

平成19年度食品等試験検査費

報告書

食品中の汚染物質の一日摂取量調査

トータルダイエット試料の分析によるトランス脂肪酸摂取量の推定

国立医薬品食品衛生研究所 食品部

米谷民雄

松田りえ子

渡邊敬浩

## 1. 目的

トランス脂肪酸は、「トランス配位の炭素－炭素二重結合を有する、単価不飽和脂肪酸及び少なくとも一つのメチレン基によって離された共役型でない多価不飽和脂肪酸の全ての幾何異性体」としてCODEX総会において定義され、「栄養表示に関するガイドライン」への本定義の追加が採択されたことにより、表示に関する国際的な指針が示された。我が国においても、健康影響へのリスク評価を目的としてトランス脂肪酸の摂取量が調査されてきたが<sup>1,2)</sup>、その多くが個別食品の分析値に基づいた推定であったため、より実際の食事内容に即した推定が必要と考えられた。本研究においては、国民健康・栄養調査結果に従い2007年に調製されたトータルダイエット試料中のトランス脂肪酸含量を測定し、摂取量の推定を試みたので報告する。

## 2. 試料及び方法

**試料：**厚生労働省が実施するトータルダイエット研究において調査されている14の食品群のうち、これまでに報告された個別食品に関する知見から、トランス脂肪酸が高濃度で含まれていると予想された2群(小麦製品)、3群(甘味、菓子)、4群(油)、11群(肉)、12群(乳)及び、報告事例の少ない10群(魚介)を対象とすることにした。各トータルダイエット試料は、全国10カ所の地方衛生研究所、大学及び国立衛研において調製し、トランス脂肪酸摂取に関する地域特性についても調査できるように配慮した。全試料数は66、1試料から得られた検体溶液を3回繰り返して測定したため、全データ数は198となる。

**試料調製：**トータルダイエット試料は、国民健康・栄養調査の特別集計に基づき、地域別摂取量を考慮して各地方衛生研究所、大学及び国立衛研において調製し、業務用大型ミキサー等を使用することで均一化を図った。具体的には、国民健康・栄養調査の区分に従い、小分類に属する個別食品を小売店等にて買い上げた後、必要に応じてゆでる、焼く等の簡易な調理加工を施し、摂取重量にあわせて秤量、群別に混合均一化した。

均一化したトータルダイエット試料のうち、総脂肪を抽出するための試料として全食品群を通じて7gの試料を分取した。さらに、4群(油)試料を除く試料については、水分含量による総脂肪抽出への影響を軽減することを目的に凍結乾燥処理を行った。凍結乾燥処理を行った試料については、総脂肪抽出時に10 mLの水を加えて膨潤さ

せ、その後の試験に供した。

**総脂肪抽出：**Folch 法を基本としたメタノール:クロロホルム混液(1:2)による抽出を行った。詳しい操作手順は以下の通り。

試料 7 g を角型ガラス瓶に秤量し、一昼夜凍結乾燥処理を行った。凍結乾燥後の試料に 10 mL の水を加え、十分に膨潤させた後、以下の抽出操作を行った。メタノール 50 mL を加え、1 時間振とう抽出し、クロロホルム 100 mL を加えた後に、さらに 1 時間振とう抽出した。その後、ろ紙を用いてろ過し、ろ液を得た。残留物にメタノール:クロロホルム混液(1:2)100 mL を加え 2 分間攪拌することにより洗浄し、上記と同様に操作することによってろ液を得た。20 mL のメタノール:クロロホルム混液を用いて再度洗浄操作を繰り返し、すべての操作を通じて得られたろ液を分液漏斗に集めた。ろ液に、0.88% 塩化カリウム水溶液 93 mL を加え、軽く振とうした後、一晚静置した。下層(クロロホルム層)を角型ガラス瓶に分取し、150 g の無水硫酸ナトリウムを加え 2 時間振とうして脱水後、ろ過した。ろ液を 40°C の条件で十分にクロロホルム及びメタノールを減圧留去し、得られた残留物を中間抽出油とした。なお、4 群試料については、油脂製品を中心とする群であるため、以下の簡便な抽出操作を行った。

試料 7 g にクロロホルム 50 mL 及び無水硫酸ナトリウム 30 g を加え、穏やかに一晚振とう抽出した。その後、ろ紙を用いてろ過した。得られたろ液を 40°C の条件で十分にクロロホルムを減圧留去し、得られた残留物を中間抽出油とした。

本方法により総脂肪を抽出した場合、抽出溶媒等の残留のため、重量によって正確な総脂肪量を求めることが難しいと判断した。そこで、得られた残留物を中間抽出油とすることとし、総脂肪量は、中間抽出油の一部をメチルエステル化しガスクロマトグラフにより分析して得られた各脂肪酸重量の総和と中間抽出油重量の比に基づき算出した。定量の詳細については、定量の項を参照のこと。

**総脂肪酸のメチルエステル化：**中間抽出油を試料とし、AOAC official methods Ce1b-89 を基本としてトリグリセライドを分解した後、総脂肪酸をメチルエステル化した。操作手順は以下の通り。

2 群試料を除き、250 mg の中間抽出油をメチルエステル化用試料とした。2 群試料については、得られた中間抽出油の重量が 250 mg に満たなかったため、50 mg を試料とした。操作手順は、各群に共通して用いた。具体的には以下の通り。

250 mg/mL(あるいは 50 mg/mL)の濃度になるように各中間抽出油をクロロホルムにより希釈した溶液 1 mL と 2.5 mg/mL トリヘイコサノイン・クロロホルム溶液 1 mL をよく混合した。混合液の溶媒であるクロロホルムを窒素気流下で完全に除去した後、0.5 mol/mL 水酸化ナトリウム・メタノール溶液 1.5 mL を加え、100°C の条件で 9 分間加熱し、トリグリセライドを分解した。その後、三フッ化ホウ素メタノール錯体・メタノール溶液 2 mL を加え、再度 100°C の条件で 7 分間加熱し、遊離脂肪酸をメチルエステル化した。冷却後、ヘキサン 3 mL を加えて 2 分間激しく振とうした、脂肪酸メチルエステルをヘキサン層に転溶し、さらに飽和食塩水 5 mL を加えて軽く振とうした。室温、1500 rpm の条件下で 10 分間遠心分離した後、ヘキサン層を分取し試験溶液とした。

**ガスクロマトグラフ法：**バリデーションデータが最も豊富であり、かつ標準試料の入手が可能であった AOCS Ce1h-05 に規定されたガスクロマトグラフ法により脂肪酸メチルエステルを分離した。本法は炭素数 21 の飽和脂肪酸であるヘイコサノイン酸(C21:0)で構成されたトリグリセライド(トリヘイコサノイン)を内標として用いる GC-FID 法である。カラムには SP-2560(SPELCO 社製；内径 0.25 mm、長さ 100 m のキャピラリーに 0.2 μm の厚さでシリカをコーティングしたもの)を用いた。注入温度は 250°C、カラムは 180°C 恒温、検出器は 250°C で操作した。また、スプリット比は 1/100 とした。キャリアーガスには窒素を用い、flow rate 1.0 mL/min、linear velocity 19cm/s となるよう調整した。メイクアップガスには水素及び空気を用い、流量を至適条件に調整した。なお、本方法を用いるにあたり、試薬の項に記載した各種脂肪酸メチルエステル標品を個別に分析することによりリテンションタイムのプロファイルを作成し、試験溶液を分析して得られたリテンションタイムをこれと比較することにより、ピークを同定した。また、各種トータルダイエット試料の分析時間は、それぞれに含まれる脂肪酸種を勘案し、40～140 分の間で変動させた。さらに、分析法の導入に当たっては一試験室内評価試験(メソッドベリフィケーション)を実施し、当室において適切に分析法が運用可能であることを確認した。

