101	94	6.0	74 – 90	83	9.5
5.0	91 – 111	99	11	79 – 89	83	5.7

ウ 測定の不確かさ

試料（ショートニング、ラード）に、表 6-1 から表 6-2 に示した 2 濃度に相当する量を添加して、それぞれ 7 回の繰り返し試験を異なる 3 日間で実施し、一元配置分散分析により室内再現精度（RSDi）を算出しました。RSDi が分析法の性能規準に関する国際的なガイドラインに示されている値を満たしていることを確認しました。

表 6-1 ショートニングの繰り返し試験から算出した室内再現精度（RSDi）

assay A (遊離したグリシドール濃度)		assay B (遊離した 3-MCPD 濃度)	
試料濃度 (mg/kg)	RSDi (%)	試料濃度 (mg/kg)	RSDi (%)
0.2	7.2	0.2	15
2.4	6.6	1.8	8.3

表 6-2 ラードの繰り返し試験から算出した室内再現精度（RSDi）

assay A (遊離したグリシドール濃度)		assay B (遊離した 3-MCPD 濃度)	
試料濃度 (mg/kg)	RSDi (%)	試料濃度 (mg/kg)	RSDi (%)
0.26	3.3	0.19	7.3
0.75	2.2	0.51	4.6

(2) 直接分析法

ア 検出限界及び定量限界

クロマトグラムの S/N（シグナル／ノイズ）比より、以下のとおり算出しました。

定量限界：S/N 比=10 に相当する濃度

検出限界：S/N 比=3 に相当する濃度

表 7 検出限界及び定量限界の算出結果（単位：mg/kg）

食品名	エステル体	定量限界 (mg/kg)	検出限界 (mg/kg)
マーガリン、ショートニング、調製粉乳	パルミチン酸 (C16:0-GE)	0.2	0.05
	リノレン酸 (C18:3-GE)	0.1	0.03
	リノール酸 (C18:2-GE)	0.2	0.07
	オレイン酸 (C18:1-GE)	0.1	0.02
	ステアリン酸 (C18:0-GE)	0.2	0.05
バター、ラード	全 5 種類	0.10	0.03

イ 標準添加回収率

試料（ショートニング、マーガリン、調製粉乳、ラード、バター）に、表 8-1 から

表 8-5 に示した 2 濃度に相当するグリシドール脂肪酸エステル（C16:0-GE, C18:3-GE, C18:2-GE, C18:1-GE, C18:0-GE）を添加して、それぞれの濃度で各 3 回分析し、それぞれの濃度における回収率及び相対標準偏差（RSD_r）を算出しました。その結果、回収率が分析法の性能規準に関する国際的なガイドラインに示されている値を概ね満たしていることを確認しました。

なお、本文中の表 3-1 及び表 3-2 の測定結果は回収率による補正をしていません。

表 8-1 ショートニングの標準添加回収試験の結果

添加 濃度 (mg/kg)	C16:0-GE			C18:3-GE		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.5	93 – 100	96	3.7	102 – 104	103	0.94
10	105 – 107	106	0.84	102 – 104	103	1.0

添加 濃度 (mg/kg)	C18:2-GE			C18:1-GE		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.5	97 – 102	99	2.6	89 – 96	92	4.3
10	103 – 105	104	1.0	105 – 106	106	0.5

添加 濃度 (mg/kg)	C18:0-GE		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.5	98 – 106	101	4.1
10	104 – 105	105	0.4

表 8-2 マーガリンの標準添加回収試験の結果

添加 濃度 (mg/kg)	C16:0-GE			C18:3-GE		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.4	79 – 93	84	9.4	87 – 95	91	4.7
6.4	100 – 105	103	2.7	96 – 102	99	3.4

添加 濃度 (mg/kg)	C18:2-GE			C18:1-GE		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.4	75 – 82	79	4.4	74 – 89	82	9.1
6.4	97 – 104	101	3.6	100 – 107	104	3.4

