

国産食用キク科植物中のピロリジジナルカロイド類 含有実態調査の結果について（令和 4 - 6 年度）

1. 調査の背景及び目的

ピロリジジナルカロイド類は、キク科などの一部の植物が産生する天然毒素である。平成 27 年に FAO/WHO 合同食品添加物専門家会議（JECFA）がピロリジジナルカロイド類のリスク評価を実施し、はちみつを多量に摂取する者やハーブティー等の茶類を平均的な量以上摂取する者において、健康への懸念があると評価した¹。なお、EU ではハーブ製品等に基準値を設定し規制している²。

現在、国内における基準値は設定されていないものの、文献・データベース検索の結果から、日本においてピロリジジナルカロイド類を含む可能性がある植物が自生し、又は栽培されていることが確認されている³。今般、食用として流通・販売されているもののうち、キク科植物のエキナセア（分類：キク科ムラサキバレンギク属、学名：*Echinacea purpurea*、和名：ムラサキバレンギク）、スイゼンジナ（分類：キク科サンシチソウ属、学名：*Gynura bicolor*）、モリアザミ（分類：キク科アザミ属、学名：*Cirsium dipsacolepis*）について、安全性を向上させるための措置の必要性を検討することを目的とし、ピロリジジナルカロイド類の含有実態を調査した。

2. 調査の概要

2.1. 調査対象及び点数

表 1 に示す各調査対象品目及び点数で調査を実施した。なお、国内で食用として流通・販売されている国産のものに限定した。

表 1 調査対象及び点数

調査対象品目		点数
キク科植物	製品形態	
エキナセア（ムラサキバレンギク）	生鮮品（茎葉及び花）	1 点
	乾燥加工品（ハーブティー等*）	14 点
スイゼンジナ（水前寺菜）**	生鮮品（茎葉）	15 点
モリアザミ（森薊）***	生鮮品（根）	16 点

* 原料にエキナセア以外の植物も入っている製品を含む。

¹ Safety evaluation of certain food additives and contaminants: prepared by the eightieth meeting of the Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives (JECFA). Supplement 2: Pyrrolizidine alkaloids. Geneva: World Health Organization and Food and Agriculture Organization of the United Nations; 2020 (WHO Food Additives Series, No. 71-S2).

² Commission Regulation (EU) 2023/915 of 25 April 2023 on maximum levels for certain contaminants in food and repealing Regulation (EC) No 1881/2006

³ 漆山哲生, 浮穴学宗, 阪本和広, 中村亮太, 小暮紀行, 北島満里子, 高山廣光, (2014). 野菜や山菜に含まれるピロリジジナルカロイド類のリスク管理の必要性に関する考察, 第 108 回日本食品衛生学会学術講演会講演要旨集, p153.

**「金時草（キンジソウ）」、「式部草（シキブソウ）」、「半玉（ハンダマ）」の名称で流通しているものも含む。

***「キクゴボウ（菊牛蒡）」、「ヤマゴボウ（山牛蒡）」の名称で流通しているものも含む。

2.2. 調査試料の採取

青果店や通信販売（農家等の直販を含む）での購入、生産者からの直接送付により、可能な範囲で産地（都道府県）及び生産者が偏らないように調査試料を採取した。各キク科植物の試料の選定方法は、次のとおりとした。

(1) エキナセア

令和4年9月から10月までの間、生鮮品（茎葉及び花）及び乾燥加工品（ドライハーブ、ハーブティー（エキナセア以外の原材料を含む製品も一部に含む））を以下のとおり採取した。

① 生鮮品

1点当たり200 g以上となるよう採取した。

② 乾燥加工品

包装前のものについては、1点当たり50 g以上となるように採取した。包装済みのもので、1袋当たりの重量が50 g以上の場合には1袋を1点とし、1袋当たりの重量が50 g未満の場合には、同じ時期に包装された複数の製品を合計重量が50 g以上となるようにまとめたものを1点とした。

(2) スイゼンジン

令和5年7月から10月までの間、生鮮品（茎葉）について、包装前のものは1点当たり200 g以上となるよう採取した。包装済みのもので、1袋当たりの重量が200 g以上の場合には1袋を1点とし、1袋当たりの重量が200 g未満の場合には、同じ時期に包装された複数の製品を合計重量が200 g以上となるようにまとめたものを1点とした。

(3) モリアザミ

令和6年11月から12月までの間、生鮮品（根）について、1点当たり200 g以上となるよう採取した。

2.3. 調査対象とした分析種

ピロリジジンアルカロイド類は約600種類以上あるとされており、植物によって含有するピロリジジンアルカロイド類は異なる。また、通常は、1つの植物種に、複数種のピロリジジンアルカロイド類が含まれている。

本調査において分析対象としたピロリジジンアルカロイド類は、国内で分析用標準試薬が入手可能な以下の30種類のピロリジジンアルカロイド類である。

- | | |
|----------|---------------|
| ・エキミジン | ・エキミジン窒素酸化物 |
| ・エルシフォリン | ・エルシフォリン窒素酸化物 |

- | | |
|-----------|---------------|
| ・オイロピン | ・オイロピン窒素酸化物 |
| ・ヘリオトリン | ・ヘリオトリン窒素酸化物 |
| ・インテルメジン | ・インテルメジン窒素酸化物 |
| ・ヤコビン | ・ヤコビン窒素酸化物 |
| ・ラシオカルピン | ・ラシオカルピン窒素酸化物 |
| ・リコプサミン | ・リコプサミン窒素酸化物 |
| ・モノクロタリン | ・モノクロタリン窒素酸化物 |
| ・レトロルシン | ・レトロルシン窒素酸化物 |
| ・セネシオニン | ・セネシオニン窒素酸化物 |
| ・セネシフィリン | ・セネシフィリン窒素酸化物 |
| ・セネシベルニン | ・セネシベルニン窒素酸化物 |
| ・センキルキン | ・トリコデスミン |
| ・ネオペタシテニン | ・ペタシテニン |

