

令和5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
 (ポテト系スナック菓子、フライドポテト、麦茶用大麦、調理済みカレー、
 乾燥果実及び果実チップス、野菜系スナック菓子、チョコレート・ココア類)

(1) 分析方法 (フローシート)

試料調製 全量 (フライドポテト 400 g 以上、その他 100 g 以上)

フードプロセッサー等 均一になるまで粉砕

分析試料 1.0 g [遠沈管]

←200 ng/mL アクリルアミド安定同位体 0.1%ギ酸溶液 1 mL

←水 9 mL

振とう抽出 20 分間

遠心分離 (9,500 rpm、15 分間)

水層 (抽出液) 5 mL 分取

<精製>

OASIS HLB カラム (あらかじめメタノール 3.5 mL、水 3.5 mL で洗浄)

抽出液 1.5 mL 負荷

←水 0.5 mL (洗浄)

←水 1.5 mL (溶出)

Bond Elut Accucat カラム (あらかじめメタノール 2.5 mL、水 2.5 mL で洗浄)

←溶出液 1.5 mL 負荷

0.5 mL を捨て、残りの溶出液を採取

試験溶液

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

HPLC カラム	Inertsil ODS-3 φ2.1 mm×150 mm、粒径 3 μm (GL サイエンス)
カラム温度	40 °C
移動相	0.1%ギ酸:アセトニトリル=99.5:0.5
流量	0.2 mL/min
注入量	10 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:72.1 > 55.2、72.1 > 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) 検出下限及び定量下限

4つのマトリックス（ポテト系スナック菓子、大麦、人参にサラダ油を混合したもの、ホワイトミルクチョコレート）について、0.02 mg/kg 相当量のアクリルアミド標準品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。

$$\text{計算式 検出下限} = \text{標準偏差} \times 2 \times t(n-1, 0.05) = \text{標準偏差} \times 2 \times 1.7247$$

$$\text{定量下限} = \text{標準偏差} \times 10$$

表2 検出下限及び定量下限 (mg/kg)

マトリックス	対象食品	検出下限	定量下限
ポテト系スナック菓子	ポテト系スナック菓子 フライドポテト	0.010	0.020
大麦用麦茶	麦茶用麦茶	0.010	0.020
人参にサラダ油を混合	調理済みカレー、乾燥果実 及び果実チップス、野菜系 スナック菓子	0.010	0.020
チョコレート	ココア及びチョコレート	0.010	0.020

(イ) 標準添加回収率

4つのマトリックスについて、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回ずつ添加回収試験を行い、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 試料濃度	添加濃度 (mg/kg)	回収率範囲 (%)	平均回収率 (%)	RSD _r (%)
ポテト系スナック菓子	0.035	0.02	102 – 106	103	1.8
	0.028	2.5	103 – 106	105	1.5
大麦	<LOD	0.02	106 – 113	109	2.9
	0.010	2.5	107 – 114	110	2.8
野菜チップス（人参に サラダ油を混合）	<LOD	0.02	109 – 115	113	2.2
	<LOD	2.5	104 – 112	107	3.5
チョコレート	0.014	0.02	94 – 104	100	4.2
	0.011	2.5	102 – 104	103	0.8

(ウ) 測定の不確かさ

4つのマトリックスについて、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	0.02	3.3
	2.5	3.0
大麦	0.02	10.8
	2.5	2.1
野菜チップス	0.02	4.4
	2.5	2.6
チョコレート	0.02	4.7
	2.5	2.2