**定量：**本方法による定量の原則は、内標として規定重量を試験溶液に加えたヘイコサノイン(C21:0)から得られたピーク面積と、試験溶

液に含まれた各遊離脂肪酸から得られたピーク面積との比から、定量を行うことである。また同重量の脂肪酸から得られるピーク面積は、各脂肪酸を構成する炭素数により変動するが、この変動は AOCS Ce1h-05 に規定された理論的 FID 変換係数により補正される。さらに、同規格により与えられた係数により、脂肪酸メチルエステル量をトリアシルグリセロール量に変換した後、脂肪重量を算出する。

脂肪酸の分子種は、各種脂肪酸メチルエステル標品を個別に分析して得たリテンションタイムに基づき同定した。総飽和脂肪酸、総不飽和脂肪酸、及び総トランス脂肪酸重量は、個々の脂肪酸を同定・定量した後、種別に応じて合算して求め、総脂肪重量は、不飽和及び飽和脂肪酸量をトリグリセライド量に変換した後の合算値として求めた。同定の際、分離が困難であった分子種については、個別に同定せず一群として取り扱い、大まかに定量することとした。また、試料重量あたりの総脂肪重量及び各種脂肪酸重量への変換は、ガスクロマトグラフにより得られた分析値(試験溶液中の各種重量)と中間抽出油重量の比に基づき行った。定量の詳細を以下に示す(中間抽出油重量による補正は示していない)。

一日摂取量は、各食品群及び各調査地域により異なる摂取量を、得られた試料重量あたりの各種脂肪酸あるいは総脂肪重量に乗ずることによって推定した。

### 1) 個々の脂肪酸重量(g)の計算

脂肪酸メチルエステル(FAME)あるいはトリアシルグリセリド(TAG)として算出した。詳細は以下の通り。

$W_{FAMEx(g)} = \text{定量を目的とした脂肪酸由来のピーク面積} \times \text{試験溶液に加えた内標重量(g)} \times 1.004 \times \text{内標に対する理論的 FID 変換係数} / \text{内標のピーク面積}$

$W_{TAGx(g)} = W_{FAMEx} \times \text{FAME から TAG への変換係数}$

### 2) 総脂肪量の計算

総脂肪量 (g / 試料 1g) =  $W_{TAG(g)}$  の総和 / 試料重量(g)

### 3) 総飽和脂肪酸量の計算

総飽和脂肪酸量 (g / 試料 1g) = 飽和脂肪酸  $W_{FAME(g)}$  の総和 / 試料重量(g)

### 4) 総トランス脂肪酸重量の計算

総トランス脂肪重量 (g / 試料 1g) = トランス脂肪酸  $W_{FAME(g)}$  の総和 / 試料重量(g)

### 5) 総(シス・モノ)不飽和脂肪重量の計算

総(シス・モノ)不飽和脂肪重量 (g / 試料 1g) = 総(シス・モノ)不飽和脂肪酸  $W_{FAME(g)}$  の総和 / 試料重量(g)

一試験室内評価試験(メソッドベリフィケーション) : AOCS Ce1h-05 に規定されたガスクロマトグラフ法が、本試験室にて適切に運用可能であることを確認するため、一試験室内評価試験(メソッドベリフィケーション)を実施した。試験内容は、標準試料を一日あたり 2 試料併行で分析し、これを 5 日間行うものとした。得られた分析値の妥当性は、全分析値の算術平均を認証値と比較するとともに、分散分析により併行精度及び室内精度を算出し評価した。

### 3. 試薬及び機器

本調査に使用した試薬及び機器は以下の通り。

#### 試薬

メタノール(試薬特級 ; 和光純薬社製)

クロロホルム(試薬特級 ; 和光純薬社製)

ヘキサン(試薬特級 ; 和光純薬社製)

三フッ化ホウ素メタノール錯体メタノール溶液(和光純薬社製)

その他の試薬はすべて特級を用いた。

#### 各種脂肪酸標品

トリヘイコサノイン(NCP 社製)

オレイン酸(SIGMA 社製)

エライジン酸(SIGMA 社製)

トランスバクセン酸(SIGMA 社製)

リノレン酸(SIGMA 社製)

ジエントランス脂肪酸標品(リノレン酸メチルエステル・シス/トランス異性体 8 種混合標品 ; SUPELCO 社製)

各種脂肪酸混合標品(37 FAME mixture、GLC20、50、及び 100 標品\* ; SUPELCO 社製)

\* 37 FAME mixture は、C4:0 の飽和脂肪酸(ブチル酸)及び C24:1 の不飽和脂肪酸(ネルボン酸)を含む 37 種の飽和並びに不飽和(シス、トランス異性体を含む)各種脂肪酸標品の混合標品。GLC20、50、100 についても同様に、組成比は異なるが、各種脂肪酸標品の混合標品である。

標準試料 ; AOCS Ce1h-05 に規定されたガスクロマトグラフ法をバリ

データするための共同試験用試料として用いられたダイズ油試料を AOCs より購入して用いた。

## 機器

250 mL 容角型ねじ口ガラス瓶

分液漏斗

ナス型フラスコ

スクリーキャップつきねじ口遠沈管

ロータリーシェーカー(タイテック社製 R20mini)

エバポレーター(ビュッヒ社製)

遠心機(クボタ社製 5930)

ヒートブロック(EYELA 社製 MG-2000)

ガスクロマトグラフ(アジレント社製 Agilent 6950)

## 4. 結果及び考察

### 1) 各種脂肪酸種の分離

各種脂肪酸混合標品である GLC20、50、100 及びその混合品、またリノレン酸メチルエステル・シス/トランス異性体 8 種混合標品を分離して得られた代表的なクロマトを Fig.1 から 5 までに示した。また、それぞれの標品を 3 回繰り返して測定することにより得られたリテンションタイムを Table 1~4 にまとめた。

Fig.1~4 に示したとおり、本分析法を用いることにより代表的な脂肪酸種を良好に分離することが可能であった。しかし、Fig.5 の結果からは、一部のシス・トランス異性体については分離が難しいことが示され、詳細な分析を行うためには、既報告書等で指摘されている通り、硝酸銀カラムなどによりあらかじめ異性体を分離した上でガスクロマトグラフを行うことが必要であると考えられた。しかし、1 つ以上のトランス配位の二重結合が含まれている脂肪酸種は共役型を除き全てトランス脂肪酸と定義されるため、本調査においては、分離の難しいトランス脂肪酸異性体の分離は行わず一群として定量することとした。

Table 1 には、各脂肪酸種混合標品(GLC20、50 及び、100)を一日あたり 3 回繰り返して測定し、この測定を 3 日間実施して得られた分析結果のうちリテンションタイムを示した。また、個々のリテンションタイムの集計結果を Table 2 に、各日の平均値の集計結果を Table 3 に示した。これらの結果から、各脂肪酸種により異なるリテンシ