2.4. 分析法

独立行政法人農林水産消費安全技術センター有害物質等分析調査統括チームが、ドイツ連邦リスク評価研究所（BfR）の分析法⁴及び Agilent Technologies, Inc.の分析法⁵を参考に開発し、調査対象品目における 2.3. に示した 30 種類のピロリジジナルカロイド類の定量に関して妥当性を確認した方法を用いて実施した。

使用した分析法の概要及び妥当性確認の結果（添加回収率、室内再現精度）については別紙に掲載する。

2.5. 検出下限・定量下限

低濃度の分析種を含むよう混合標準液を添加したエキナセア、スイゼンジナ、モリアザミ試料を 21 回繰り返し測定し、その測定値の標準偏差に 3.29 を乗じた値を検出下限（LOD）⁶、10 を乗じた値を定量下限（LOQ）⁷とし、それぞれ表 2 に示した。

⁴ Determination of pyrrolizidine alkaloids (PA) in plant material by SPE-LC-MS/MS
Method Protocol BfR-PA-Tea-2.0/2014
<https://www.bfr.bund.de/cm/349/determination-of-pyrrolizidine-alkaloids-pa-in-plant-material.pdf>

⁵ Quantitation of Pyrrolizidine Alkaloids in Honey and Herbal Teas by UHPLC/MS/MS
Agilent Technologies, Inc

⁶ 分析対象とする化学物質について、合理的な確かさをもって検出することが可能な最低の濃度。

⁷ 分析対象とする化学物質について、適切な精確さをもって定量することが可能な（具体的な濃度が決められる）最低の濃度。

表 2 各分析種の LOD 及び LOQ

分析種	エキナセア		スイゼンジナ		モリアザミ	
	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)
エキミジン	0.001	0.003	0.003	0.007	0.003	0.010
エキミジン窒素酸化物	0.001	0.003	0.002	0.004	0.003	0.010
エルシフォルイン	0.001	0.003	0.001	0.003	0.003	0.010
エルシフォルイン窒素酸化物	0.001	0.003	0.003	0.005	0.003	0.010
オイロピン	0.001	0.003	0.003	0.005	0.003	0.010
オイロピン窒素酸化物	0.002	0.004	0.002	0.004	0.003	0.010
ヘリオトリン	0.001	0.003	0.003	0.005	0.003	0.010
ヘリオトリン窒素酸化物	0.001	0.003	0.003	0.005	0.003	0.010
インテルメジン	0.001	0.003	0.003	0.005	0.003	0.010
インテルメジン窒素酸化物	0.001	0.003	0.002	0.004	0.003	0.010
ヤコビン	0.001	0.003	0.002	0.004	0.003	0.010
ヤコビン窒素酸化物	0.001	0.003	0.003	0.005	0.003	0.010
ラシオカルピン	0.001	0.003	0.003	0.005	0.003	0.010
ラシオカルピン窒素酸化物	0.001	0.003	0.003	0.005	0.003	0.010
リコプサミン	0.001	0.003	0.003	0.005	0.003	0.010
リコプサミン窒素酸化物	0.001	0.003	0.002	0.004	0.003	0.010
モノクロタリン	0.001	0.003	0.002	0.004	0.003	0.010
モノクロタリン窒素酸化物	0.001	0.003	0.002	0.004	0.003	0.010
レトロルシン	0.002	0.004	0.002	0.004	0.003	0.010
レトロルシン窒素酸化物	0.001	0.003	0.002	0.004	0.003	0.010
セネシオニン	0.002	0.004	0.002	0.004	0.003	0.010
セネシオニン窒素酸化物	0.001	0.003	0.003	0.006	0.003	0.010
セネシフィリン	0.003	0.004	0.002	0.004	0.003	0.010
セネシフィリン窒素酸化物	0.003	0.004	0.002	0.004	0.003	0.010
セネシベルニン	0.001	0.003	0.002	0.004	0.003	0.010
セネシベルニン窒素酸化物	0.001	0.003	0.003	0.005	0.003	0.010
センキルキン	0.001	0.003	0.003	0.005	0.003	0.010
トリコデスミン	0.001	0.003	0.003	0.005	0.003	0.010
ネオペタシテニン	0.001	0.003	0.003	0.005	0.003	0.010
ペタシテニン	0.001	0.003	0.003	0.006	0.003	0.010

3. 調査結果

表 3 に各調査対象品目における総ピロリジジナルカロイド類濃度の概要を示す。調査試料に含まれる 30 種類のピロリジジナルカロイド類をそれぞれ定量し、これらのピロリジジナルカロイド類濃度の合計値を「総ピロリジジナルカロイド類濃度」とした。各分析種のピロリジジナルカロイド類の濃度が LOD 未満または LOQ 未満の場合には、次に記載する方法により処理し、下限値 (Lower bound : LB) と上限値 (Upper bound : UB) の 2 種類の総ピロリジジナルカロイド類濃度を計算した。

下限値 (LB) : LOQ 未満となった分析種の濃度を 0 として、30 種類のピロリジジナルカロイド類の濃度を合計し、総ピロリジジナルカロイド類濃度を計算

上限値 (UB) : LOD 未満となった分析種の濃度を LOD と同値、LOD 以上 LOQ 未満となった分析種の濃度を LOQ と同値として、30 種類のピロリジジナルカロイド類の濃度を合計し、総ピロリジジナルカロイド類濃度を計算

