

1 **食品中の食品添加物分析法の妥当性確認ガイドライン**
2 **に関する質疑応答集（Q & A）**

3

目次

4		
5		
6		
7		
8	食品中の食品添加物分析法の妥当性確認ガイドラインに関する質疑応答集（Q & A）	1
9	目次	2
10	1. 趣旨	4
11	Q-1-01 通知分析法とは異なる分析法の使用基準への適合判定について	4
12	2. 本ガイドラインの対象	4
13	Q-2-01 ガイドラインの対象となる分析法について	4
14	Q-2-02 定性分析法について	4
15	Q-2-03 妥当性確認を行う分析法の対象の食品について	5
16	Q-2-04 「代表的な食品」について	5
17	Q-2-05 本ガイドラインの目標値について	6
18	3. 用語の定義	6
19	Q-3-01 「分析法」について	6
20	Q-3-02 「枝分かれ実験計画」について	6
21	4. 性能評価に用いる試料（性能評価用試料）	7
22	Q-4-01 ブランク試料またはトレース試料について	7
23	Q-4-02 ブランク試料またはトレース試料について	7
24	Q-4-03 試料の保存、取り扱いについて（凍結保存について）	7
25	Q-4-04 試料の保存、取り扱いについて（賞味期限）	8
26	Q-4-05 純度が明らかな試験物質が入手困難な場合について	8
27	Q-4-06 複数の分析対象物質が評価対象の場合について	8
28	Q-4-07 添加物や試験物質が揮発性の高い物質や分解しやすい物質である場合（対象の物質について）	8
29	Q-4-08 基準値が高い添加物を添加し添加試料を調製する場合について	9
30	5. 定量分析法の性能評価と妥当性確認の方法	9
31	Q-5-01 既存のデータの取り扱いについて	9
32	Q-5-02 複数の添加物の一斉分析を行う場合について	10
33	Q-5-03 複数の添加物の使用量又は残存量の合計（和）で基準値が規定されている場合について	10
34	Q-5-04 同じ分析対象物質の複数の異なる塩の和から求める場合について	10
35	Q-5-05 複数の添加物の使用量又は残存量の合計（和）で基準値が規定されている場合について	10
36	Q-5-06 試験頻度が低い場合について	11
37	Q-5-07 ピーク面積値の段階でトレース試料等の面積値について	11
38	6. 表 1	12
39	Q-6-01 定量限界と検量線の最低濃度について	12
40	Q-6-02 妥当性確認ガイドラインにおける検量線の作成に関する規定について	12
41	7. 別紙 1	12
42	Q-7-01 既存のデータの採用について	12
43	8. 別紙 2	13
44	Q-8-01 計算式の記載について	13
45	9. その他	13
46	Q-9-01 農薬や有害物質のガイドラインと同じ分析対象物質の目標値について	13
47	Q-9-02 内標準を使用した分析法について	13
48	Q-9-03 少人数での実施例について	14

49	Q-9-04	添加物や試験物質が分解しやすい物質である場合（添加濃度について）	14
50	Q-9-05	システム適合性について	14
51	Q-9-06	添加試料調製時の添加量について	14
52	Q-9-07	複数の添加物の使用量又は残存量の合計（和）で基準値が規定されている場合について	15
53	Q-9-08	妥当性確認された分析法の一部を変更する場合について	15
54	Q-9-09	分析機器の測定条件を変更した場合について	15
55	Q-9-10	二酸化硫黄及び亜硫酸塩類の分析法で試料採取量を調整する場合について	15
56	Q-9-11	妥当性確認された分析法でサンプリング手順を変更する場合について	16
57	Q-9-12	妥当性確認された分析法を、基準値が異なる食品に適用する場合について	16
58	Q-9-13	試料採取量を変更する場合について	16
59	Q-9-14	添加物の使用基準値が検量線用標準溶液の最大濃度を大きく上回る事例について	17
60			
61			
62			

63 1. 趣旨

64 Q-1-01 通知分析法とは異なる分析法の使用基準への適合判定について

Q-1-01

本ガイドラインに従って性能評価を行い、それぞれの目標値を満たすことをもって妥当性が確認されれば、通知分析法とは異なる分析法により得られた結果であっても、使用基準への適合を判定するための根拠となる結果として使用可能か。