ンタイムの変動は、併行測定及び日間においても 5%未満(RSD%)であり、十分に小さいと判断され、リテンションタイムに基づく各種脂肪酸種の同定が可能であると考えられた。また、同様の結果が、リノレン酸メチルエステル・シス/トランス異性体 8 種混合標品の分析によっても得られた(Table 4)。

## 2) トリグリセライドからの脂肪酸遊離及びメチルエステル化効率

本法においては、試料から得られた抽出画分(中間抽出油)に含まれるトリグリセライドについては分解し、全てを遊離脂肪酸とした上でメチルエステル化をしてガスクロマトグラフに供する。このため、トリグリセライドから遊離脂肪酸が生じる効率及び遊離脂肪酸のメチルエステル化の効率が一定でなければならない。そこで、内標であるトリヘイコサノイン及び、食品に含まれる代表的な不飽和脂肪酸であるオレイン酸並びにリノール酸、また、代表的なトランス脂肪酸であるエライジン酸並びにトランスバクセン酸を用いて、これらの効率が一定であることを確認した。0.3125、0.625、1.25、及び 2.5 mg/mL の濃度に調製したトリヘイコサノイン溶液を本法に従って 3 回ずつ分析し、得られたピーク面積を Table 5 に示し、そこに示した分析値に基づき行った回帰分析の結果を Fig.6 に示した。繰り返し分析して得られたピーク面積のばらつきは、4 濃度を通じて最大で 2.4%(Table 5)と小さく、また回帰分析に算出された相関係数は 0.9999、切片 3.79 と原点を通過する良好な直線性を示した(Fig.6)。これらの結果から、トリグリセライドからの脂肪酸の遊離効率並びにメチルエステル化効率は安定しており、脂肪酸重量とピーク面積との間に良好な直線性が確認された。さらに、食品に含まれる代表的な脂肪酸種の標品 4 種をメチルエステル化し得られたピーク面積値とそのばらつきを、対応するメチルエステル化標品から得られた分析値と比較した結果からも、良好なメチルエステル化効率が確認された(Table 6)。なお、本比較においては、メチルエステル化に伴うピーク面積の増加は考慮しなかった。

## 3) 一試験室内評価試験(メソッドベリフィケーション)

これまでに示した結果により、分析法の基本的な性能が確認されたことから、各種脂肪酸種の同定及び定量を含めて、本試験室において分析法が正しく運用可能であることを確認することを目的に、AOCS より入手した標準試料を繰り返し分析した。なお、各種脂肪酸



の同定は、先に示した GLC20、50、100 の各種脂肪酸混合標品及び 37 FAME mixture を別途分析することで得られたリテンションタイムに基づき行った。また、先述の通り、分離の難しいトランス脂肪酸異性体に関しては一群(18:1、18:2、18:3 トランス脂肪酸)として定量し、結果は、総脂肪、総不飽和脂肪酸、総飽和脂肪酸、各トランス脂肪酸群、総トランス脂肪酸それぞれの重量及び総脂肪重量に対する分率として示した。単位は 100 mg 試料重量あたりの重量(mg)とした。その結果、低濃度の 18:3 トランス脂肪酸重量の室内精度が 10%未満となったことを除き、各種分析対象の濃度の室内精度は 5%未満であり、精度よく分析可能であることが示された(Table 7)。また、補正のため各分析対象脂肪酸重量を総脂肪重量で除して得られた分率については、同じく 18:3 トランス脂肪酸のデータを除き室内精度が 1%未満であることが示された。総脂肪重量の分析値と分析に供した試料の規定重量とのバイアスは 10%前後であり高い定量性が確認された。標準試料に添付された 53 機関が参加した共同試験の結果を集計した 18:1、18:2、18:3 トランス脂肪酸重量(mg /100mg)のそれぞれの中央値は 20.3、4.9 並びに 0.21 であり、これらと該当する分析値とのバイアスがいずれも 10%未満であったことから、真度についても良好であることが確認された。

#### 4) トータルダイエット試料の分析及び分析結果に基づくトランス脂肪酸摂取量の推定

14 の食品群に区分されたトータルダイエット試料のうち、トランス脂肪酸が高濃度で含まれていると予想された 2 群(小麦製品)、3 群(甘味、菓子)、4 群(油)、11 群(肉)、12 群(乳)及び、報告事例の少ない 10 群(魚介)について、全国 11 の地域で個別に調製された試料を分析した。各食品群別の分析結果(脂肪、不飽和脂肪酸、飽和脂肪酸、及びトランス脂肪酸の各総重量)及び分析結果に基づく摂取量の推定値を Table 8 に示した。また Table 8 に示した結果から、食品群別トランス脂肪酸摂取量並びにその総和を集計し、それぞれ Table 9 及び 10 に示した。さらに、Table 10 及び 11 に示した結果を、Fig. 7 及び 8 にグラフとして示した。

Table 10 並びに Fig.7 に示したとおり、地域 F 及び H におけるトランス脂肪酸摂取量が 1.0g を超え、摂取量が最小であった地域(I)における推定値 0.39g の倍以上の数値となった。これらの地域について、トランス脂肪酸摂取量が他地域に比べて大きくなった原因は、調査した食品群の内、12 群(乳)の寄与率が極めて高かったためである(Table 8-6 及び、Fig.7 並びに 8)。そ

ここで、トータルダイエット試料の調製の際に含められた食品小分類を精査した結果、特定のメーカーによって製造されたクリーム(植物性脂肪)が加えられていたことが明らかとなった。当該製品については、他の機関による個別食品を対象とした調査においても同様に、トランス脂肪酸を高濃度で含有した製品であることが明らかになっており、トータルダイエット試料として調製され、より実際に摂食する食品の状態となってもその濃度が維持されることが示された。本製品の寄与を除くと、調査した 11 地域を通じて推定されたトランス脂肪酸摂取量に大きな違いは認められず、その平均値は約 0.5g ほどであった。平成 18 年度に食品安全委員会に報告された個別食品の分析結果に基づき、積み上げ方式及び生産量からの推計方式によるトランス脂肪酸一日摂取量の推定値はそれぞれ 0.7g 及び 1.31g である。本検討により推定された摂取量は、積み上げ方式により得られた推定値に近い値であると言える。

米国 NY 州で施行されている 1 食あたりに含まれるトランス脂肪酸量の規制値(0.5 g)に基づき、単純に一日あたり 3 食を摂食すると仮定して比較すると、本調査によって推定された一日あたりのトランス脂肪酸摂取量はその約 1/3 程度となる。この結果に基づけば、緊急的に対応を迫られるような水準ではないと考えられる。しかし、トータルダイエット試料は、食品群として油脂類が独立しており、これを調理加工に使用した場合にその過程で生じるトランス脂肪酸については推定に含めることができない。今後、さらに適切にトランス脂肪酸摂取量を推定するためには、実際に摂食する 1 食あたりの食事を、洋風、和風、あるいは揚げ物、焼き物、ファーストフード等といったように区分した上で分析することが必要と考える。

## 5. まとめ

AOAC official methods として規定されたトランス脂肪酸分析法を、トータルダイエット試料を分析するための方法として改変した。その性能について、標準試料等を用いた検証を行うことにより、十分な妥当性を確認した。