(1) エキナセア

本調査試料とした生鮮品及び乾燥加工品 15 点のうち 10 点において、30 種類のピロリジジナルカロイド類濃度は全て LOD 未満であった。また検出された分析種が存在した 5 点においても、各分析種の濃度は、LOQ 未満か LOQ 付近の値 (0.003~0.016 mg/kg) であった。なお、生鮮品 1 点についても、乾燥させてから分析を実施したため、乾燥後のピロリジジナルカロイド濃度を示している。

(2) スイゼンジナ

本調査試料とした生鮮品 15 点のうち 8 点において、30 種類のピロリジジナルカロイド類濃度は LOD 未満であった。また検出された分析種が存在した 7 点のうち 6 点においても、各分析種の濃度は、LOQ 未満か LOQ 付近の値 (0.004~0.008 mg/kg) であった。1 点についてはレトロルシン窒素酸化物が 0.075 mg/kg、セネシオニン窒素酸化物が 0.041 mg/kg の濃度で検出された。

(3) モリアザミ

本調査試料とした生鮮品 16 点全てにおいて、30 種類のピロリジジナルカロイド類濃度は LOD 未満であった。

表 3 キク科植物中の総ピロリジジナルカロイド類濃度

キク科植物	調査 点数	LOD 未満の 点数及び割合*	LOQ 未満の 点数及び割合*	算出 方法	濃度 (mg/kg**)			
					最小値	中央値	最大値	平均値
エキナセア	15	10 (67%)	11 (73%)	LB	0	0	0.029	0.004
				UB	0.037	0.037	0.062	0.041
スイゼンジナ	15	8 (53%)	12 (80%)	LB	0	0	0.12	0.009
				UB	0.075	0.075	0.19	0.084
モリアザミ	16	16 (100%)	16 (100%)	LB	0	0	0	0
				UB	0.09	0.09	0.09	0.09

* 30 種類の分析種が全て LOD 未満又は LOQ 未満であった点数及び割合

**エキナセアは乾燥重量、そのほかは生鮮重量

4. 考察

エキナセアでは、全ての試料で各ピロリジジナルカロイド類濃度が LOQ 未満あるいは LOQ 付近であった。ハーブティーとして供されることが多いエキナセアの調査結果を EU でハーブティー等に設定されている基準値（表 4 参照、LB に対して適用）と比較すると、総ピロリジジナルカロイド類が最も高く検出された試料（LB 0.029 mg/kg）であっても基準値と比較して著しく低かった。

スイゼンジナにおいても、ほとんどの試料で各ピロリジジナルカロイド類濃度が LOQ 未満あるいは LOQ 付近であった。1 点のみ総ピロリジジナルカロイド類濃度が 0.12 mg/kg (LB) で検出されたものの、EU においてボラージの葉（ハーブの一種、生鮮又は冷凍の状態のものに適用）に設定されている基準値（表 4 参照、LB に対して適用）と比較すると著しく低かった。

モリアザミにおいては全ての試料で今回分析したすべてのピロリジジジナルカロイド類が検出されなかったことから、食用として栽培されている国産のモリアザミにピロリジジジナルカロイド類が含まれる可能性は低いと考えられた。

以上のことから、国内で食用として栽培されているエキナセア、スイゼンジナ、モリアザミにピロリジジジナルカロイド類が定量可能な濃度で含まれる可能性は低く、含まれる場合でも極めて低濃度であり健康への悪影響の懸念はないと考えられた。

表 4：EU におけるピロリジジナルカロイド類の基準値²（一部抜粋）

品目	基準値 ⁸ (μg/kg)
ボラージの葉【生鮮、冷凍】	750
乾燥ハーブ	400 – 1,000*
茶（チャノキ）、フレーバーティー【乾燥品】	150
ハーブティー、ハーブティーの原材料【乾燥品】	200 – 400*
乳幼児向け茶（チャノキ）、フレーバーティー、ハーブティー【乾燥品】	75

* 使用されるハーブの種類によって異なる

5. 今後の取組

国内で食用として栽培されているエキナセア、スイゼンジナ、モリアザミには、健康への懸念が生じるほどの濃度でピロリジジナルカロイド類が含まれる可能性は低く、リスク管理措置の必要性は低い。

農林水産省は、今後もピロリジジナルカロイド類の毒性や食品中の含有実態についての情報収集を継続し、必要に応じて国産食品に含まれるピロリジジナルカロイド類の実態を調査する。対策が必要と判断される場合には、ピロリジジナルカロイド類による汚染防止・低減に向けて、措置の策定と普及に努める。

⁸ 21 種の PAs（インテルメジン、インテルメジン窒素酸化物、リコブサミン、リコブサミン窒素酸化物、セネシオニン、セネシオニン窒素酸化物、セネシベルニン、セネシベルニン窒素酸化物、セネシフィリン、セネシフィリン窒素酸化物、レトロルシン、レトロルシン窒素酸化物、エキミジン、エキミジン窒素酸化物、ラシオカルピン、ラシオカルピン窒素酸化物、センキルキン、オイロピン、オイロピン窒素酸化物、ヘリオトリン、ヘリオトリン窒素酸化物）及び当該 21 種と共溶出することが知られている 14 種の PAs の LB 濃度の合計値に適用する。かつ使用した分析法において個別に同定できる PAs があれば、定量し、合計値に含める。