A-1-01

「食品中の食品添加物分析法の妥当性確認ガイドライン」に従って性能評価を行い、このガイドラインに示されるそれぞれの目標値を満たすことをもって妥当性が確認されれば、通知分析法とは異なる分析法により得られた結果であっても、使用基準への適合判定の根拠として使用可能である。

65

66 2. 本ガイドラインの対象

67 Q-2-01 ガイドラインの対象となる分析法について

Q-2-01

ガイドラインの対象は通知分析法のみか。

A-2-01

ガイドラインの p.1 に記載の通り、食品衛生法第 12 条への適合及び第 13 条 1 項に基づく食品、添加物等の規格基準（昭和 34 年厚生省告示第 370 号）の第 2 添加物「F 使用基準」に示される、食品に対する使用基準への適合を判定するための根拠となる結果を得ることを目的とする試験において、各試験所が導入するにあたり、試験法としての妥当性が確認されていない分析法（第 2 版 食品中の食品添加物分析法、各試験所が独自に開発した分析法及びそれ以外の分析法を含む）を対象とする。

68

69 Q-2-02 定性分析法について

Q-2-02

「食用タール色素」の通知分析法は定性分析法であるが、機器を用いる分析法（例えば高速液体クロマトグラフによる分析法）を使用する場合であっても、本ガイドラインの対象外と考えてよいか。

A-2-02

定性分析法の場合は、機器を用いる分析法であっても、本ガイドラインの対象外である。

70

71 Q-2-03 妥当性確認を行う分析法の対象の食品について

Q-2-03

各食品に対して分析法の妥当性確認を行う必要があるか。(種類の違う漬物、しょうゆと味噌など)

A-2-03

本来ならば、使用基準が設定されている全ての食品に対して分析法の性能を評価することが最善ではあるが、現実的には不可能であるため、必ずしも個々の食品全てについて妥当性確認を行う必要はなく、その試験所で日常的に分析する食品に対して優先的に行う。

分析法により、また添加物により、分類の視点や分類の境界は異なると考えられるため、食品を横断的に分類することは困難である。各添加物の分析法に関して、性能評価を行う上で、同一の分類に属する食品と考えられるかどうかは、食品の種類、主要原材料、性質等を考慮して、各試験所が判断する。また、他の試験所では同一の分類に属する食品だと判断できる結果が得られても、自分の試験所で同様の結果が得られるとは限らない。種々の食品において同濃度で分析法の妥当性を確認し、いずれも目標値を満たすならば、その範囲は同じ分類として同様に適用可能と考えられる。例えば、同一分類に属するとみなせる食品であっても、夾雑物が異なる場合にはそれぞれについて留意が必要であるが、いずれの食品についても夾雑物の影響等もなく、妥当性確認できたのであれば、その分析法はそれらの食品の試験法として導入可能と考えることができる。

試験所での分析法の妥当性確認の目的は、分析結果の品質を保証して、適正な検査の根拠とすることである。この目的を達成するための手段は、妥当性確認だけではなく、精度管理や外部精度管理のデータの利用もできる。例えば日常的に分析する食品については優先的に選んで妥当性確認し、一時的にしか分析しない食品に関しては、その分析を実施する限られた時点に得られる分析結果の品質の保証が必要になるため、同時に実施する添加試料の併行分析結果を用いることも可能である。妥当性確認という側面だけから見るのではなく、妥当性確認の目的も踏まえて、試験所のそのほかの取組と合わせて、全体として分析結果の品質を保証する考え方を持つことが重要である。

72

73 Q-2-04 「代表的な食品」について

Q-2-04

全ての食品について妥当性確認を行うのは困難であるため、「代表的な食品」を示して欲しい。

A-2-04

食品添加物の分析法の場合は、農薬と異なり、対象とする添加物により、対象食品が異なり、また加工食品の種類は多岐に渡り、同じ食品名から同種と考えられる場合であっても同じ結果が得られるかどうかはわからない。また分析法により、食品としての分類の境界は異なる。そのため、どの程度の範囲の食品を同一の食品とみなせるのかについては判断が難しく、一律に「代表的な食品」を示すのは大変困難である。試験所で日常的に分析頻度が高い加工食品を選択し、各試験所で判断すればよい。

