

分析法の性能検証の結果（令和４・５年度）

炭素数が 4~24 の偶数及び 15 と 17 の飽和脂肪酸並びに以下の表に示すトランス脂肪酸を分析しました。

炭素数	二重結合の数	二重結合の位置と構造 ^(注)
14	1	9t
16	1	9t
18	1	6t／7t／8t／9t／10t／11t
	2	9t,12t／9t,12c／9c,12t
	3	9t,12t,15t／9t,12t,15c／9t,12c,15t／9c,12t,15t／ 9t,12c,15c／9c,12t,15c／9c,12c,15t
20	1	11t
22	1	13t

(注) 数字は二重結合がある炭素の位置（カルボキシ基から数えた位置）、t はトランス（*trans*）型二重結合、c はシス（*cis*）型二重結合を表しています。

なお、本資料中では、それぞれの脂肪酸を「炭素数：二重結合の数（二重結合がある場合はその位置と構造）」と略記しています。

（例：4:0、14:1 (9t)、18:2 (9t,12t) ）

１．検証事項

（１） 検出下限及び定量下限

クロマトグラムの S/N（シグナル／ノイズ）比より、加工油脂類については分析法ごとに、その他の食品については各品目群の平均脂質濃度から品目群ごとに、以下の通り算出しました。

定量下限：S/N 比=10 に相当する濃度

検出下限：S/N 比=3 に相当する濃度

なお、各食品中の脂肪酸定量に用いた検出下限及び定量下限は、下表の食品試料を用いて算出したものです。

検出下限及び定量下限の算出に用いた食品（マトリックス）	算出した検出下限及び定量下限を適用した食品
食用サフラワー油	食用植物油脂 調味料・香辛料類（半固体状ドレッシング（マヨネーズ、サラダクリームドレッシングを含む）、乳化液状ドレッシング・分離液状ドレッシング、カレールウ、ハヤシルウ、シチュールウ）

マーガリン	加工油脂類（マーガリン、ファットスプレッド、ショートニング）
「乳等を主要原料とする食品」のうちバター又はマーガリンと類似の食品	加工油脂類（「乳等を主要原料とする食品」のうち、バター又はマーガリンと類似の食品）
食パン	穀類加工品（食パン、ロールパン、クロワッサン、菓子パン、調理パン/総菜パン、即席めん類（揚げたものに限る））
ビスケット	菓子類（米菓（揚げたものに限る）、ショートケーキ、アップルパイ/ミートパイ、デニッシュ、シュークリーム、ドーナツ、菓子パイ、半生ケーキ、ビスケット及びビスケット加工品（クッキーを含む）、ウエハース、スナック菓子、プリン、チョコレート）

（２） 標準添加回収率

一定量を採取した試料に、表に示した量のエライジン酸（18:1(t9)）を添加してそれぞれ 3 回以上分析し、それぞれの添加量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^{i, ii}に示されている値をおおよそ満たしていることを確認しました。なお、本調査の測定結果は、回収率による補正をしていません。

（３） 測定の不確かさ

TFA 高濃度又は低濃度の試料についてそれぞれ 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（RSD_i %）を算出しました。その結果、室内再現精度が分析法の性能規準に関する国際的なガイドライン^{i, ii}に示されている値をおおよそ満たしていることを確認しました。

ⁱ Codex Alimentarius Commission, General Criteria for the Section of Single-laboratory Validated Methods of Analysis. CODEX PROCEDURAL MANUAL 25th edition, p79-p81.
<http://www.fao.org/3/a-i5995e.pdf>

ⁱⁱ AOAC International, Appendix F: Guidelines for Standard Method Performance Requirements. AOAC OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS, 2016.
http://www.eoma.aoac.org/app_f.pdf