(別紙)

国産食用キク科植物中のピロリジジナルカロイド類含有実態調査 分析法及び分析法の妥当性確認結果について

1. 分析法の概要

(1) 試料溶液の調製

エキナセア、スイゼンジナ、モリアザミの調査試料について、生鮮品と乾燥加工品でそれぞれ①、②の調製を行い、LC-MS/MS 分析用の試料溶液を作製した。

① 生鮮品

エキナセアについては、全量を真空定温乾燥器で 50℃30 時間乾燥させた後、粉碎したものを分析用試料とした。スイゼンジナ及びモリアザミについては、試料をはさみで適当な大きさに切断したあと、フードプロセッサーにより粉碎し、均質になるまで混合したものを分析用試料とした。

分析用試料を試料溶液に調製するまでの手順を図 1 に示した。分析試料 20 g をホモジナイザー用カップに量りとり、抽出溶液 (0.05 M 硫酸) を加え、ピロリジジナルカロイド類を抽出するためにホモジナイザーで破碎した。その後、セライトを敷いた桐山ローテで吸引ろ過し、ろ液を得た。残さを抽出溶媒で洗浄し吸引ろ過する作業を繰り返して前述のろ液と合わせた後、得られたろ液をガラスウールでろ過し、正確に 100 mL となるよう抽出溶媒を加えてフラスコに定容した。固相抽出 (SPE) カートリッジに負荷した後、アンモニア水/メタノール混液を用いて溶出した。溶出液を、窒素気流下 50℃またはエバポレーターにより乾固した。メタノール/水混液で再溶解後、メンブランフィルターでろ過したものを試料溶液とした。

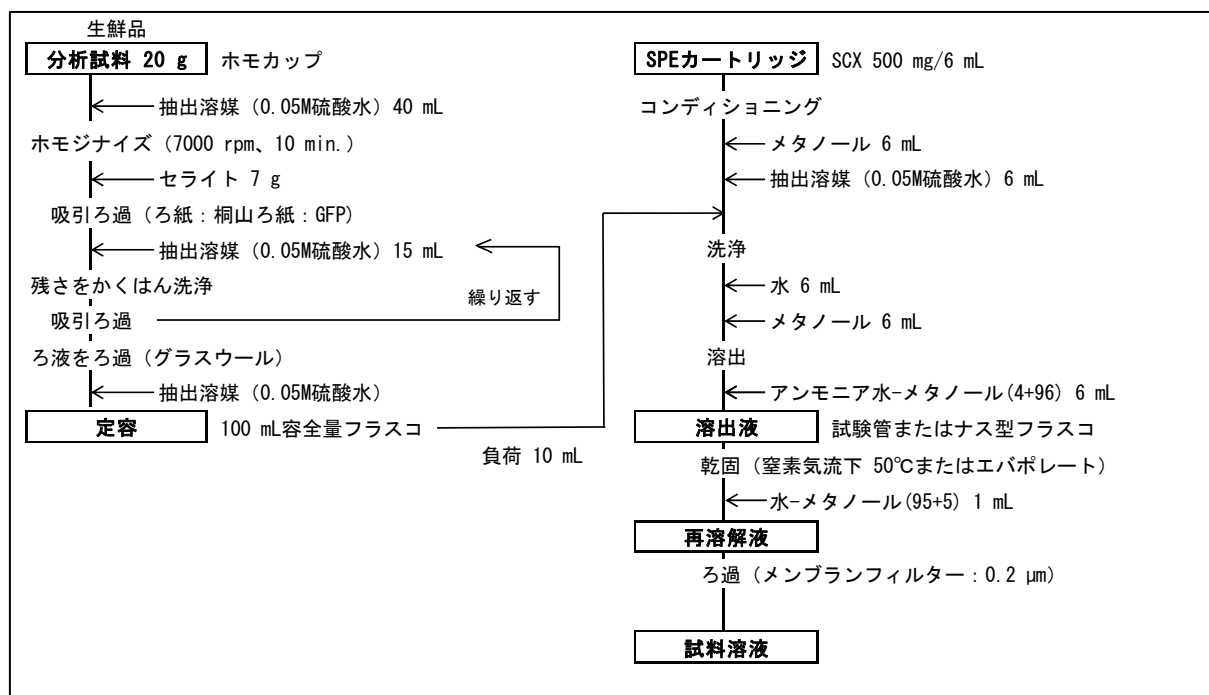


図 1 キク科植物中のピロリジジナルカロイド類分析手順 (生鮮品)

② 乾燥加工品

エキナセアについて、高速遠心型粉碎機を用いて全量を粉碎した後、よく混合したものを分析用試料とした。

分析用試料を試料溶液に調製するまでの手順を図 2 に示した。分析試料 2 g を遠沈管に量りとった。抽出溶媒 20 mL を加え、超音波抽出によってピロリジジナルカロイド類を抽出し、遠心分離後に上澄みをろ過し別の遠沈管に入れた。残さに抽出溶媒を加えて前述の作業を 2 回繰り返す、すべてのろ液を合わせた。その後、ろ液を固相抽出 (SPE) カートリッジに負荷した後、アンモニア水/メタノール混液を用いて溶出した後、窒素気流下 50℃ またはエバポレーターにより乾固した。メタノール/水混液で再溶解後、メンブランフィルターでろ過したものを試料溶液とした。