74

75 Q-2-05 本ガイドラインの目標値について

Q-2-05

本ガイドラインの真度及び精度の目標値はどのように定められたのか。

A-2-05

本ガイドラインに示した目標値は現時点での、添加物の性質、使用基準や各分析法の定量限界等を考慮した、通知分析法、食品中の食品添加物分析法における検討結果に基づき設定している。

76

77 3. 用語の定義

78 Q-3-01 「分析法」について

Q-3-01

通知によって示された分析法も、各試験所で妥当性確認されなければならないということか。

A-3-01

通知によって示された分析法であっても、他の試験所で試験法とされた分析法であっても、試験所が使用基準への適合判定の根拠となる結果を得ることを目的として導入する分析法であれば、各試験所で妥当性確認を行う。

79

80 Q-3-02 「枝分かれ実験計画」について

Q-3-02

「枝分かれ実験計画」に記載されている「ある因子の全ての水準が、他の全ての因子の一つの水準だけに現れる」ということが理解しづらい。別紙2（例2）のデータで考えると、分析者5人が各1回、日を変えて計5回実施した場合、一つの水準だけでなく二つの水準（試験日と分析者）に現れると考えて枝分かれ実験にはならないか。

A-3-02

因子とは変動要因のことであり、例えば試験を行う「日」が挙げられる。水準とは、「因子の影響を調べるために用意される数」である。試験を行う日を5日間とすれば、その水準数は5となる。ここで「枝分かれ実験計画」とは、「日」という因子の全ての水準(5日間)の影響が、分析者、装置及び校正などの分析に関わる他の全ての因子に包含させて、その実施日(一つの水準)だけに現れるようにした実験計画をいう。

別紙2の例2は「分析者」と「日」の2因子であり、「分析者」と「日」を因子として区別すれば二つの水準となるが、「分析者」と「日」の因子の効果をそれぞれについて判定する必要がなければ、「分析者」の因子は「日」の因子に包含させて、例2の注にあるとおり、まとめて一つの因子とし、水準数は 2×3 の6として一元配置の分散分析を行う。

分析者5人がそれぞれ別の日に実施した場合も同様に、分析者に係る独立した影響は評価せず、「日」の因子に包含させて一元配置の分散分析を行う。

81

82 4. 性能評価に用いる試料（性能評価用試料）

83 Q-4-01 ブランク試料またはトレース試料について

Q-4-01

ブランク試料又はトレース試料に試験物質を添加して添加試料を調製することとされているが、ブランク試料やトレース試料が入手困難な場合が想定される場合はどうすればよいか。

A-4-01

アメリカ国立標準技術研究所（National Institute of Standards and Technology、NIST）の標準試料や、類似食品でブランク試料やトレース試料として使用できるものを用いる。

そうした試料も入手できない場合は、入手可能な試料の内、分析対象物質濃度が出来る限り低い試料を選択し、試料中の分析対象物質の総濃度が、本来意図した添加濃度となるように添加するのが好ましい。また、可能な限り同一または近い分類に属する食品を用いることが望ましい。

ただし、トレース試料中の分析対象物質の量は添加濃度に対して影響を与えないものでなければならないので、それを踏まえて添加試料を調製する。（A-5-07を参照）

84

85 Q-4-02 ブランク試料またはトレース試料について

Q-4-02

市販量が少なく珍しい食品で使用基準違反が疑われるケースが出た場合、事前にその食品での妥当性を確認していない。妥当性を確認したくてもブランク試料やトレース試料が用意できないことが想定されるが、そのような場合はどうすればよいか。

A-4-02

A-4-01を参照のこと。

86

87 Q-4-03 試料の保存、取り扱いについて（凍結保存について）

Q-4-03

凍結試料を用いて妥当性確認してよいか。

A-4-03

凍結保存した食品又はそれを均質化した食品を使用する場合は、凍結・解凍の繰り返しは避ける。凍結して保存することにより食品成分が変化するなどして、凍結前の食品と異なる性能評価結果となる可能性がある場合は、凍結保存した食品は使用しない。

