

令和元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 (ポテトスナック、フライドポテト、カレールウ)

(1) 分析方法

(ア) 試料の調製方法

1 製品の全量をフードプロセッサー、ホモジナイザー等の適切な器具を用いて粉砕、混合し、均質化したものを分析用試料としました。

(イ) 分析方法

ポテトスナック及びフライドポテト

分析用試料から 5 g を量りとり、水 100 mL、内標準物質 (アクリルアミド- d_3)、ヘキサン 20 mL を加え、1 分間ホモジナイズし、10 分間振とうした後、遠心分離 (1,500 rpm、5 分間) しました。水層をろ過し、ろ液 20 mL に水 20 mL を加えたものを試料溶液としました。(※) 試料溶液 40 mL を ODS カートリッジと、AC-2 カートリッジを連結させた上で順に負荷し、アクリルアミドを AC-2 カートリッジに吸着させました。AC-2 カートリッジを取り外し、窒素ガスを通気させて水分を除去した後、メタノール 5 mL でアクリルアミドを溶出させました。溶出液に 10W/V% ジエチレングリコールのメタノール溶液約 0.1 mL を加え、減圧濃縮後、乾固させました。残留物をメタノール 1 mL に溶解させ、5W/V% キサントヒドロールのメタノール溶液 0.1 mL と 0.3 mol/L 塩酸のメタノール溶液 0.1 mL を加え、40℃で 2 時間放置し誘導体化しました。反応液を減圧乾固させ、水 5 mL と塩化ナトリウム約 2 g を加え、酢酸エチル 2 mL で抽出した後、酢酸エチル層約 400 μ L に 1000 μ g/mL ポリエチレングリコール 200-酢酸エチル溶液 10 μ L を添加したものを試験溶液とし、ガスクロマトグラフ-質量分析計 (GC-MS) で定量しました。

カレールウ

分析用試料から 5 g を量りとり、水 100 mL、内標準物質 (アクリルアミド- d_3)、ヘキサン 20 mL を加え、1 分間ホモジナイズし、10 分間振とうした後、遠心分離 (1,500 rpm、5 分間) しました。水層をろ過し、ろ液 20 mL を InterSep K-Solute カラムに負荷し、室温で 30 分放置した後に酢酸エチル 150 mL で溶出させ、10%W/V ジエチレングリコールのメタノール溶液 0.1 mL 加えて減圧乾固し、残留物を水 40 mL で溶解したものを試料溶液としました。(その後の固相抽出、誘導体化、検出の工程については、ポテトスナック及びフライドポテト試料の場合 (※以降) と同一)

GC-MS の条件は、表 1 の通りです。

表1 アクリルアミド分析における GC-MS の条件

カラム	0.25 mm i.d. × 30 m 膜厚 0.25 μm
注入方法	スプリットレス
カラム温度	試料注入口：250℃ カラム 40℃ (2 分保持)→20℃/分昇温→320℃ (ポストラン 320℃ 5 分保持) インターフェース：280℃
ガス流量	ヘリウム、1 mL/min
MS	イオン化法：EI (70 eV)
設定質量数 (m/z)	アクリルアミド誘導体化物：251、234、206 アクリルアミド-d ₃ 誘導体化物：254、210

(2) 性能の検証結果

(ア) 検出限界及び定量下限

ポテトスナック及びフライドポテトについてはブランク試料をそのまま、カレールウについては 0.02 mg/kg に相当する量のアクリルアミド標準液を添加した試料を用いて、7 回の繰り返し試験を行い、測定値の標準偏差から次式により算出しました。

$$\begin{aligned} \text{計算式} \quad & \text{検出限界} = 2 \times 1.943 \times \text{標準偏差} \\ & \text{定量下限} = 10 \times \text{標準偏差} \end{aligned}$$

表2 検出限界及び定量下限

調査対象食品	検出限界(mg/kg)	定量下限(mg/kg)
ポテトスナック	0.03	0.06
フライドポテト	0.03	0.06
カレールウ	0.01	0.02

(イ) 標準添加回収率

ポテトスナック、フライドポテト、カレールウについて、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3回ずつ行い、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 (%)
ポテトスナック	0.02	102 – 115	107	6.5
	0.5	99 – 100	99	0.5
フライドポテト	0.02	87 – 104	96	8.4
	0.5	87 – 89	88	1.5
カレールウ	0.02	86 – 97	93	6.2
	0.5	99 – 100	100	0.7

(ウ) 測定の不確かさ

ポテトスナック、フライドポテト、カレールウについて、表 4 に示す濃度に相当する量のアクリルアミド標準液を添加した試料を調製し、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	添加濃度(mg/kg)	RSD _i (%)
ポテトスナック	0	14
	0.5	5.6
フライドポテト	0	13
	0.4	3.7
カレールウ	0.02	8.4
	0.5	3.2