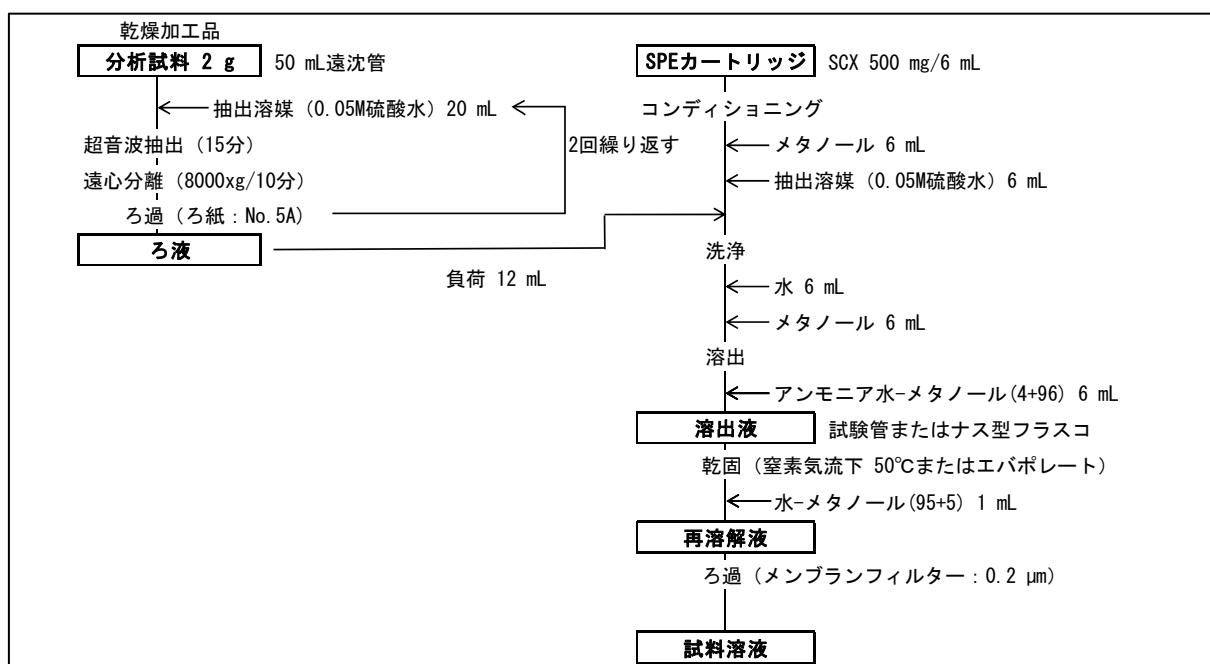


図 2 キク科植物中のピロリジジナルカロイド類分析手順 (乾燥加工品)

(2) LC-MS/MS

調製した試料溶液中のピロリジジナルカロイド類を、LC-MS/MS を用いて、分離・測定し、内部標準法により定量した。LC-MS/MS の条件を表 1 に示した。

表 1 キク科植物中のピロリジジンアルカロイド類分析法の LC-MS/MS 条件

機種	LCMS-8045（島津製作所）																																
カラム	ACQUITY UPLC BEH C18, 2 μm, 2.1 mm×150 mm（Waters）																																
カラム温度	50 °C																																
移動相	移動相 A：5 mM ギ酸アンモニウム・0.1 %ギ酸水溶液 移動相 B：5 mM ギ酸アンモニウム・0.1 %ギ酸メタノール溶液																																
グラジエント 条件	<table><tr><th>時間(min)</th><th>移動相 A (%)</th><th>移動相 B (%)</th></tr><tr><td>0</td><td>95</td><td>5</td></tr><tr><td>0.5</td><td>95</td><td>5</td></tr><tr><td>11.0</td><td>85</td><td>15</td></tr><tr><td>23.0</td><td>70</td><td>30</td></tr><tr><td>27.5</td><td>40</td><td>60</td></tr><tr><td>28.0</td><td>0</td><td>100</td></tr><tr><td>31.0</td><td>0</td><td>100</td></tr><tr><td>31.1</td><td>95</td><td>5</td></tr><tr><td>37.0</td><td>95</td><td>5</td></tr></table>			時間(min)	移動相 A (%)	移動相 B (%)	0	95	5	0.5	95	5	11.0	85	15	23.0	70	30	27.5	40	60	28.0	0	100	31.0	0	100	31.1	95	5	37.0	95	5
時間(min)	移動相 A (%)	移動相 B (%)																															
0	95	5																															
0.5	95	5																															
11.0	85	15																															
23.0	70	30																															
27.5	40	60																															
28.0	0	100																															
31.0	0	100																															
31.1	95	5																															
37.0	95	5																															
流速	0.3 mL/min																																
注入量	2 μL																																
MS/MS 条件	ネブライザーガス流量：3 L/min ヒーティングガス流量：10 L/min ドライイングガス流量：10 L/min DL 温度：100℃ ヒートブロック温度：200℃ イオン化法：ESI ポジティブ（ESI+）																																

表 1 キク科植物中のピロリジジンアルカロイド類分析法の LC-MS/MS 条件 (続き)