本法を用いて、2007 年度に全国 11 地域において調製されたトータルダイエット試料のうち、トランス脂肪酸が高濃度に含まれることが予測された 2 群(小麦製品)、3 群(甘味、菓子)、4 群(油)、11 群(肉)、12 群(乳)及び、報告事例の少ない 10 群(魚介)について分析を行った。その結果、2 つの地域において、他の地域に比べ多量のトランス脂肪酸が摂取されていることが示唆されたが、これは 12 群の調製に当たり、これまでにも高濃度でトランス脂肪酸が含有される製品として報告のある食品を含めてい

たことに依るものと推測された。この製品の影響を除けば、本調査によって得られたトランス脂肪酸の一日摂取量の推定値は、全国平均として約 0.5g であった。

#### 引用

- 1) <http://www.fsc.go.jp/sonota/54kai-factsheets-trans.pdf>
- 2) 日本油化学会誌 第 48 巻第 12 号 1411 (1999)

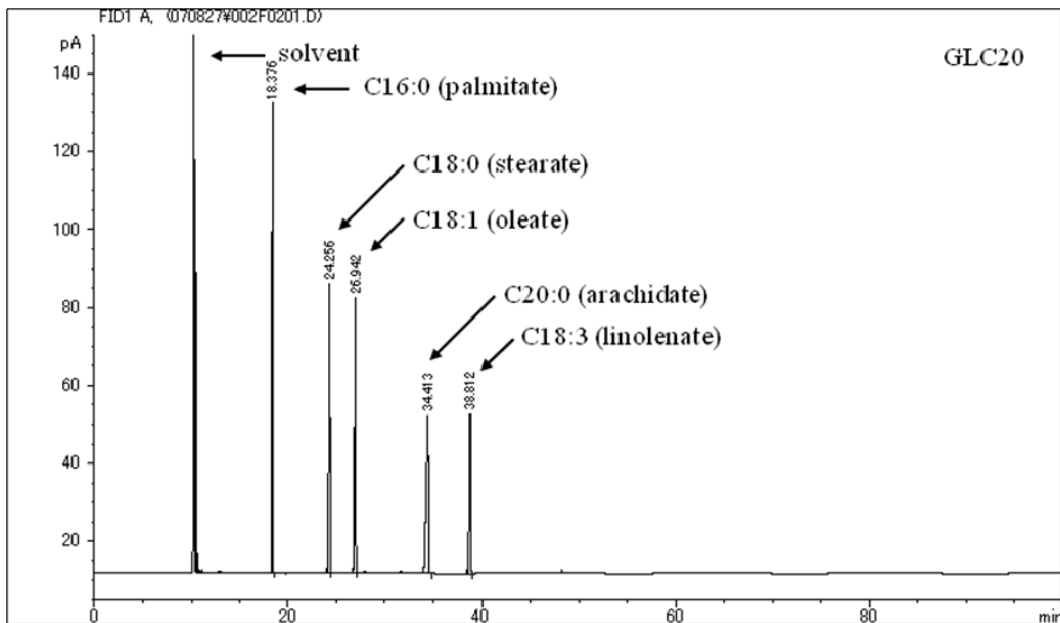


Figure 1 各種脂肪酸混合標品のクロマト (GLC20)

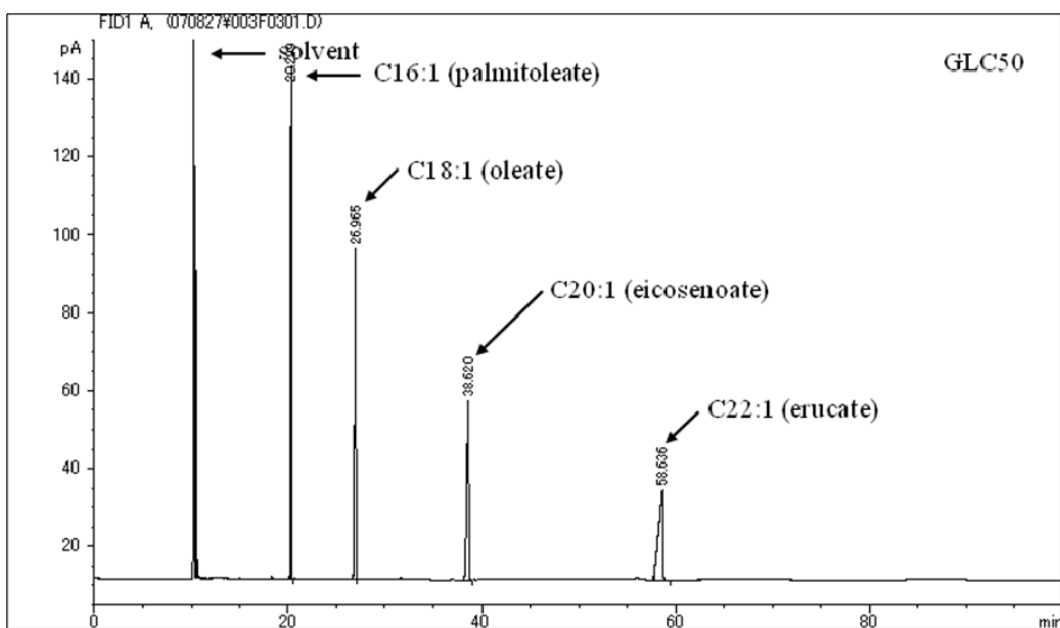


Figure 2 各種脂肪酸混合標品のクロマト (GLC50)

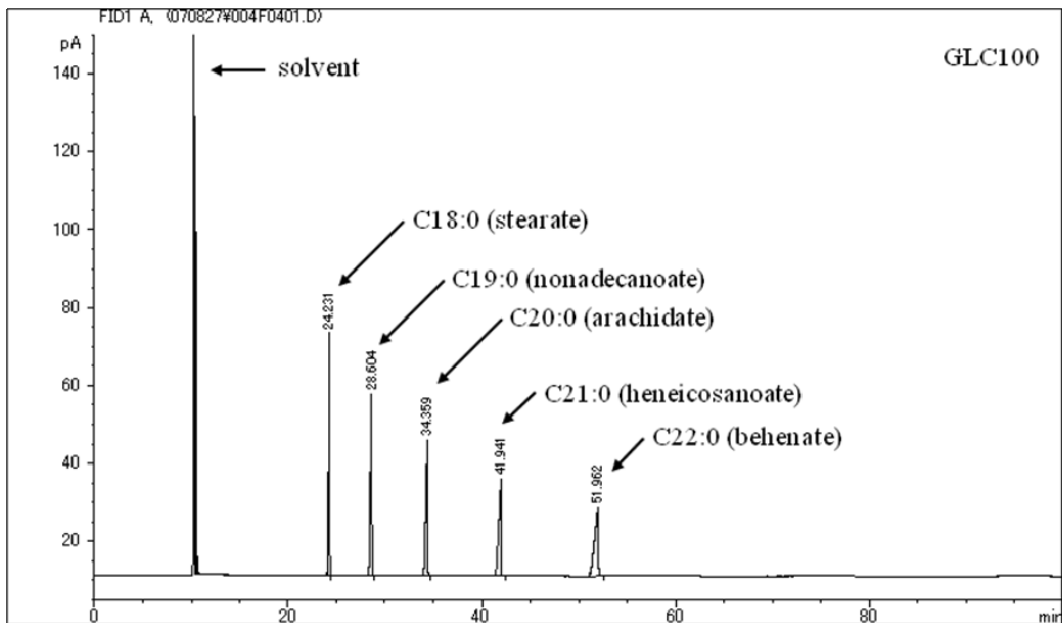


Figure 3 各種脂肪酸混合標品のクロマト (GLC100)