88

89 Q-4-04 試料の保存、取り扱いについて（賞味期限）

Q-4-04

試料は賞味期限を過ぎたものを使用してもよいか。

A-4-04

ブランク試料及びトレース試料は、原則として、賞味期限等を考慮した食品を使用する。ただし、認証標準試料等では使用期限があるものや、貴重なブランク試料の場合もあるため、目的に応じて性能評価結果に影響を与えないように適切な保存方法で保存した試料を用いることは問題ない。

90 Q-4-05 純度が明らかな試験物質が入手困難な場合について

Q-4-05

着色料の銅クロロフィル、銅クロロフィリン Na 及び二酸化チタンの試験に関しては、3 用語の定義 (7) で既定される純度の明らかな物質が市販されていないため現時点では分析法の正しい性能評価を実施することが困難と考えるが、そのような場合はどのようにすればよいか。

A-4-05

試験物質が市販されておらず入手困難な場合は、合理的な理由があれば、分析対象物質を性能評価に用いてよい。試験物質が市販されているが分析対象物質の純度が明らかではない場合は、あらかじめ適切な方法で純度を求め、その純度を元に添加試験を行うことが望ましい（例：銅クロロフィル中の銅、銅クロロフィリン Na 中の銅、二酸化チタン中のチタン等）。

91

92 Q-4-06 複数の分析対象物質が評価対象の場合について

Q-4-06

複数の物質が評価対象の場合、各物質の基準値で全種評価するのか。使用可能な添加物の数で基準値を除いた値で評価するのか。

A-4-06

各物質について基準値及び定量限界（または基準値の 1/10）相当濃度での性能評価が必要とされる。表 1-1 2. 複数の添加物の使用量または残存量の合計（和）で基準値が規定されている場合の試験物質の添加濃度参照。

93

94 Q-4-07 添加物や試験物質が揮発性の高い物質や分解しやすい物質である場合（対象の物質について）

Q-4-07

「試験物質の添加後、混合し 30 分以上放置した後に分析操作を行う。ただし、試験物質が揮発性の高い物質や分解しやすい物質である場合は、添加後すぐに分析操作を開始する。」具体的にどの分析法の時に添加後すぐ行ってよいか示してほしい。

A-4-07

添加後すぐに分析操作を開始する試験物質として、ジブチルヒドロキシトルエン、ブチルヒドロ

キシアニソール、過酸化水素、亜塩素酸ナトリウム、二酸化硫黄及び亜硫酸塩類等が挙げられる。

95

96 Q-4-08 基準値が高い添加物を添加し添加試料を調製する場合について

Q-4-08

基準値が高い添加物を添加して添加試料を調製する場合、標準溶液の添加が難しい場合も考えられる(特に一斉分析時)。その場合は試験物質を固体のまま添加することが可能か。

A-4-08

適切に妥当性確認を行うことが出来るならば、固体のまま試験物質を添加することも可能と考える。

97

98 5. 定量分析法の性能評価と妥当性確認の方法

99 Q-5-01 既存のデータの取り扱いについて

Q-5-01

現行の「食品衛生検査施設等における検査等の業務の管理の実施について」(平成9年4月1日付け衛食第117号)別添「精度管理の一般ガイドライン」に沿って、定量限界の2倍濃度で添加試験を実施しているため、この濃度でのデータはあるが、他の濃度ではほとんど実施していない。これまでのデータを活用することは可能か。

A-5-01

添加した濃度及び適用した食品については、分析法の妥当性が確認できていると考えられるので、その濃度及び食品の範囲で試験法(妥当性が確認された分析法)として扱うことができる。ただし、表1-1に示すように、添加物ごとに使用基準が異なるため、その使用基準に応じた適切な濃度で妥当性確認を行う必要がある。

また、精度管理の一環として十分な数の繰り返し分析を行っているのであれば、それにより得られるデータセットを解析することで室内精度は推定可能と考えられる。食品中の有害物質等に関する分析法の妥当性ガイドライン(食安発1222第7号)では併行精度の目標値が「室内精度の目標値以下」と示されているように、理論的に併行精度は室内精度以下の値になる。