設定質量数 (m/z)	分析種	極性	プリカーサーイオン	プロダクトイオン
	エキミジン	+	398	120/220
	エキミジン窒素酸化物	+	414	254/352
	エルシフォリン	+	350	120/138
	エルシフォリン窒素酸化物	+	366	136/120
	オイロピン	+	330	138/156
	オイロピン窒素酸化物	+	346	172/111
	ヘリオトリン	+	314	138/156
	ヘリオトリン窒素酸化物	+	330	172/138
	インテルメジン	+	300	138/156
	インテルメジン窒素酸化物	+	316	138/111
	ヤコビン	+	352	120/155
	ヤコビン窒素酸化物	+	368	120/296
	ラシオカルピン	+	412	120/336
	ラシオカルピン窒素酸化物	+	428	254/136
	リコプサミン	+	300	138/156
	リコプサミン窒素酸化物	+	316	111/138
	モノクロタリン	+	326	120/237
	モノクロタリン窒素酸化物	+	342	137/118
	レトロルシン	+	352	120/138
	レトロルシン窒素酸化物	+	368	118/136
	セネシオニン	+	336	138/120
	セネシオニン窒素酸化物	+	352	118/136
	セネシフィリン	+	334	120/138
	セネシフィリン窒素酸化物	+	350	118/136
	セネシベルニン	+	336	120/138
	セネシベルニン窒素酸化物	+	352	120/118
	センキルキン	+	366	168/150
	トリコデスミン	+	354	222/120
	ペタシテニン	+	382	168/122
	ネオペタシテニン	+	424	168/122

2. 添加回収率⁹ (真度)

エキナセア、スイゼンジナ、モリアザミ中に想定される各分析種の含有濃度範囲から、

⁹ 分析法の性能特性の一つである「真度 (測定値が真の値にどれだけ近い)」を確認するために、添加回収試験によって計算される値。

各分析種の濃度が低濃度側はエキナセアにおいて 0.005 mg/kg、スイゼンジナ及びモリアザミにおいて 0.01 mg/kg、高濃度側は 3 品目全てにおいて 0.1 mg/kg となるよう標準試薬をそれぞれ添加した添加回収試験を 3 回行い、平均回収率及び併行相対標準偏差 (RSD_r)¹⁰を求め、それぞれ表 2-1、表 2-2、表 2-3 に示した。各分析種の平均添加回収率はエキナセアにおいて 76.6 %～104 %、スイゼンジナにおいて 78.1 %～107 %、モリアザミにおいて 77.3%～102 %であり、いずれも許容できる範囲であった。

表 2-1 エキナセアの分析における各分析種の平均添加回収率

分析種	添加濃度(mg/kg)	平均添加回収率 (%)	RSD _r (%)
エキミジン	0.005	94.3	3.3
	0.1	100	1.0
エキミジン窒素酸化物	0.005	82.0	1.9
	0.1	91	1.7
エルシフォリン	0.005	101	0.6
	0.1	88.2	2.0
エルシフォリン窒素酸化物	0.005	91.7	3.7
	0.1	92.0	3.7
オイロピン	0.005	98.8	4.0
	0.1	95.1	2.4
オイロピン窒素酸化物	0.005	83.1	3.2
	0.1	89.7	1.5
ヘリオトリン	0.005	96.9	6.1
	0.1	93.2	1.6
ヘリオトリン窒素酸化物	0.005	76.7	4.2
	0.1	99.9	1.1
インテルメジン	0.005	86.6	7.5
	0.1	88.8	2.6
インテルメジン窒素酸化物	0.005	77.6	5.2
	0.1	92.5	2.3
ヤコビン	0.005	100	5.6
	0.1	104	1.0
ヤコビン窒素酸化物	0.005	91.5	4.9
	0.1	99.7	0.8
ラシオカルピン	0.005	87.6	2.5
	0.1	94.6	0.1

¹⁰ 同じ分析担当者が同じ試薬を用いて短時間に繰り返し測定を行った場合の分析値のバラつき。

表 2-1 エキナセアの分析における各分析種の平均添加回収率（続き）

分析種	添加濃度(mg/kg)	平均添加回収率 (%)	RSD _r (%)
ラシオカルピン窒素酸化物	0.005	81.7	3.2
	0.1	96.0	0.4
リコプサミン	0.005	89.8	3.7
	0.1	87.1	2.0
リコプサミン窒素酸化物	0.005	78.8	2.2
	0.1	90.0	2.7
モノクロタリン	0.005	97.6	2.9
	0.1	100	2.3
モノクロタリン窒素酸化物	0.005	84.3	3.6
	0.1	95.7	1.8
レトロルシン	0.005	94.7	1.2
	0.1	104	1.7
レトロルシン窒素酸化物	0.005	76.6	2.0
	0.1	91.7	0.7
セネシオニン	0.005	87.5	2.5
	0.1	84.5	3.2
セネシオニン窒素酸化物	0.005	91.1	1.0
	0.1	102	0.4
セネシフィリン	0.005	104	2.0
	0.1	86.9	1.3
セネシフィリン窒素酸化物	0.005	88.8	1.1
	0.1	89.2	1.0
セネシベルニン	0.005	92.8	1.2
	0.1	86.1	2.3
セネシベルニン窒素酸化物	0.005	86.0	4.3
	0.1	97.9	1.9
センキルキン	0.005	100	2.5
	0.1	97.7	0.5
トリコデスミン	0.005	96.3	2.5
	0.1	103	1.7
ネオペタシテニン	0.005	97.9	1.2
	0.1	90.1	1.7
ペタシテニン	0.005	99.3	4.0
	0.1	94.9	2.3