2. 検証結果

2-1. 食用植物油脂、調味料・香辛料類（食用サフラワー油）

(1) 検出下限・定量下限

表1-1 AOCS Ce 1j-07 による脂肪酸の検出下限・定量下限の算出結果

分析種	(単位：g/食品 100 g)	
	検出下限	定量下限
4:0	0.02	0.06
6:0	0.01	0.04
8:0	0.01	0.04
10:0	0.01	0.04
12:0	0.01	0.04
14:0	0.01	0.04
15:0	0.01	0.05
16:0	0.02	0.05
17:0	0.02	0.06
18:0	0.02	0.07
20:0	0.03	0.1
22:0	0.02	0.06
24:0	0.02	0.07
14:1 (9t)	0.02	0.05
16:1 (9t)	0.02	0.07
18:1 (6-8t)	0.03	0.1
18:1 (9t)	0.03	0.09
18:1 (10t)*	0.03	0.09
18:1 (11t)	0.03	0.09
18:2 (9t,12t)	0.03	0.1
18:2 (9t,12c)	0.04	0.1
18:2 (9c,12t)	0.04	0.1
18:3 (9t,12t,15t)	0.04	0.1
18:3 (9t,12t,15c) +18:3 (9t,12c,15t)	0.03	0.1
18:3 (9c,12t,15t) +18:3 (9c,12c,15t)	0.02	0.06
18:3 (9t,12c,15c)	0.04	0.1
18:3 (9c,12t,15c)	0.04	0.1
20:1 (11t)	0.04	0.1
22:1 (13t)	0.02	0.07

※ 標準品が入手できなかったため、類似の脂肪酸（18:1 (11t)）と同様の値を適用した。

(2) 標準添加回収率

表 1－2 標準添加回収試験の結果（定量下限値付近）

試験回数	試料採取量 (mg)	添加量 (mg)	回収率の 範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r (%)
5	69.2 - 110.6	0.102	98.3 - 105.0	103	2.8

表 1－3 標準添加回収試験の結果（試料中の想定最大濃度）

試験回数	試料採取量 (mg)	添加量 (mg)	回収率の 範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r (%)
5	71.6 - 121.1	10.176	96.7 - 116.4	104	7.1

(3) 測定の不確かさ

表 1－4 繰り返し試験から算出した室内再現精度（RSD_i）

分子種	トランス脂肪酸低濃度		トランス脂肪酸高濃度	
	試料中濃度 (g/食品 100g)	RSD _i (%)	試料中濃度 (g/食品 100g)	RSD _i (%)
総トランス脂肪酸	0.17	9.1	12	2.4
総飽和脂肪酸	7.9	1.7	8.7	1.8

2-2. 加工油脂（マーガリン）

（1） 検出下限・定量下限

表 2-1 AOCs Ce 1h-05 による脂肪酸の検出下限・定量下限の算出結果

分析種	（単位：g/食品 100 g）	
	検出下限	定量下限
4:0	0.02	0.07
6:0	0.01	0.04
8:0	0.01	0.04
10:0	0.01	0.04
12:0	0.01	0.04
14:0	0.01	0.04
15:0	0.01	0.05
16:0	0.02	0.05
17:0	0.02	0.06
18:0	0.02	0.07
20:0	0.03	0.1
22:0	0.05	0.2
24:0	0.08	0.3
14:1 (9t)	0.01	0.04
16:1 (9t)	0.01	0.05
18:1 (6-8t)	0.02	0.07
18:1 (9t)	0.02	0.06
18:1 (10t)*	0.02	0.08
18:1 (11t)	0.02	0.08
18:2 (9t,12t)	0.03	0.1
18:2 (9t,12c)	0.04	0.1
18:2 (9c,12t)	0.04	0.1
18:3 (9t,12t,15t)	0.04	0.1
18:3 (9t,12t,15c) +18:3 (9t,12c,15t)	0.04	0.1
18:3 (9c,12t,15t) +18:3 (9c,12c,15t)	0.02	0.06
18:3 (9t,12c,15c)	0.04	0.1
18:3 (9c,12t,15c)	0.04	0.1
20:1 (11t)	0.03	0.09
22:1 (13t)	0.04	0.1

※ 標準品が入手できなかったため、類似の脂肪酸（18:1 (11t)）と同様の値を適用した。

(2) 標準添加回収率

表 2-2 標準添加回収試験の結果 (定量下限付近)

試験回数	試料採取量 (mg)	添加量 (mg)	回収率の 範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r (%)
3	97.9 - 116.7	0.100	100.9 - 104.9	103	2.0

表 2-3 標準添加回収試験の結果 (試料中の想定最大濃度付近)

試験回数	試料採取量 (mg)	添加量 (mg)	回収率の 範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r (%)
3	94.9 - 100.2	5.000	99.9 - 100.4	100	0.2

