

平成 16 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妥当性確認の結果
(ポテトスナック、コーンスナック、米菓、即席中華めん、ほうじ茶(茶葉)、麦茶
用大麦(煎り麦))

(1) 分析方法

(ア) 試料の調製方法

1 製品の全量を粉砕機により粉砕・混合し、分析用試料としました。

麦茶は煎り麦を、ほうじ茶は茶葉を分析用試料としています。即席中華めんは
スープやかやくを除き、麺を分析用試料としています。

(イ) 分析手順

ポテトスナック、コーンスナック、米菓、即席中華めん

分析用試料 3 g に水 100 mL、内標準物質 (アクリルアミド- d_3) 1 μ g 及びヘキサ
ン 20 mL を加え、ホモジナイザーを用いて約 1 分間攪拌しました。

10 分間振とう後、遠心分離 (2,000 rpm、10 分間) しました。

水層をガラス繊維ろ紙で吸引ろ過し、ろ液 40 mL を Sep-Pak[®] C18 カートリッ
ジ及び Sep-Pak[®] AC-2 カートリッジを連結したカラムに流速 5 mL/分で通過させ、
アクリルアミドを Sep-Pak[®] AC-2 カートリッジに吸着させました。

Sep-Pak[®] AC-2 カートリッジを取り外し、窒素ガスを通気して水分を除去した
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 5 %(w/v) ジ
エチレングリコールのメタノール溶液約 0.1 mL を加えて減圧濃縮後、乾固させま
した。残留物をメタノール 1 mL に溶解し、5 %(w/v) キサントヒドロールのメタ
ノール溶液 0.1 mL 及び 0.3 mol/L 塩酸のメタノール溶液 0.1 mL を加え、40 °C の
水浴中で 2 時間放置し誘導体化を行いました。

反応液を減圧下乾固し、水 5 mL 及び塩化ナトリウム約 2 g を加え、酢酸エチル
2 mL で抽出し、試験溶液としました。

試験溶液 1 μ L をガスクロマトグラフ質量分析計 (GC/MS) に供し、定量しま
した。GC/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 GC/MS の条件

| | |
|-------|---|
| 機種 | 6890/5973N (Agilent Technologies, Inc.) |
| カラム | SPB-5 (sigma-aldrich Company SUPELCO division) 0.25 mm i.d. \times 30 m, 膜厚 0.25 μ m |
| 注入方法 | スプリットレス |
| 温度 | 試料導入口 300 °C カラム 40 °C (2 分保持) \rightarrow 20 °C/分昇温 \rightarrow 300 °C |
| ガス流量 | ヘリウム、1 mL/分 |
| イオン化法 | EI |

| | |
|----------------|---|
| | イオン源温度 230 °C イオン化電圧: 70 eV |
| 設定質量数 (m/z) | アクリルアミド誘導体化物: 251, 234 内標準物質誘導体化物: 254 |

ほうじ茶、麦茶

分析用試料 1 g に水 100 mL、内標準物質（アクリルアミド- d_3 ）1 μ g 及びヘキサ
ン 20 mL を加え、ホモジナイザーを用いて約 1 分間攪拌しました。

これ以降の抽出・前処理・誘導体化は、ポテトスナックの場合と同様に操作し
ました。

(2) 分析法の妥当性確認

(ア) 定量限界及び検出限界

予想される検出限界付近の濃度のアクリルアミドを含む試料（コーンスナッ
ク、即席中華めん）を、7 回繰り返し測定したときの測定値の標準偏差から次
式により算出しました。

検出限界=3.3×標準偏差／検量線の傾き

定量限界=10×標準偏差／検量線の傾き

表 2 検出限界及び定量限界

| 調査対象食品 | 定量限界(mg/kg) | 検出限界(mg/kg) |
|---------|-------------|-------------|
| ポテトスナック | 0.02 | 0.005 |
| コーンスナック | 0.02 | 0.005 |
| 米菓 | 0.02 | 0.005 |
| 麦茶 | 0.02 | 0.005 |
| ほうじ茶 | 0.02 | 0.005 |
| 即席中華めん | 0.02 | 0.005 |

(イ) 標準添加回収率

試料（ポテトスナック、コーンスナック、米菓、麦茶、ほうじ茶、即席中華
めん）に、表 3 に示した濃度に相当する量のアクリルアミド標準液を添加し、
それぞれの濃度で 3 回分析し、それぞれの濃度における回収率及び標準偏差
(SDr)を算出しました。その結果、回収率が分析法の性能規準に関する国際的な
ガイドラインに示されている値を概ね満たしてい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 (%) | 回収率の標準 偏差(SDr) |
|---------|-----------------|-----------|--------------|-------------------|
| ポテトスナック | 0.20 | 80 - 100 | 90 | 11 |
| | 1.5 | 94 - 98 | 95 | 2.1 |
| コーンスナック | 0.19 | 91 - 104 | 97 | 5.8 |
| 米菓 | 0.11 | 88 - 94 | 91 | 3.6 |
| 麦茶 | 0.21 | 78 - 88 | 81 | 7.1 |
| ほうじ茶 | 0.51 | 75 - 76 | 76 | 0.77 |
| 即席中華めん | 0.026 | 86 - 89 | 87 | 1.8 |

(ウ) 測定の不確かさ

各調査品目について、表 4 に示した濃度のアクリルアミドを含む試料を、7 回繰り返し試験し、併行精度(RSDr)を算出しました。その結果、RSDr は、分析法の性能基準に関する国際的なガイドラインに示されている値を満たしていることを確認しました。

表 4 繰り返し試験から算出した併行精度 (RSDr)

| 調査対象食品 | 試料中の濃度(mg/kg) | RSDr(%) |
|---------|---------------|---------|
| ポテトスナック | 1.1 | 4.9 |
| コーンスナック | 0.26 | 3.5 |
| おかき | 0.08 | 8.4 |
| 麦茶 | 0.15 | 5.1 |
| ほうじ茶 | 0.23 | 2.5 |
| 即席中華めん | 0.02 | 6.1 |