

平成 29 年度アクリルアミド含有実態調査で使用した分析法及び性能検証の結果
(高温調理された野菜(野菜炒め、素揚げ野菜を含む惣菜))

(1) 分析方法

(ア) 試料の調製方法

① もやしが主原料である野菜炒め

試料をもやしとそれ以外に分け、フードプロセッサー等の適切な器具を用いて均質化した後、それぞれを半量ずつ合わせて混合し、分析用試料とした。

② じゃがいもが主原料である炒め物

①のもやしをじゃがいもに読み替えて調製し、分析用試料とした。

③ ①②を除く野菜炒め及び素揚げ野菜を含む惣菜

試料を野菜とそれ以外に分け、フードプロセッサー等の適切な器具を用いて均質化した後、それぞれを半量ずつ合わせて混合し、分析用試料とした。

(イ) 分析方法

分析用試料を米国FDAが開発した方法(Detection and Quantitation of Acrylamide in Foods June 20,2002; Updated July 23,2002 and February 24,2003)に従い、高速液体クロマトグラフ-タンデム質量分析計(LC-MS/MS)で定量しました。LC-MS/MSの条件は表1のとおりです。

表1 アクリルアミド分析におけるLC-MS/MSの条件

機種	API-4000 (AB SCIEX)
カラム	Inertsil ODS-3 (GL sciences) 2.1 mm i.d.×100 mm、粒径 3 μm
注入量	10 μL
カラム温度	40°C
移動相	0.2%酢酸/メタノール (99.5/0.5)
移動相流量	0.2 mL/min
MS	イオン化法: ESI (ポジティブ)
設定質量数 (m/z)	アクリルアミド: 72.1 > 55.2、44.3 アクリルアミド-2,3,3-d ₃ : 75.1 > 58.1

(2) 性能の検証結果

(ア) 検出限界及び定量限界

アクリルアミド標準液を、検出限界又は定量限界として設定する濃度に調整し、これらを測定したときのシグナル(S)のノイズ(N)に対する比が、次の値以上であることを確認しました。

検出限界: 3 (S/N の値) 定量限界: 10 (S/N の値)

表 2 検出限界及び定量限界

調査対象食品	検出限界(mg/kg)	定量限界(mg/kg)
高温調理された野菜（野菜炒め、素揚げ野菜を含む惣菜）	0.005	0.010

（イ）標準添加回収率

試料（野菜炒め）に、表 3 に示した 2 濃度に相当する量のアクリルアミド標準液を添加して分析する操作を、それぞれの濃度で 18 回（3 回/日、3 日、実施者 2 名）ずつ行い、それぞれの濃度における回収率及び相対標準偏差（RSD_r）を算出しました。平均回収率は許容できる範囲であることを確認しました。

表 3 標準添加回収試験の結果

調査対象食品	添加濃度 (mg/kg)	回収率の範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r %
野菜炒め	0.01	81 – 119	105	10.6
	0.50	98 – 108	104	2.4

（ウ）測定の不確かさ

試料（野菜炒め）に、アクリルアミド標準液を添加し、表 4 に示した 2 濃度に相当する量のアクリルアミドを含む試料を調製し、それぞれ 7 回の繰り返し試験を異なる 3 日間に実施し、室内再現精度（RSD_i）を算出しました。RSD_i は許容できる範囲であることを確認しました。

表 4 繰り返し試験から算出した室内再現精度（RSD_i）

調査対象食品	濃度(mg/kg)	RSD _i (%)
野菜炒め	0.01	11.8
	0.5	2.4