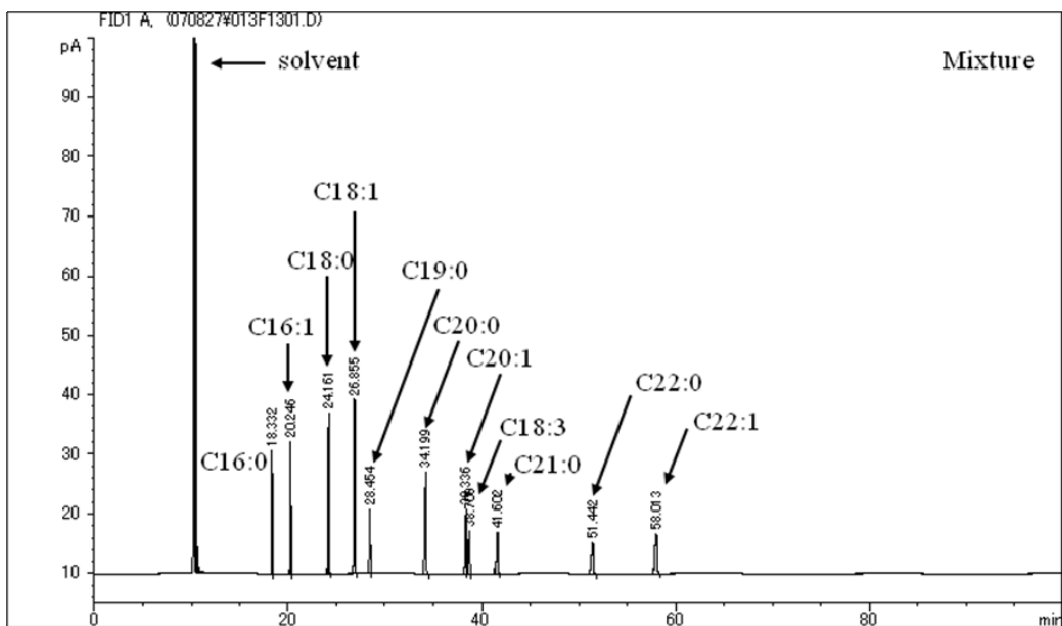


Figure 4 各種脂肪酸混合標品のクロマト (GLC Mixture)

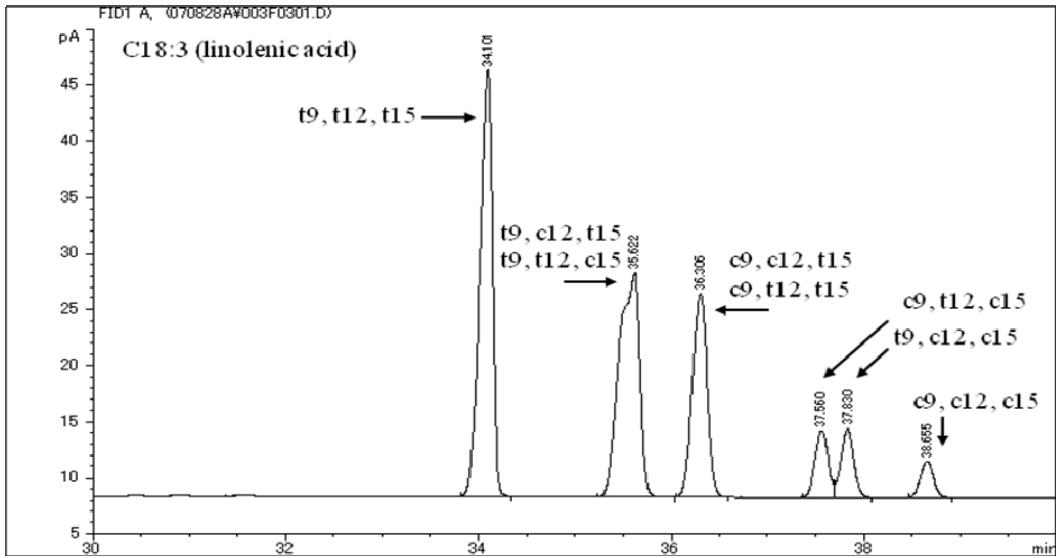


Figure 5 各種脂肪酸混合標品のクロマト(リノレン酸メチルエステル・シス/トランス異性体 8 種混合標品)