(3) 測定の不確かさ

表 2-4 繰り返し試験から算出した室内再現精度 (RSD_i)

分子種	トランス脂肪酸低濃度		トランス脂肪酸高濃度	
	試料中濃度 (g/食品 100g)	RSD _i (%)	試料中濃度 (g/食品 100g)	RSD _i (%)
総トランス脂肪酸	0.21	5.8	1.1	2.1
総飽和脂肪酸	18	0.7	29	1.3

2-3. 加工油脂（「乳等を主要原料とする食品」のうちバター又はマーガリンと類似の食品）

(1) 検出下限・定量下限

表3-1 AOCs Ce 1j-07 による脂肪酸の検出下限・定量下限の算出結果

分析種	(単位：g/食品 100 g)	
	検出下限	定量下限
4:0	0.01	0.04
6:0	0.01	0.03
8:0	0.01	0.02
10:0	0.01	0.02
12:0	0.01	0.03
14:0	0.01	0.03
15:0	0.01	0.04
16:0	0.01	0.04
17:0	0.02	0.05
18:0	0.02	0.06
20:0	0.03	0.09
22:0	0.02	0.06
24:0	0.02	0.07
14:1 (9t)	0.01	0.04
16:1 (9t)	0.01	0.04
18:1 (6-8t)	0.02	0.06
18:1 (9t)	0.02	0.06
18:1 (10t)*	0.02	0.07
18:1 (11t)	0.02	0.07
18:2 (9t,12t)	0.03	0.1
18:2 (9t,12c)	0.03	0.1
18:2 (9c,12t)	0.03	0.1
18:3 (9t,12t,15t)	0.04	0.1
18:3 (9t,12t,15c) +18:3 (9t,12c,15t)	0.03	0.1
18:3 (9c,12t,15t) +18:3 (9c,12c,15t)	0.02	0.07
18:3 (9t,12c,15c)	0.04	0.1
18:3 (9c,12t,15c)	0.04	0.1
20:1 (11t)	0.03	0.1
22:1 (13t)	0.02	0.05

※ 標準品が入手できなかったため、類似の脂肪酸（18:1 (11t)）と同様の値を適用した。

(2) 標準添加回収率

表 3－2 標準添加回収試験の結果（定量下限付近）

試験回数	試料採取量 (mg)	添加量 (mg)	回収率の 範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r (%)
3	119.7 - 128.8	0.100	102.8 - 103.6	103	0.4

表 3－3 標準添加回収試験の結果（試料中の想定最大濃度付近）

試験回数	試料採取量 (mg)	添加量 (mg)	回収率の 範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r (%)
3	117.8 - 133.2	0.250	100.7 - 103.5	102	1.5

(3) 測定の不確かさ

表 3－4 繰り返し試験から算出した室内再現精度（RSD_i）

分子種	トランス脂肪酸低濃度		トランス脂肪酸高濃度	
	試料中濃度 (g/食品 100g)	RSD _i (%)	試料中濃度 (g/食品 100g)	RSD _i (%)
総トランス脂肪酸	0.73	1.3	1.8	0.9
総飽和脂肪酸	22	0.6	29	0.7

2-4. 穀類加工品（食パン）

（1） 検出下限・定量下限

表4-1 AOCS Ce 1j-07 による脂肪酸の検出下限・定量下限の算出結果

分析種	（単位：g/食品 100 g）	
	検出下限	定量下限
4:0	0.01	0.01
6:0	0.01	0.01
8:0	0.01	0.01
10:0	0.01	0.01
12:0	0.01	0.01
14:0	0.01	0.01
15:0	0.01	0.01
16:0	0.01	0.01
17:0	0.01	0.01
18:0	0.01	0.01
20:0	0.01	0.02
22:0	0.01	0.01
24:0	0.01	0.01
14:1 (9t)	0.01	0.01
16:1 (9t)	0.01	0.01
18:1 (6-8t)	0.01	0.02
18:1 (9t)	0.01	0.02
18:1 (10t)*	0.01	0.02
18:1 (11t)	0.01	0.02
18:2 (9t,12t)	0.01	0.02
18:2 (9t,12c)	0.01	0.02
18:2 (9c,12t)	0.01	0.02
18:3 (9t,12t,15t)	0.01	0.02
18:3 (9t,12t,15c) +18:3 (9t,12c,15t)	0.01	0.02
18:3 (9c,12t,15t) +18:3 (9c,12c,15t)	0.01	0.01
18:3 (9t,12c,15c)	0.01	0.03
18:3 (9c,12t,15c)	0.01	0.02
20:1 (11t)	0.01	0.03
22:1 (13t)	0.01	0.01