本ガイドラインでは、原則として1 趣旨に記載のように、食品衛生法第12条への適合及び第13条1項に基づく食品、添加物等の規格基準(昭和34年厚生省告示第370号)の第2 添加物の部「F 使用基準」に定める使用基準に適合していることの判定の根拠となる結果を得ることを目的として試験を実施する場合に、各試験所が使用を意図する分析法の妥当性を確認する場合のものとして示している。ただし、上記の食品衛生法に基づく適否判断を示すデータと共に、例えば次に示すような場合等で、異なる添加濃度での妥当性確認のデータを求められる場合等は、目的に応じた添加濃度で妥当性確認を実施する。例1) 検査した試料での濃度が基準値より高いと疑われ、その濃度での分析結果の品質を保証するために基準値より高い濃度での妥当性確認のデータを求められた場合。例2) 検査した試料での濃度が一定以下であることを示すために、基準値より低い濃度での妥当性確認のデータを求められた場合。

100 Q-5-02 複数の添加物の一斉分析を行う場合について

Q-5-02

複数の添加物の一斉分析を行う場合、農薬等の妥当性評価ガイドラインの『各農薬等の基準値が異なるために基準値濃度の添加が困難な場合にあっては「各農薬等の基準値に近い一定の濃度」としてもよい。』という留意事項が添加物のガイドラインに適用できるのか。

A-5-02

農薬は対象化合物数が非常に多いが、それと比較し、添加物は一斉分析を行う場合でも試験物質の数は限られていることから、本ガイドラインではその趣旨に基づき、添加濃度は原則として各添加物の基準値としている。

101

102 Q-5-03 複数の添加物の使用量又は残存量の合計（和）で基準値が規定されている場合について

Q-5-03

複数の添加物の合計で基準値が規定されている場合、2濃度で評価を行う理由はなぜか。基準値のみでいいのではないか。

A-5-03

合計する場合は、個々の物質はより低濃度でも合算により基準値を越える場合があるため、低濃度での妥当性確認も必要となる。例えば、5つの試験物質についての合算基準値であった場合、いずれの物質も基準値の25%であれば、合算値は基準値の125%となり、基準値不適合となるが、この判断をするには、各試験物質が基準値の25%のレベルで妥当性確認される分析法であることが必要である。そのため、各試験物質について基準値のみでなく、定量限界あるいは基準値の10分の1濃度での実施を提案している。

103

104 Q-5-04 同じ分析対象物質の複数の異なる塩の和から求める場合について

Q-5-04

添加試料の調製において、添加する物質の化学形態は分析対象物質と同一であるべきか。塩型と遊離型が存在する場合それぞれ別に添加試料の調製が必要か。

A-5-04

化学形態により分析操作での挙動が異なる場合があるため、試験物質に相当する化学形態での添加が基本と考える。なお、複数の添加物の使用量又は残存量の合計（和）で基準値が規定されている場合において、同じ分析対象物質の複数の異なる塩の和から求める場合（例：サッカリンカルシウム及びサッカリンナトリウム）で、かつ添加物の違いによる結果の差がわずかと予想される場合は、いずれかの試験物質を添加してもよい。

105

106 Q-5-05 複数の添加物の使用量又は残存量の合計（和）で基準値が規定されている場合について

Q-5-05

「ただし、複数の添加物の使用量又は残存量の合計（和）で基準値が規定されている場合は、

…」の表記について、「複数の添加物」とは、マーガリンの使用基準における「安息香酸とソルビン酸」のような異なる化合物のことなのか、それとも「サッカリンナトリウムとサッカリンカルシウム」のような、同一化合物と見なしての合計使用基準が定められている添加物も含むのか、確認させていただきたい。

A-5-05

表1-1 注1及び2参照。複数の添加物の使用量又は残存量の合計（和）で基準値が規定されている場合とは、複数の添加物に由来する異なる分析対象物質の量を合計する場合であり、例えば、パラオキシ安息香酸エステル類をパラオキシ安息香酸として合計する場合や、ソルビン酸とプロピオン酸を合計する場合等をいう。

107

108 Q-5-06 試験頻度が低い場合について

Q-5-06

現行の「食品衛生検査施設等における検査等の業務の管理の実施について」（平成9年4月1日付け衛食第117号）別添「精度管理の一般ガイドライン」では、週一回以上の場合と週一回未満の頻度の場合について記載がされているが、頻度が低い場合についての考慮はないのか。