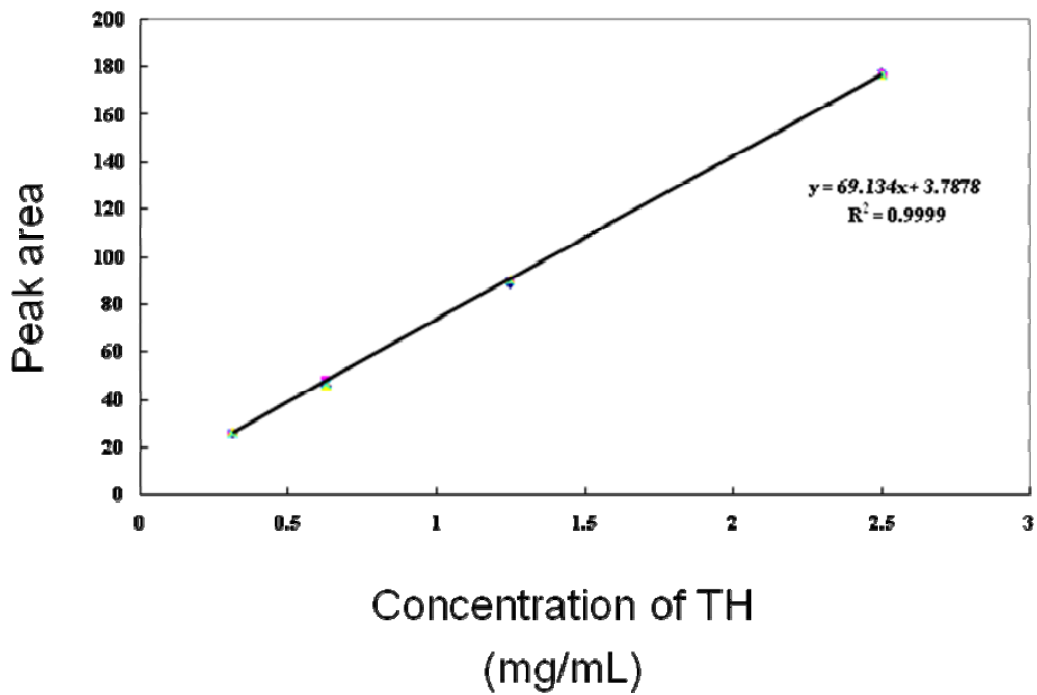


Figure 6 脂肪酸の遊離及びメチル化効率

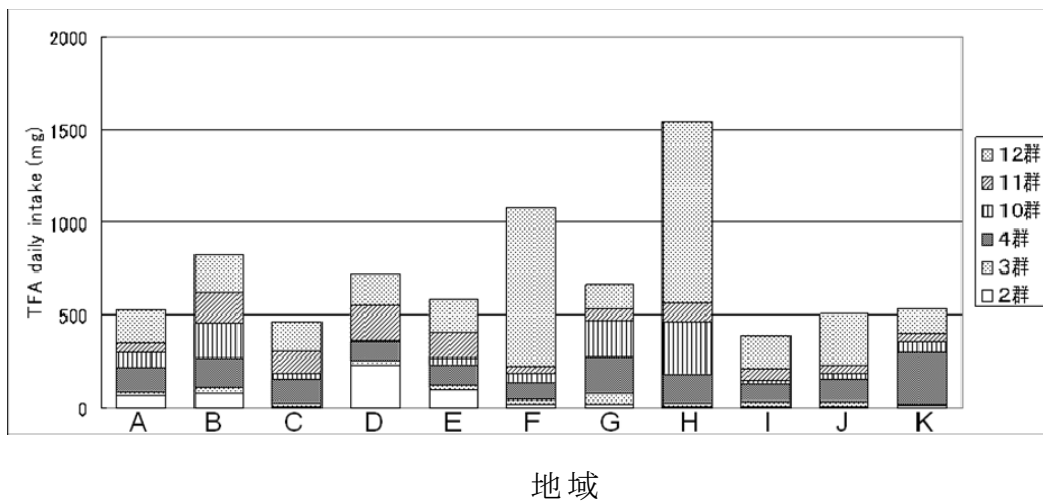


Figure 7 トータルダイエツト試料の分析結果1 (地域別集計)

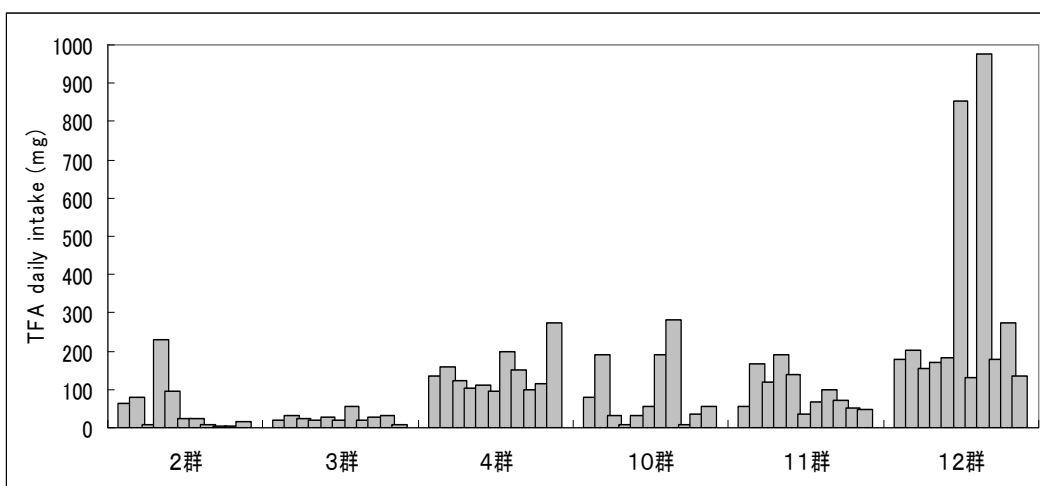


Figure 8 トータルダイエツト試料の分析結果2 (食品群別集計)

Analyte	GLC20					
	RUN1		RUN2		RUN3	
C16:0	18.36	± 0.02	18.35	± 0.02	18.339	± 0.01
C18:0	24.21	± 0.05	24.20	± 0.05	24.165	± 0.02
C18:1	26.90	± 0.05	26.89	± 0.05	26.847	± 0.02
C20:0	34.29	± 0.11	34.28	± 0.12	34.218	± 0.04
C18:3	38.79	± 0.06	38.75	± 0.06	38.692	± 0.02

n=3, each RUN

Table 1-1 各種脂肪酸混合標品から得られるリテンションタイムの安定性(GLC20)

Analyte	GLC50					
	RUN1		RUN2		RUN3	
C16:1	20.28	± 0.02	20.27	± 0.03	20.27	± 0.02
C18:1	26.91	± 0.06	26.90	± 0.06	26.90	± 0.05
C20:1	38.49	± 0.12	38.48	± 0.13	38.49	± 0.11
C22:1	58.36	± 0.26	58.36	± 0.26	58.37	± 0.23

n=3, each RUN

Table 1-2 各種脂肪酸混合標品から得られるリテンションタイムの安定性(GLC50)

Analyte	GLC100					
	RUN1		RUN2		RUN3	
C18:0	24.19	± 0.04	24.18	± 0.04	24.17	± 0.06
C19:0	28.54	± 0.07	28.53	± 0.06	28.51	± 0.09
C20:0	34.26	± 0.10	34.26	± 0.10	34.22	± 0.14
C21:0	41.79	± 0.15	41.79	± 0.14	41.74	± 0.22
C22:0	51.72	± 0.22	51.73	± 0.21	51.66	± 0.33

n=3, each RUN

Table 1-3 各種脂肪酸混合標品から得られるリテンションタイムの安定性(GLC100)



Analyte	Sample		
	GLC20	GLC50	GLC100
C16:0	18.35 ± 0.02		
C16:1		20.27 ± 0.02	
C18:0	24.19 ± 0.04		24.18 ± 0.04
m		24.19 ± 0.04	
C18:1	26.88 ± 0.04	26.90 ± 0.05	
		26.89 ± 0.05	
C19:0			28.53 ± 0.07
C20:0	34.26 ± 0.09		34.25 ± 0.10
m		34.25 ± 0.09	
C18:3	38.74 ± 0.06		
C20:1		38.49 ± 38.49	
C21:0			41.77 ± 0.15
C22:0			51.70 ± 0.23
C22:1		58.37 ± 58.37	

n=9

Table 2 各種脂肪酸混合標品から得られたリテンションタイムの集計結果

Table 3 リテンションタイムの各日平均値

Analyte	Sample		
	GLC MIX		
C16:0	18.332	±	0.005
C16:1	20.245	±	0.006
C18:0	24.159	±	0.003
C18:1	26.853	±	0.005
C19:0	28.454	±	0.009
C20:0	34.195	±	0.003
C18:3	38.333	±	0.007
C20:1	38.704	±	0.020
C21:0	41.599	±	0.009
C22:0	51.441	±	0.010
C22:1	58.018	±	0.010

n=3

Table 4 リノレン酸メチルエステル・シス/トランス異性体 8 種混合標品から得られたリテンションタイムの安定性

Analyte	Sample		
	Linolenic acid mix		
t9, t12, t15	34.100	±	0.006
t9, c12, t15	35.622	±	0.011
t9, t12, c15			
c9, t12, t15	36.303	±	0.010
c9, t12, c15	37.557	±	0.013
t9, c12, c15	37.827	±	0.014
c9, c12, c15	38.651	±	0.017

n=3

		Concentration of TH (mg/mL)			
		0.3125	0.625	1.25	2.5
Peak area	a	26.11	45.68	88.72	177.70
	b	26.15	47.72	90.01	176.83
	c	26.37	45.90	90.12	176.33
Ave		26.21	46.43	89.62	176.96
SD		0.14	1.12	0.78	0.69
RSD		0.53	2.41	0.87	0.39

