

食品中の金属試験法評価ガイドライン（案）

1. 食品中に存在する金属の濃度が成分規格に適合しているか否かを、試験結果に基づいて合理的に判定するためには、用いた試験法の妥当性が評価されていなければならない。本ガイドラインは、食品中に残留する金属の通知試験法および独自に開発した分析法を試験室が導入する際に、その妥当性を評価するための手順を示す。

なお、本ガイドラインは機器分析法を対象とし、また、基準値が定められているものに適用する（基準が「検出するものであってはならない」の場合は除く）。

2. 試験法について以下のパラメータを求め、それぞれの基準に適合していることを確認する。

○選択性

試料についてマトリクス中の他金属による定量の妨害がないことを確認する。

妨害となる信号が認められる場合は、対象金属の信号の1/10未満であることを確認する。

○真度

濃度およびマトリクスが適切な認証標準物質を分析し、得られた分析値と認証値の比から回収率を求める。あるいは、分析対象とする金属を添加していない試料（ブランク試料）およびブランク試料に既知の量を添加した試料（添加試料）をそれぞれ5個以上、試験法に従って定量し、得られた定量値の平均値の差の添加量に対する比（回収率）を求める。

真度（回収率）の目標値は、表のとおりとする。

○精度

分析対象金属濃度は基準値濃度の1/10～2倍の範囲の濃度とする。認証標準物質、分析対象とする金属を含有する食品試料、あるいは添加試料について、分析をくり返し、定量値の標準偏差および相対標準偏差を求め、併行精度および複数の分析者または分析日による室内精度を評価する。食品試料を用いる場合には、あらかじめ十分に均一化する。試行の回数は5回以上とする。枝分かれ実験^(註)によれば、併行精度と室内精度を同時に評価することができる。

併行精度および室内精度の目標値は表のとおりとする。

真度（回収率）および精度の目標値

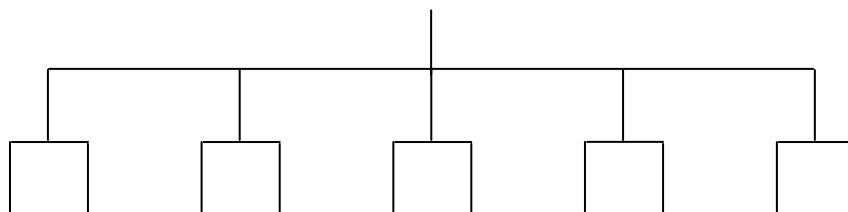
濃 度 (mg/kg)	試行回数 (回)	真 度 (%)	併行精度 (RSD%)	室内精度 (RSD%)
0.01 < ~ ≤ 0.1	5	80 ~ 120	15 >	20 >
0.1 < ~ ≤ 1	5	80 ~ 110	10 >	15 >
1 < ~ ≤ 10	5	80 ~ 110	10 >	15 >
10 < ~ ≤ 100	5	90 ~ 110	10 >	15 >
100 <	5	90 ~ 110	10 >	15 >

添加試料作成方法

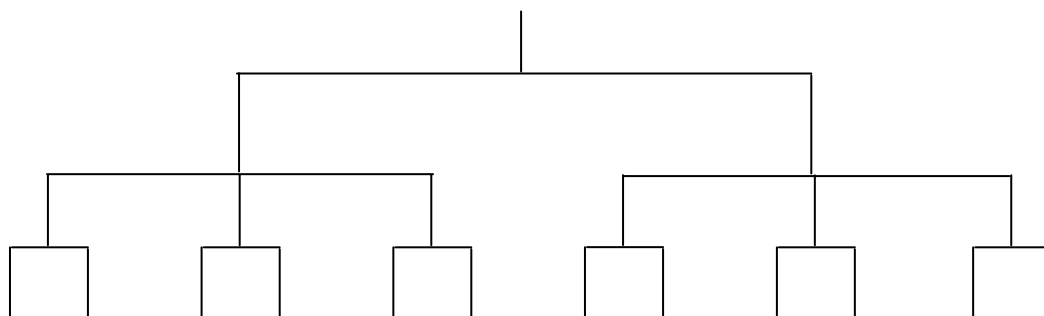
分析対象金属濃度が基準値の 1/2 以下であることを確認した試料をブランク試料とし、基準値の 1/2 レベルの金属を添加する。

注 1) 室内精度評価のための枝分かれ実験

例 1 分析者 1 名が試料各 2 個を 5 日間分析する実験計画



例 2 分析者 2 名がそれぞれ試料 2 個を 3 日間分析する実験計画



枝分かれ実験結果の解析方法は、JIS 8402-3 測定方法および測定結果の精確さ（真度および精度）—第3部：標準測定方法の中間精度 に記述されている。

具体的な解析方法は、食品中の農薬等の試験法評価ガイドライン（平成19年11月15日通知，食安発第1115001号）中の参考に示されている。