

令和2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、乳幼児用穀類加工品)

(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

分析用試料 1 g を遠沈管に量り、内標準物質 200 ng (アクリルアミド $^{13}\text{C}_3$)、水 9 mL を加え、20 分間振とう抽出を行いました。次いで遠心分離 (8,000 rpm、20 分間) を行い、水層の 3~5 mL を分取し、0.45 μm PVDF フィルターに通した後、遠心分離 (8,000 rpm、5 分間) したものを抽出溶液としました。抽出溶液 1.5 mL を、あらかじめメタノール 3.5 mL、水 3.5 mL で順次コンディショニングした Oasis HLB カートリッジに負荷し、水 0.5 mL を流したのち、水 1.5 mL で溶出を行いました。さらに得られた溶出液の 1.5 mL を、あらかじめメタノール 2.5 mL、水 2.5 mL で順次コンディショニングした Bond Elut Accucat カートリッジに負荷し、液面が固相上 1 mL の位置に下がるまでの溶出液を捨て、その後の溶出液 0.5 mL を集めました。この試料溶液を高速液体クロマトグラフ-タンデム質量分析 (LC-MS/MS) で定量しました。

LC-MS/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 LC-MS/MS の条件

HPLC カラム	Hydro-RP 80A HPLC カラム (ジエールサイエンス) 2 mm × 250 mm
カラム温度	26 °C
移動相	0.1%酢酸、0.5%メタノール
流量	0.2 mL/min
MS/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 > 55 アクリルアミド $^{13}\text{C}_3$: 75 > 58

(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、乳幼児用穀類加工品について、0.01 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。

計算式 検出限界= $3.3 \times \text{標準偏差} + \text{ブランク値}$

定量下限= $10 \times \text{標準偏差} + \text{ブランク値}$

※ブランク値

ポテトスナック：0.012 mg/kg、乳幼児用穀類加工品：0.002 mg/kg

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、フライドポテト	0.01	0.02
乳幼児用穀類加工品	0.003	0.007

(イ) 標準添加回収率

ポテトスナック、乳幼児用穀類加工品について、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 7 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	0.01	99 – 112	105	3.9
	2.5	102 – 107	105	1.6
乳幼児用穀類加工品	0.01	92 – 107	102	4.8
	2.5	100 – 105	104	1.6

(ウ) 測定の不確かさ

ポテトスナック、乳幼児用穀類加工品について、表 4 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	0.01	3.6
	2.5	2.6
乳幼児用穀類加工品	0.01	6.2
	2.5	3.5