Table 5 トリヘイコサノイン(TH)からの脂肪酸遊離効率とその濃度依存性

Analyte	Peak area of methylated product			Peak area of methyl ester standard			Efficiency of Methylation (%)
	mean	SD	RSD	mean	SD	RSD	
Oleic acid (C18;n1 cis9)	976.08	12.5	1.3	975.89	5.2	0.5	100.0
Elaidic acid (C18;n1 trans9)	1020.13	6.3	0.6	966.76	2.1	0.2	105.5
Vaccenic acid (C18;n1 trans11)	1016.93	21.2	2.1	946.52	9.9	1.1	108.5
Linoleic acid(C18;n2 cis9-cis12)	979.78	11.5	1.2	950.86	0.6	0.1	103.0

n=3

Table 6 各種脂肪酸のメチル化効率

mg/100mg

総脂肪重量		days				
samples		1	2	3	4	5
1		96.22	91.58	94.42	93.00	93.49
	2	88.70	89.07	91.93	89.11	96.23
		平均値 92.4				
		併行精度(RSD%) 3.3				
		室内精度(RSD%) 3.3				

mg/100mg

総飽和脂肪酸重量		days				
samples		1	2	3	4	5
1		25.92	24.98	25.67	25.49	25.62
	2	24.12	24.30	25.05	24.32	26.38
		平均値 25.2				
		併行精度(RSD%) 3.1				
		室内精度(RSD%) 3.1				

総飽和脂肪酸分率		days				
samples		1	2	3	4	5
1		26.94	27.28	27.19	27.41	27.41
	2	27.19	27.28	27.25	27.29	27.42
		併行精度(RSD%) 0.3				
		室内精度(RSD%) 0.5				

mg/100mg

総不飽和脂肪酸重量		days				
samples		1	2	3	4	5
1		70.29	66.59	68.75	67.51	67.87
	2	64.58	64.77	66.88	64.79	69.84
		平均値 67.2				
		併行精度(RSD%) 3.4				
		室内精度(RSD%) 3.4				

総不飽和脂肪酸分率		days				
samples		1	2	3	4	5
1		73.06	72.72	72.81	72.59	72.59
	2	72.81	72.72	72.75	72.71	72.58
		併行精度(RSD%) 0.1				
		室内精度(RSD%) 0.2				

mg/100mg

総トランス不飽和脂肪酸重量		days				
samples		1	2	3	4	5
1		25.50	24.00	24.79	24.23	24.34
	2	23.32	23.35	24.05	23.31	25.05
		平均値 24.2				
		併行精度(RSD%) 3.5				
		室内精度(RSD%) 3.5				

総トランス不飽和脂肪酸分率		days				
samples		1	2	3	4	5
1		26.50	26.21	26.25	26.06	26.03
	2	26.29	26.22	26.17	26.16	26.04
		併行精度(RSD%) 0.3				
		室内精度(RSD%) 0.6				

mg/100mg

18:1トランス脂肪酸重量		days				
samples		1	2	3	4	5
1		20.20	19.04	19.67	19.25	19.29
	2	18.51	18.55	19.06	18.48	19.90
		平均値 19.2				
		併行精度(RSD%) 3.5				
		室内精度(RSD%) 3.5				

18:1トランス脂肪酸分率		days				
samples		1	2	3	4	5
1		20.99	20.79	20.83	20.70	20.63
	2	20.86	20.82	20.74	20.74	20.68
		併行精度(RSD%) 0.3				
		室内精度(RSD%) 0.5				

mg/100mg

18:2トランス脂肪酸重量		days				
samples		1	2	3	4	5
1		5.07	4.74	4.90	4.77	4.84
	2	4.60	4.60	4.78	4.62	4.93
		平均値 4.8				
		併行精度(RSD%) 3.5				
		室内精度(RSD%) 3.5				

18:2トランス脂肪酸分率		days				
samples		1	2	3	4	5
1		5.27	5.18	5.19	5.12	5.17
	2	5.19	5.16	5.20	5.19	5.13
		併行精度(RSD%) 0.7				
		室内精度(RSD%) 0.8				

mg/100mg

18:3トランス脂肪酸重量		days				
samples		1	2	3	4	5
1		0.187	0.159	0.196	0.190	0.190
	2	0.154	0.154	0.189	0.182	0.196
		平均値 0.18				
		併行精度(RSD%) 6.3				
		室内精度(RSD%) 9.9				

18:3トランス脂肪酸分率		days				
samples		1	2	3	4	5
1		0.19	0.17	0.21	0.20	0.20
	2	0.17	0.17	0.21	0.20	0.20
		併行精度(RSD%) 0.4				
		室内精度(RSD%) 8.1				

Table 7 AOCS 標準品の分析によるメソッドベリフィケーションの結果

	地域										
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
試料1g当たり(mg)											
総脂肪重量	3.2	12.8	3.1	11.9	11.4	7.0	6.3	5.8	3.6	3.9	11.4
総飽和脂肪酸重量	0.9	4.3	0.9	4.9	4.0	2.2	2.3	2.0	1.5	1.4	3.3
総不飽和脂肪酸重量	2.2	8.5	2.2	7.0	7.5	4.8	4.0	3.8	2.1	2.5	8.2
総トランス脂肪酸重量	0.3	0.4	0.0	1.3	0.5	0.1	0.1	0.1	0.0	0.0	0.1
1日摂取量(mg)											
総脂肪重量	664.7	2468.8	592.2	2094.2	2036.1	1195.7	1044.3	1026.2	637.1	766.6	1685.8
総飽和脂肪酸重量	192.8	831.5	164.6	862.9	707.3	376.9	381.8	356.8	267.6	273.7	480.0
総不飽和脂肪酸重量	471.9	1637.3	427.6	1231.3	1328.8	818.8	662.5	669.4	369.4	492.9	1205.7
総トランス脂肪酸重量	64.2	81.2	6.6	231.3	96.0	22.4	23.5	8.9	4.4	4.2	16.2

Table 8-1 トータルダイエット試料分析結果(2群)

	地域										
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
試料1g当たり(mg)											
総脂肪重量	24.1	37.7	18.6	25.1	34.1	18.4	36.6	18.1	27.0	20.5	29.4
総飽和脂肪酸重量	9.1	16.6	9.2	10.6	18.3	9.9	19.5	7.6	13.0	9.3	13.8
総不飽和脂肪酸重量	14.9	21.1	9.4	14.5	15.9	8.5	17.1	10.5	13.9	11.3	15.6
総トランス脂肪酸重量	0.6	1.0	0.7	0.7	0.9	0.6	1.5	0.6	1.0	1.0	0.3
1日摂取量(mg)											
総脂肪重量	784.4	1153.7	598.4	807.1	1096.0	589.6	1301.5	633.7	817.4	679.7	886.7
総飽和脂肪酸重量	297.4	506.7	296.1	340.3	587.0	317.3	694.2	265.8	395.2	306.5	415.8
総不飽和脂肪酸重量	487.0	647.0	302.3	466.8	509.0	272.3	607.3	367.9	422.3	373.2	470.9
総トランス脂肪酸重量	20.1	31.0	22.8	21.0	27.7	18.9	55.1	20.5	29.7	32.2	7.9

