

令和4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
(米菓、ポテト系スナック菓子、ビスケット類、ビスケット加工品、ウエハース、ラスク)

(1) 分析方法 (フローシート)

試料調製 全量 (100 g 以上)

ブリクサー
粉末状になるまで粉砕

分析試料 10.0 g [ねじ口遠心沈殿管 250 mL]

←水 100 mL、n-ヘキサン 20 mL
←25 µg/mL の内標準 (アクリルアミド-d₃) 溶液 0.2 mL

攪拌 1 分間

振とう 10 分間

遠心分離 (2,500 rpm、5 分間)

水層分取

抽出液 10 mL 分取

クリーンアップ

オクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムの下部に活性炭ミニカラム連結
(あらかじめメタノール 10 mL、水 10 mL でコンディショニング)
抽出液 10 mL に水 20 mL を加え、カラムに負荷
水 10 mL を流下 (流出液は捨てる)
上部カラムをはずし、吸入装置で下部カラムを吸引乾燥 (5 分間)
メタノール 5 mL を流下、収集 [受器 10 mL 試験管]
水を加え 10 mL に定容

試験溶液

フィルターろ過

測定 LC-MS/MS (条件は表 1 の通り)

表 1 アクリルアミド分析における LC-MS/MS の条件

使用機器	LC: LC-30AD (島津製作所) MS: MS-8050 (島津製作所)
HPLC カラム	InertSustain Phenyl (ジーエルサイエンス) φ2.1 mm×150 mm、粒径 3 µm
カラム温度	30 °C
移動相	水
流量	0.2 mL/min
注入量	1 µL
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

(2) 性能の検証結果

(ア) 検出下限及び定量下限

ポテト系スナック菓子、ビスケット類について、ブランク試料をそのまま用いて、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。

$$\begin{aligned} \text{計算式} \quad \text{検出下限} &= \text{標準偏差} \times 2 \times t(n-1, 0.05) = \text{標準偏差} \times 2 \times 1.943 \\ \text{定量下限} &= \text{標準偏差} \times 10 \end{aligned}$$

表2 検出下限及び定量下限 (mg/kg)

マトリックス	検出下限(mg/kg)	定量下限(mg/kg)
ポテト系スナック菓子	0.005	0.020
ビスケット類	0.005	0.010

(イ) 標準添加回収率

表3に示した濃度のアクリルアミドを添加し、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

マトリックス	ブランク試料値(mg/kg)	添加濃度(mg/kg)	回収率の範囲(%)	平均回収率(%)	RSD _r (%)
ポテト系スナック菓子	0.016	0.03	115 - 117	116	0.8
		0.5	106 - 111	109	2.3
ビスケット類	0.044	0.02	114 - 118	116	1.7
		0.5	108 - 108	108	0.4

(ウ) 測定の不確かさ

定量下限付近濃度としてブランク試料をそのまま用い、検量線の間値付近濃度として表4に示した濃度のアクリルアミドを添加した試料を用い、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)

マトリックス	添加濃度(mg/kg)	RSD _i (%)
ポテト系スナック菓子	-	12.1
	0.5	5.1
ビスケット類	-	3.3
	0.5	3.2