A-5-06

試験頻度が低い場合、基本的に継続的な精度管理の対象にはならない。基本的には、日常的に実施される試験において得られる分析結果を品質管理の対象とする。日常繰り返し実施している分析の場合には、基本的には1回のラン（併行条件下で実施される一連の分析。セット、バッチ等）ごとに添加試料あるいは管理用試料を用いるのが最善であり、それを分析することになる。日常的でなく、一時的に実施される試験においては、そのための分析時に併せて添加試料を分析する、あるいは実際に試験試料となる持ち込まれた食品も併行分析する等、一時的にしか実施されない試験（アドホック分析）を目的とした品質管理を行い、結果を保証することが適当である。

109

110 Q-5-07 ピーク面積値の段階でトレース試料等の面積値について

Q-5-07

ピーク面積値の段階でトレース試料等の面積値を差し引いてよいか。

A-5-07

ピーク面積値の段階でトレース試料中の分析対象物質のピーク面積を差し引くか、検量線でそれぞれの濃度を求めてから差し引くかは各試験所の判断でよい。ただし、どの段階で補正するかによって結果への影響が変わるため、注意が必要である。トレース試料中の分析対象物質のピーク面積が検量線の最低濃度より低い時は、ピーク面積の段階でトレース試料中の分析対象物質のピーク面積を差し引く。

111

112 6. 表 1

113 Q-6-01 定量限界と検量線の最低濃度について

Q-6-01

定量限界相当より高い検量線最低濃度の記載がある通知分析法があるので、検量線最低濃度に相当する濃度を定量限界として扱うことは適当ではないのではないか。

A-6-01

定量限界相当より高い検量線最低濃度の記載がある通知分析法の場合は、添加濃度は定量限界が優先される。なお、表 1-1 の脚注*4 に記載があるように、「通知分析法の定量限界を添加濃度とする場合は、検量線に定量限界に相当する濃度の 1/2 濃度等も追加する。」こととなっている。また、定量限界が未記載の通知分析法については、改正に向けた検討を行っている。

通知分析法に検出限界が記載されている場合は、表 1-2 において試験物質の添加濃度を示している。

114

115 Q-6-02 妥当性確認ガイドラインにおける検量線の作成に関する規定について

Q-6-02

妥当性確認ガイドラインに検量線の作成についての規定が必要と考えている。検量線の濃度範囲、濃度の設定幅及び評価するための測定順序と測定回数、回帰式の種類について明記してはどうか。

A-6-02

検量線の設計は分析法の一部であり、それ単独では性能評価あるいは妥当性確認の対象とはならない。検量線は、分析対象物質の濃度に応じ、良好な直線性が得られるように検量点を選択する。分析法の内容として、検量線の範囲及び濃度の情報を試験者が記録する。

116

117 7. 別紙 1

118 Q-7-01 既存のデータの採用について

Q-7-01

一回の分析で同一試料について n=2 で実施し、別の日の分析では、異なる試料について n=2 で実施している場合、性能評価には使えないか。

A-7-01

同一の添加濃度で複数回実施した分析の蓄積データから併行精度を推定することは可能である。精度の一環として、同一の添加濃度で十分に複数回の分析を行っているのであれば、この精度管理データを集積して解析することで室内精度は推定可能と考えられる。

119

120 8. 別紙2

121 Q-8-01 計算式の記載について

Q-8-01

併行精度、室内精度を求めるための計算式について「食品中の金属に関する妥当性評価ガイドラインの別紙」と同様に計算例を記載してほしい。

A-8-01

計算式は以下の文献等が参考になる。
 ISO 5725-1 : 1994 (JIS Z8402-1:1999)、ISO 5725-2 (JIS Z8402-2:1999)
 ISO 5725-3 (JIS Z8402-3:1999)、ISO 5725-6:1994 (JIS Z8402-6:1999)、
 食品中の金属に関する妥当性評価ガイドライン（平成20年9月26日食案発第0926003号）の別紙