添加 濃度 (mg/kg)	C18:0-GE		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.4	77 – 91	84	8.1
6.4	101 – 106	103	2.4

表 8-3 調製粉乳の標準添加回収試験の結果

添加 濃度 (mg/kg)	C16:0-GE			C18:3-GE		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.2	91 – 93	93	1.2	89 – 95	92	3.1
2.5	84 – 103	96	11	74 – 92	84	11

添加 濃度 (mg/kg)	C18:2-GE			C18:1-GE		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.2	99 – 103	101	2.4	97 – 99	98	1.1
2.5	80 – 97	91	9.8	85 – 101	95	9.4

添加 濃度 (mg/kg)	C18:0-GE		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.2	102 – 106	104	1.8
2.5	86 – 104	96	9.5

表 8-4 ラードの標準添加回収試験の結果

添加 濃度 (mg/kg)	C16:0-GE			C18:3-GE		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.2	95 – 99	97	1.7	84 – 89	87	3.3
10	91 – 96	94	2.6	94 – 103	99	4.4

添加 濃度 (mg/kg)	C18:2-GE			C18:1-GE		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.2	83 – 85	84	1.4	91 – 101	95	5.3
10	100 – 105	102	2.4	93 – 96	95	1.6

添加 濃度 (mg/kg)	C18:0-GE		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.2	105 – 111	108	2.4
10	91 – 93	92	1.2

表 8-5 バターの標準添加回収試験の結果

添加 濃度 (mg/kg)	C16:0-GE			C18:3-GE		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.1	102 – 114	106	6.7	72 – 87	81	9.7
10	103 – 104	103	1.0	84 – 94	88	5.7

添加 濃度 (mg/kg)	C18:2-GE			C18:1-GE		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.1	95 – 98	96	1.9	110 – 118	115	4.0
10	95 – 101	97	4.0	102 – 106	104	2.1

添加 濃度 (mg/kg)	C18:0-GE		
	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
0.1	101 – 110	106	4.5
10	103 – 109	106	3.3

ウ 測定の不確かさ

試料（ショートニング、ラード）に、表 9-1 及び表 9-2 に示した 2 濃度に相当するグリシドール脂肪酸エステル（C16:0-GE, C18:3-GE, C18:2-GE, C18:1-GE, C18:0-GE）を添加して、それぞれ 7 回の繰り返し試験を異なる 3 日間で実施し、一元配置分散分析により室内再現精度（RSDi%）を算出しました。室内再現精度（RSDi%）は、分析法の性能規準に関する国際的なガイドラインに示されている値を満たしていることを確認しました。

表 9-1 ショートニングの繰り返し試験から算出した室内再現精度（RSDi%）

C16:0-GE		C18:3-GE		C18:2-GE	
試料濃度(mg/kg)	RSDi(%)	試料濃度(mg/kg)	RSDi(%)	試料濃度(mg/kg)	RSDi(%)
0.3	11	<0.1	-	0.4	6.1
4.9	4.0	0.1	14	2.1	11

C18:1-GE		C18:0-GE	
試料濃度(mg/kg)	RSDi(%)	試料濃度(mg/kg)	RSDi(%)
0.9	5.9	0.3	11
7.8	3.6	0.6	5.8

表 9-2 ラードの繰り返し試験から算出した室内再現精度（RSDi%）

C16:0-GE		C18:3-GE		C18:2-GE	
試料濃度(mg/kg)	RSDi(%)	試料濃度(mg/kg)	RSDi(%)	試料濃度(mg/kg)	RSDi(%)
0.10	5.3	0.09	10	0.10	6.6
10	4.0	9.5	3.9	10	4.7

C18:1-GE		C18:0-GE	
試料濃度(mg/kg)	RSDi(%)	試料濃度(mg/kg)	RSDi(%)
0.09	4.9	0.10	12
10	5.1	10	4.9