表 2-2 スイゼンジナの分析における各分析種の平均添加回収率

分析種	添加濃度(mg/kg)	平均添加回収率 (%)	RSD _r (%)
エキミジン	0.01	85.2	2.4
	0.1	104	2.0
エキミジン窒素酸化物	0.01	91.1	1.1
	0.1	93.5	0.4
エルシフォリン	0.01	82.5	3.5
	0.1	86.7	0.8
エルシフォリン窒素酸化物	0.01	80.4	2.0
	0.1	90.8	1.6
オイロピン	0.01	86.5	5.3
	0.1	93.7	1.4
オイロピン窒素酸化物	0.01	84.6	4.6
	0.1	91.8	0.6
ヘリオトリン	0.01	89.9	1.2
	0.1	96.1	3.0
ヘリオトリン窒素酸化物	0.01	86.1	5.1
	0.1	93.4	2.9
インテルメジン	0.01	85.2	4.1
	0.1	93.9	2.6
インテルメジン窒素酸化物	0.01	84.3	1.9
	0.1	93.4	2.3
ヤコビン	0.01	81.5	3.2
	0.1	78.8	2.7
ヤコビン窒素酸化物	0.01	78.2	3.1
	0.1	101	1.4
ラシオカルピン	0.01	84.2	3.2
	0.1	96.2	2.1
ラシオカルピン窒素酸化物	0.01	83.2	2.4
	0.1	83.4	1.7
リコプサミン	0.01	89.5	1.1
	0.1	84.8	2.2
リコプサミン窒素酸化物	0.01	82.1	1.2
	0.1	85.6	0.7
モノクロタリン	0.01	85.0	0.7
	0.1	102	2.1

表 2-2 スイゼンジナの分析における各分析種の平均添加回収率（続き）

分析種	添加濃度(mg/kg)	平均添加回収率 (%)	RSD _r (%)
モノクロタリン窒素酸化物	0.01	79.3	3.3
	0.1	93.3	2.8
レトロルシン	0.01	81.5	2.5
	0.1	81.5	2.2
レトロルシン窒素酸化物	0.01	81.0	1.4
	0.1	89.3	1.0
セネシオニン	0.01	81.3	0.3
	0.1	86.2	1.1
セネシオニン窒素酸化物	0.01	80.4	4.5
	0.1	85.6	3.6
セネシフィリン	0.01	79.0	1.5
	0.1	86.7	1.7
セネシフィリン窒素酸化物	0.01	78.3	2.7
	0.1	83.0	0.9
セネシベルニン	0.01	82.2	1.8
	0.1	89.7	1.0
セネシベルニン窒素酸化物	0.01	83.6	5.3
	0.1	87.3	1.0
センキルキン	0.01	78.1	2.7
	0.1	91.6	2.8
トリコデスミン	0.01	78.8	3.0
	0.1	84.6	4.3
ネオペタシテニン	0.01	87.8	1.6
	0.1	97.5	0.9
ペタシテニン	0.01	89.7	2.6
	0.1	107	0.6

表 2-3 モリアザミの分析における各分析種の平均添加回収率

分析種	添加濃度(mg/kg)	平均添加回収率 (%)	RSD _r (%)
エキミジン	0.01	91.9	1.2
	0.1	82.0	4.2
エキミジン窒素酸化物	0.01	95.6	2.8
	0.1	83.6	3.9
エルシフォリン	0.01	91.3	3.4
	0.1	81.9	2.4
エルシフォリン窒素酸化物	0.01	93.2	1.1
	0.1	83.3	3.8
オイロピン	0.01	90.0	1.0
	0.1	82.0	3.6
オイロピン窒素酸化物	0.01	102	3.3
	0.1	83.6	3.8
ヘリオトリン	0.01	94.8	4.3
	0.1	81.3	4.8
ヘリオトリン窒素酸化物	0.01	94.0	3.2
	0.1	83.0	3.6
インテルメジン	0.01	90.4	1.4
	0.1	79.5	4.1
インテルメジン窒素酸化物	0.01	96.5	1.9
	0.1	81.4	3.6
ヤコビン	0.01	88.4	5.1
	0.1	82.5	5.0
ヤコビン窒素酸化物	0.01	88.3	1.5
	0.1	83.2	3.7
ラシオカルピン	0.01	90.0	0.9
	0.1	78.8	3.3
ラシオカルピン窒素酸化物	0.01	90.9	1.6
	0.1	84.5	3.6
リコプサミン	0.01	91.5	1.5
	0.1	79.8	3.6
リコプサミン窒素酸化物	0.01	99.3	1.3
	0.1	83.2	3.8
モノクロタリン	0.01	99.7	0.6
	0.1	80.7	5.0

表 2-3 モリアザミの分析における各分析種の平均添加回収率（続き）

分析種	添加濃度(mg/kg)	平均添加回収率 (%)	RSD _r (%)
モノクロタリン窒素酸化物	0.01	95.0	2.0
	0.1	81.4	3.6
レトロルシン	0.01	92.3	3.2
	0.1	83.7	4.5
レトロルシン窒素酸化物	0.01	91.2	5.8
	0.1	85.4	6.1
セネシオニン	0.01	91.8	1.6
	0.1	78.4	2.8
セネシオニン窒素酸化物	0.01	85.9	1.2
	0.1	84.9	3.6
セネシフィリン	0.01	98.0	1.6
	0.1	78.3	2.9
セネシフィリン窒素酸化物	0.01	87.6	1.7
	0.1	81.9	4.1
セネシベルニン	0.01	88.3	3.2
	0.1	77.3	2.0
セネシベルニン窒素酸化物	0.01	81.8	4.8
	0.1	84.5	4.4
センキルキン	0.01	89.4	1.6
	0.1	82.3	3.1
トリコデスミン	0.01	95.4	1.5
	0.1	98.4	3.2
ネオペタシテニン	0.01	89.1	0.7
	0.1	79.1	3.2
ペタシテニン	0.01	96.5	1.2
	0.1	83.2	3.8