122

123 9. その他

124 Q-9-01 農薬や有害物質のガイドラインと同じ分析対象物質の目標値について

Q-9-01

銅や亜鉛の添加濃度や目標値を、有害物質のガイドラインと合わせて欲しい。

A-9-01

添加物として農作物に使用される防かび剤及び防虫剤の場合は、基準値も対象食品もほぼ同じであるため、農薬のガイドラインを使用することとしている。しかし、食品添加物として使用される銅化合物の場合は、対象食品も基準値も、有害物質として分析される銅の場合とは大きく異なり、食品添加物の分析法の場合は、「食品中の有害物質等に関する分析法の妥当性確認ガイドライン」及び「食品中の金属に関する試験法の妥当性評価ガイドライン」とは基準値や、真度、精度の目標値が大幅に異なる。食品添加物の分析法として妥当性を評価する場合は、本ガイドラインを適用するのがよい。

（なお、清涼飲料水における亜鉛の規格項目は、現在は無い。）

125

126 Q-9-02 内標準を使用した分析法について

Q-9-02

メラミンの通知試験法にあっては内標準が使用可能とされており、用いる場合は内標準の回収率が40%以上であることが通知に記載されているが、本ガイドラインには記載されていない。日頃使っていないものの今後の使用の可能性を踏まえ、何か文言を追記していただけないか。

A-9-02

現時点で添加物の通知分析法等において、内標準を用いる定量法はない。必要であれば、メラミンと同様に、分析法の中で内標準を用いる場合に、検討結果に基づき内標準の回収率の目標値を示し、試験時の内標準の回収率を求めることが望ましい。

127

128 Q-9-03 少人数での実施例について

Q-9-03

ごく少人数で担当しており、設備、予算の面からも、全ての分析法について直ちに妥当性確認を行うことは困難である。少人数でも可能な実施例を示していただきたい。

A-9-03

実施する検査に使用する分析法について、分析頻度が高い加工食品を選択し、各試験所で判断し、妥当性確認を実施する。

実施する検査に使用する分析法について、まずは分析頻度が高い加工食品を選択するなど、各試験所で判断し、順次、妥当性確認を実施していただきたい。A-2-03、 A-5-06、 A-7-0 の回答も参照されたい。

129

130 Q-9-04 添加物や試験物質が分解しやすい物質である場合（添加濃度について）

Q-9-04

分解等しやすい添加物の添加濃度についてはどう考えるべきか。

A-9-04

分解等を想定し、ある程度高濃度となるよう添加して分析するという方針を考えている。一部の通知分析法では、既に注に添加試験を行う場合の濃度等が示されている。分解等しやすい添加物の通知分析法で、添加濃度が未記載のものについては、今後の記載を検討している。

131

132 Q-9-05 システム適合性について

Q-9-05

機器分析のシステム適合性についての記述は必要ないか。

A-9-05

システム適合性は、使用する分析システムが試験時に適切な状態を維持していることを確認するためのものであり、妥当性確認ガイドライン外での確認事項である。必要であれば各分析法の中で提示することを検討する。

133

134 Q-9-06 添加試料調製時の添加量について

Q-9-06

「添加量はできるだけ少量にとどめる」とあるが、具体的な数値や目安があると分かりやすいのではないか。

A-9-06

試料量の10分の1以下を目安とし、添加用に試験物質溶液の調製に用いた溶媒が、分析結果に影響を及ぼさない量とする。

135

136 Q-9-07 複数の添加物の使用量又は残存量の合計（和）で基準値が規定されている場合について

Q-9-07

「複数の添加物の使用量または残存量の合計（和）で基準値が規定されている」が分かりにくい。

A-9-07

表 1-1 参照。複数の添加物に由来し、異なる分析対象物質として検出されるものの量を合算して適否判定することになっている場合（例：パラオキシ安息香酸エステル類をパラオキシ安息香酸として合計する場合、ソルビン酸とプロピオン酸を合計する場合等）をいう。

137

138 Q-9-08 妥当性確認された分析法の一部を変更する場合について

Q-9-08

妥当性確認された分析法において何を変更した場合に、再度妥当性確認が必要なのか。

A-9-08

希釈により最終濃度が変わり十分な感度が得られなくなる場合、測定条件（注入量、分析カラムの種類及びサイズ、キャリアーガスの種類、昇温条件、移動相組成、移動相流速、グラジエント条件、カラム温度、MS 測定モード及び測定イオン等）を変更しピーク形状の変化が生じる場合は、選択性及び真度を評価し、最終試験溶液の液量あるいは測定条件等を変更することにより、併行精度が変わる可能性が想定される場合は併行精度を評価する。