Table 8-2 トータルダイエット試料分析結果(3群)

	地域										
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
試料1g当たり(mg)											
総脂肪重量	732.9	734.5	734.8	998.4	895.4	707.6	750.0	745.3	819.3	743.6	848.9
総飽和脂肪酸重量	112.1	119.1	154.2	225.4	179.2	111.5	143.2	145.5	138.7	138.0	149.0
総不飽和脂肪酸重量	620.8	615.4	580.6	773.0	716.2	596.2	606.8	599.9	680.6	605.6	699.9
総トランス脂肪酸重量	13.3	16.2	11.3	9.4	10.0	9.1	18.8	14.3	10.2	11.1	26.8
1日摂取量(mg)											
総脂肪重量	7329.3	7197.8	8082.9	10982.7	9849.6	7359.1	7950.0	7900.5	8029.0	7733.9	8658.9
総飽和脂肪酸重量	1120.8	1167.0	1696.7	2479.9	1971.2	1159.1	1517.9	1541.9	1358.9	1435.3	1519.9
総不飽和脂肪酸重量	6208.5	6030.8	6386.2	8502.8	7878.3	6200.0	6432.0	6358.6	6670.2	6298.6	7139.0
総トランス脂肪酸重量	133.3	158.5	124.2	102.9	110.4	95.0	199.4	152.0	99.8	115.1	273.4

Table 8-3 トータルダイエット試料分析結果(4群)

	地域										
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
試料1g当たり(mg)											
総脂肪重量	9.3	39.8	11.2	15.6	13.1	12.0	33.4	88.6	6.3	23.1	15.7
総飽和脂肪酸重量	4.0	16.3	5.0	7.0	5.5	4.9	15.0	38.0	3.0	9.3	5.3
総不飽和脂肪酸重量	5.4	23.5	6.3	8.6	7.6	7.1	18.4	50.6	3.3	13.8	10.4
総トランス脂肪酸重量	0.9	3.2	0.4	0.1	0.4	0.7	2.4	3.6	0.1	0.4	0.9
1日摂取量(mg)											
総脂肪重量	819.9	2323.7	865.9	1299.4	1071.1	935.5	2698.8	6967.6	495.2	1765.4	962.0
総飽和脂肪酸重量	346.6	949.8	383.1	579.8	446.9	381.7	1210.2	2988.9	236.8	712.5	325.6
総不飽和脂肪酸重量	473.3	1373.9	482.8	719.5	624.2	553.9	1488.5	3978.7	258.4	1052.8	636.4
総トランス脂肪酸重量	77.6	189.1	33.7	6.1	33.0	55.3	191.4	282.1	8.8	34.2	55.3

Table 8-4 トータルダイエット試料分析結果(10群)

	地域										
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
試料1g当たり(mg)											
総脂肪重量	68.3	124.7	110.3	52.2	83.8	44.8	43.9	120.6	42.5	9.8	41.7
総飽和脂肪酸重量	28.7	47.9	46.9	19.8	31.4	17.3	16.9	46.4	16.6	3.6	15.4
総不飽和脂肪酸重量	39.6	76.8	63.4	32.4	52.4	27.5	27.0	74.2	25.8	6.2	26.3
総トランス脂肪酸重量	0.6	1.9	1.3	1.9	1.4	0.4	0.6	1.0	0.7	0.5	0.5
1日摂取量(mg)											
総脂肪重量	5968.9	11096.4	10422.7	5349.1	8225.0	3965.7	4635.7	12375.4	4031.5	897.3	3854.3
総飽和脂肪酸重量	2511.3	4261.2	4428.1	2028.7	3083.9	1532.6	1787.7	4762.0	1577.3	332.0	1425.7
総不飽和脂肪酸重量	3457.6	6835.2	5994.6	3320.4	5141.1	2433.1	2848.0	7613.4	2454.1	565.3	2428.6
総トランス脂肪酸重量	54.2	166.6	119.7	191.2	137.2	36.2	67.2	100.3	70.9	49.6	47.7

Table 8-5 トータルダイエット試料分析結果(11群)

	地域										
	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K
試料1g当たり(mg)											
総脂肪重量	26.0	33.0	28.9	27.5	32.3	40.7	17.3	27.5	28.3	38.8	26.9
総飽和脂肪酸重量	17.8	22.7	20.5	18.9	22.0	24.5	11.6	14.3	19.8	26.2	19.5
総不飽和脂肪酸重量	8.2	10.3	8.4	8.6	10.3	16.2	5.7	13.2	8.5	12.6	7.5
総トランス脂肪酸重量	1.2	1.6	1.1	1.2	1.3	5.8	0.9	6.8	1.2	1.9	1.1
1日摂取量(mg)											
総脂肪重量	3897.3	4127.6	3982.7	3785.9	4442.8	5951.7	2520.6	3928.3	4052.8	5601.0	3374.4
総飽和脂肪酸重量	2667.2	2839.0	2823.1	2602.1	3027.6	3585.0	1689.8	2042.4	2831.7	3782.3	2438.0
総不飽和脂肪酸重量	1230.1	1288.6	1159.5	1183.9	1415.2	2366.7	830.9	1885.9	1221.1	1818.7	936.4
総トランス脂肪酸重量	180.0	201.2	155.1	169.1	182.3	854.5	130.2	977.6	178.6	273.7	133.6

Table 8-6 トータルダイエット試料分析結果(12群)

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	平均値
2群	64.2	81.2	6.6	231.3	96.0	22.4	23.5	8.9	4.4	4.2	16.2	50.8
3群	20.1	31.0	22.8	21.0	27.7	18.9	55.1	20.5	29.7	32.2	7.9	26.1
4群	133.3	158.5	124.2	102.9	110.4	95.0	199.4	152.0	99.8	115.1	273.4	142.2
10群	77.6	189.1	33.7	6.1	33.0	55.3	191.4	282.1	8.8	34.2	55.3	87.9
11群	54.2	166.6	119.7	191.2	137.2	36.2	67.2	100.3	70.9	49.6	47.7	94.6
12群	180.0	201.2	155.1	169.1	182.3	854.5	130.2	977.6	178.6	273.7	133.6	312.3

Table 9 トータルダイエツト試料分析結果(食品群別トランス脂肪酸摂取量集計 mg/day)

	A	B	C	D	E	F	G	H	I	J	K	平均値	最大値	最小値
1日摂取量(g)														
総脂肪重量	19.46	28.37	24.54	24.32	26.72	20.00	20.15	32.83	18.06	17.44	19.42	22.85	32.83	17.44
総飽和脂肪酸重量	7.14	10.56	9.79	8.89	9.82	7.35	7.28	11.96	6.67	6.84	6.60	8.45	11.96	6.60
総不飽和脂肪酸重量	12.33	17.81	14.75	15.42	16.90	12.64	12.87	20.87	11.40	10.60	12.82	14.40	20.87	10.60
総トランス脂肪酸重量	0.53	0.83	0.46	0.72	0.59	1.08	0.67	1.54	0.39	0.51	0.53	0.71	1.54	0.39

Table 10 トータルダイエツト試料分析結果(総和 mg/day)