3. 室内再現精度（測定の不確かさ）

エキナセア、スイゼンジナ、モリアザミについて、低濃度側は各分析種がエキナセアにおいて 0.005 mg/kg、スイゼンジナ及びモリアザミにおいて 0.01 mg/kg、高濃度側は各分析種が 3 品目全てにおいて 0.1 mg/kg となるよう標準試薬を添加した試料を用いて、それぞれ 7 回の繰り返し分析を、試験日を替えて 3 回実施した。

各分析種の各濃度における室内再現精度（RSD_i）¹¹を算出し、表 3 に示した。いずれの場合も許容できる値であった。

¹¹ 同じ試験室内で分析を行う日や分析担当者などを変えて測定したときの分析値のばらつき。

表 3 各分析種の室内再現精度

分析種	エキナセア		スイゼンジナ		モリアザミ	
	添加濃度 (mg/kg)	RSD _i (%)	添加濃度 (mg/kg)	RSD _i (%)	添加濃度 (mg/kg)	RSD _i (%)
エキミジン	0.005	2.1	0.01	2.2	0.01	3.7
	0.1	4.0	0.1	10	0.1	3.2
エキミジン窒素酸化物	0.005	2.9	0.01	2.1	0.01	3.9
	0.1	7.0	0.1	4.1	0.1	2.7
エルシフォリン	0.005	2.5	0.01	3.3	0.01	8.0
	0.1	8.0	0.1	11	0.1	3.8
エルシフォリン窒素酸化物	0.005	3.3	0.01	2.3	0.01	4.0
	0.1	8.2	0.1	6.8	0.1	4.3
オイロピン	0.005	2.9	0.01	3.4	0.01	3.4
	0.1	7.9	0.1	5.1	0.1	3.3
オイロピン窒素酸化物	0.005	3.9	0.01	3.5	0.01	3.0
	0.1	9.1	0.1	5.3	0.1	3.0
ヘリオトリン	0.005	2.8	0.01	4.0	0.01	5.4
	0.1	1.9	0.1	7.8	0.1	8.3
ヘリオトリン窒素酸化物	0.005	2.4	0.01	2.7	0.01	3.1
	0.1	7.4	0.1	6.5	0.1	3.8
インテルメジン	0.005	4.1	0.01	4.8	0.01	5.6
	0.1	10	0.1	5.7	0.1	5.5
インテルメジン窒素酸化物	0.005	5.1	0.01	3.0	0.01	4.4
	0.1	10	0.1	6.4	0.1	4.5
ヤコビン	0.005	2.4	0.01	5.5	0.01	5.9
	0.1	3.9	0.1	13	0.1	5.4
ヤコビン窒素酸化物	0.005	3.1	0.01	3.8	0.01	7.5
	0.1	2.9	0.1	5.2	0.1	3.7
ラシオカルピン	0.005	3.6	0.01	7.3	0.01	2.5
	0.1	7.6	0.1	7.8	0.1	3.2
ラシオカルピン窒素酸化物	0.005	2.8	0.01	4.1	0.01	5.0
	0.1	7.9	0.1	4.1	0.1	5.4
リコプサミン	0.005	3.0	0.01	3.3	0.01	3.7
	0.1	12	0.1	3.5	0.1	5.3
リコプサミン窒素酸化物	0.005	4.0	0.01	2.8	0.01	2.5
	0.1	6.4	0.1	3.6	0.1	3.5

表 3 各分析種の室内再現精度（続き）

分析種	エキナセア		スイゼンジナ		モリアザミ	
	添加濃度 (mg/kg)	RSD _i (%)	添加濃度 (mg/kg)	RSD _i (%)	添加濃度 (mg/kg)	RSD _i (%)
モノクロタリン	0.005	2.7	0.01	2.9	0.01	11
	0.1	3.9	0.1	7.0	0.1	7.8
モノクロタリン窒素酸化物	0.005	2.3	0.01	3.0	0.01	2.1
	0.1	6.0	0.1	4.1	0.1	5.0
レトロルシン	0.005	1.1	0.01	4.1	0.01	2.9
	0.1	7.0	0.1	11	0.1	3.2
レトロルシン窒素酸化物	0.005	4.6	0.01	2.1	0.01	4.2
	0.1	8.1	0.1	3.9	0.1	3.8
セネシオニン	0.005	3.9	0.01	5.2	0.01	3.3
	0.1	5.9	0.1	8.6	0.1	4.0
セネシオニン窒素酸化物	0.005	2.9	0.01	4.5	0.01	2.7
	0.1	8.2	0.1	5.4	0.1	6.2
セネシフィリン	0.005	3.2	0.01	3.8	0.01	5.7
	0.1	10	0.1	11	0.1	3.6
セネシフィリン窒素酸化物	0.005	2.3	0.01	2.5	0.01	6.0
	0.1	7.9	0.1	4.7	0.1	5.4
セネシベルニン	0.005	2.1	0.01	5.7	0.01	3.0
	0.1	8.0	0.1	9.2	0.1	4.4
セネシベルニン窒素酸化物	0.005	2.0	0.01	4.4	0.01	7.7
	0.1	7.1	0.1	5.2	0.1	3.4
センキルキン	0.005	1.8	0.01	4.4	0.01	4.4
	0.1	7.7	0.1	6.5	0.1	3.8
トリコデスミン	0.005	3.0	0.01	5.1	0.01	4.9
	0.1	6.6	0.1	5.2	0.1	4.0
ネオペタシテニン	0.005	2.2	0.01	2.6	0.01	2.5
	0.1	9.6	0.1	6.4	0.1	2.7
ペタシテニン	0.005	2.3	0.01	4.3	0.01	3.4
	0.1	7.8	0.1	9.8	0.1	4.0