分析カラムの変更による併行精度再評価の必要性は、場合によるため、各試験所で判断する。

139

140 Q-9-09 分析機器の測定条件を変更した場合について

Q-9-09

分析機器の測定条件を変更し、再評価する場合は、その変更により最も影響が及ぶと思われる食品を代表的な食品として行うことも可能か。

A-9-09

根拠を科学的に示すことができるのであれば、変更項目によっては代表的な食品を用いた評価も可能。

141

142 Q-9-10 二酸化硫黄及び亜硫酸塩類の分析法で試料採取量を調整する場合について

Q-9-10

二酸化硫黄の及び亜硫酸塩類の分析法で試料中の二酸化硫黄含有量に応じて、滴定量がビュレットの容量に入るように試料の採取量を調整するとある。この場合、妥当性確認のために規定された全項目での評価が必要か。

A-9-10

二酸化硫黄等の滴定を用いる分析法は、選択性は評価しないこととされている。根拠を科学的に示すことができるのであれば、分析法の変更項目によっては、真度や併行精度の再評価は必ずしも必要でない場合が考えられ、試験所で判断する。

一方、食品が異なる場合、試料の採取量の違いだけではなく、食品の性質によって真度や併行精度が異なる場合もあるため、これらの評価の必要性は、各試験所で判断する。

143

144 Q-9-11 妥当性確認された分析法でサンプリング手順を変更する場合について

Q-9-11

妥当性確認された分析法において、試料採取方法（サンプリング手順）を変更した場合も妥当性確認が必要か。

A-9-11

サンプリング手順の変更は分析法の妥当性に影響はないが、試験における適正な適合判定には大きく影響する可能性があるため、検査の対象となる同質とみなせる食品の集団（ロット等）から、当該ロット等を代表する試料を採取するように注意する。分析に供する試料（分析試料）の採取量や調製方法の変更は分析法の妥当性へ影響する可能性があるため、新たな分析法と考え、本ガイドラインに従った妥当性確認を実施する。

145

146 Q-9-12 妥当性確認された分析法を、基準値が異なる食品に適用する場合について

Q-9-12

妥当性確認された分析法を、性能評価の対象とした食品と異なる食品に適用する場合、基準値が異なる食品については、併行精度も必須か。

A-9-12

既に妥当性確認した濃度については、食品の性質の違いによる分析法への影響が無ければ、併行精度の再評価は必要でないと考えられ、妥当性確認していない濃度範囲での分析法の性能評価が必要な場合は、併行精度も必要と考えられる。

147

148 Q-9-13 試料採取量を変更する場合について

Q-9-13

添加物表示の有無により、試料採取量を変えることがある。その場合、試料採取量それぞれについて妥当性を確認すべきか。

A-9-13

表示違反の適否判定のための試験法は、本ガイドラインの対象としていない。使用基準の適合を判断するのであれば、分析法通りの採取量で分析し、定量した値で判断してよい。試料採取量を変更した場合は分析法の妥当性へ影響する可能性があるため、新たな分析法と考え、本ガイドラインに従った妥当性確認を実施する。

149

150 Q-9-14 添加物の使用基準値が検量線用標準溶液の最大濃度を大きく上回る事例について

Q-9-14

添加物の使用基準値が通知分析法等で設定されている検量線用標準溶液の最大濃度を大きく上回る事例が多く、通知分析法等において、試験溶液の希釈又は試料採取量を減らす等の変更が必要な場合がある。このような場合も再度妥当性確認が必要か。

A-9-14

原則として、妥当性確認自体は必要であり、対象外とはならない。試料採取量を変更する場合はA-9-11及びA-9-13を参照されたい。

試験溶液を機器の感度や検量線の直線性の範囲に合わせて希釈する場合等、科学的根拠により新たな分析法として性能評価する必要が無いと判断できれば、本ガイドラインで定めた一部の性能パラメータについて評価を要しない場合がある。ただし、原則として選択性及び真度の確認は常に必要である。

151