

平成 30 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、ビスケット類、米菓、乳幼児用穀類加工品、レ
ギュラーコーヒー、インスタントコーヒー、麦茶)

(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

分析用試料から約 5 g をはかりとり、水 100 mL、内標準物質（アクリルアミド $^{13}\text{C}_3$ ）、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（2,000 rpm、10 分間）しました。上清をろ過し、ろ液 50 mL を ODS カートリッジと AC-2 カートリッジを連結させたカラムに負荷し、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 カードリッジを取り外し、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、酢酸エチル層を試験溶液とし、ガスクロマトグラフ-質量分析計（GC-MS）で定量しました。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℃ 昇温条件 <table border="1"> <thead> <tr> <th>測定時間（分）</th><th>カラム温度（℃）</th></tr> </thead> <tbody> <tr> <td>0</td><td>40</td></tr> <tr> <td>2</td><td>40</td></tr> <tr> <td>15</td><td>300</td></tr> </tbody> </table>	測定時間（分）	カラム温度（℃）	0	40	2	40	15	300
測定時間（分）	カラム温度（℃）								
0	40								
2	40								
15	300								
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 アクリルアミド $^{13}\text{C}_3$ 誘導体化物：254								

(2) 性能の検証結果

(ア) 検出限界及び定量限界

試料（ポテトスナック、米菓、麦茶）にアクリルアミド標準液を定量下限値付近の濃度となるよう添加し、7 回の繰り返し試験を行っ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。

$$\begin{aligned}\text{計算式} \quad & \text{検出限界} = 3.3 \times \text{標準偏差} \\ & \text{定量限界} = 10 \times \text{標準偏差}\end{aligned}$$

表 2 検出限界及び定量限界

調査対象食品	検出限界(mg/kg)	定量限界(mg/kg)
ポテトスナック、フライドポテト	0.002	0.004
ビスケット類、米菓、乳幼児用穀類加工品	0.003	0.008
レギュラーコーヒー、インスタントコーヒー、麦茶	0.004	0.02

(イ) 標準添加回収率

試料（ポテトスナック、米菓、麦茶）に、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	96 – 107	101	3.5
	0.5	96 – 106	100	3.5
米菓	0.01	86 – 106	100	7.2
	0.5	101 – 107	104	1.6
麦茶	0.01	78 – 108	92	11.6
	0.5	95 – 98	97	0.9

(ウ) 測定の不確かさ

試料（ポテトスナック、米菓、麦茶）に、アクリルアミド標準液を添加し、表 4 に示した 2 濃度に相当する量のアクリルアミドを含む試料を調製し、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	濃度(mg/kg)	RSD _i (%)
ポテトスナック	0.01	1.4
	0.5	2.8
米菓	0.01	1.8
	0.5	1.9
麦茶	0.01	0.9
	0.5	1.7