※ 標準品が入手できなかったため、類似の脂肪酸（18:1 (11t)）と同様の値を適用した。

(2) 標準添加回収率

表 4－2 標準添加回収試験の結果（定量下限値付近）

試験回数	試料採取量 (mg)	添加量 (mg)	回収率の 範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r (%)
5	1002.9 - 1071.0	0.100	88.1 - 95.0	90.8	2.9

表 4－3 標準添加回収試験の結果（試料中の想定最大濃度付近）

試験回数	試料採取量 (mg)	添加量 (mg)	回収率の 範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r (%)
5	1006.2 - 1094.9	0.500	81.5 - 89.3	83.7	3.9

(3) 測定の不確かさ

表 4－4 繰り返し試験から算出した室内再現精度（RSD_i）

分子種	トランス脂肪酸低濃度		トランス脂肪酸高濃度	
	試料中濃度 (g/食品 100g)	RSD _i (%)	試料中濃度 (g/食品 100g)	RSD _i (%)
総トランス脂肪酸	0.02	11.2	0.19	2.1
総飽和脂肪酸	0.82	2.3	4.8	1.2

2-5. 菓子類（ビスケット）

（1） 検出下限・定量下限

表5-1 AOCS Ce 1j-07 による脂肪酸の検出下限・定量下限の算出結果

分析種	（単位：g/食品 100 g）	
	検出下限	定量下限
4:0	0.01	0.02
6:0	0.01	0.01
8:0	0.01	0.01
10:0	0.01	0.01
12:0	0.01	0.01
14:0	0.01	0.01
15:0	0.01	0.01
16:0	0.01	0.02
17:0	0.01	0.02
18:0	0.01	0.02
20:0	0.01	0.03
22:0	0.01	0.02
24:0	0.01	0.02
14:1 (9t)	0.01	0.02
16:1 (9t)	0.01	0.02
18:1 (6-8t)	0.01	0.03
18:1 (9t)	0.01	0.03
18:1 (10t)*	0.01	0.03
18:1 (11t)	0.01	0.03
18:2 (9t,12t)	0.01	0.03
18:2 (9t,12c)	0.01	0.04
18:2 (9c,12t)	0.01	0.04
18:3 (9t,12t,15t)	0.01	0.04
18:3 (9t,12t,15c) +18:3 (9t,12c,15t)	0.01	0.03
18:3 (9c,12t,15t) +18:3 (9c,12c,15t)	0.01	0.02
18:3 (9t,12c,15c)	0.01	0.04
18:3 (9c,12t,15c)	0.01	0.04
20:1 (11t)	0.01	0.04
22:1 (13t)	0.01	0.02

※ 標準品が入手できなかったため、類似の脂肪酸（18:1 (11t)）と同様の値を適用した。

(2) 標準添加回収率

表 5－2 標準添加回収試験の結果（定量下限付近）

試験回数	試料採取量 (mg)	添加量 (mg)	回収率の 範囲 (%)	平均 回収率 (%)	RSD _r (%)
9	234.0 - 273.6	0.102	98.1 - 105.1	101.1	2.4

表 5－3 標準添加回収試験の結果（試料中の想定最大濃度付近）

試験回数	試料採取量 (mg)	添加量 (mg)	回収率の 範囲 (%)	平均 回収率 (%)	RSD _r (%)
9	230.0 - 267.9	2.558	94.9 - 109.8	98.8	4.5

(3) 測定の不確かさ

表 5－4 繰り返し試験から算出した室内再現精度（RSD_i）

分子種	トランス脂肪酸低濃度		トランス脂肪酸高濃度	
	試料中濃度 (g/食品 100g)	RSD _i (%)	試料中濃度 (g/食品 100g)	RSD _i (%)
総トランス脂肪酸	0.10	8.7	1.1	0.7
総飽和脂肪酸	16	3.4	18	3.3