

令和6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  
(フライドポテト、冷凍フライドポテト、乳幼児用穀類加工食品)

(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)

フードプロセッサ等で均一になるまで粉砕

分析試料 5.0 g [遠心瓶 250 mL]

←水 100 mL、n-ヘキサン 20 mL

←50 µg/mL の内標準 (アクリルアミド-d<sub>3</sub>) 溶液

0.05 mL (フライドポテト) または 0.025 mL (乳幼児用穀類加工品)

攪拌 1 分間

振とう 10 分間

遠心分離 (1,500 rpm、5 分間)

水層分取

抽出液 10 mL (フライドポテト) または 20 mL (乳幼児用穀類加工品) 分取

クリーンアップ

多孔性ケイソウ土カラム (あらかじめアセトン 100 mL で洗浄)

抽出液を負荷し 30 分間放置

活性炭ミニカラム (あらかじめ酢酸エチル 5 mL で洗浄) を連結

酢酸エチル 150 mL を流下 [受器 ナス型フラスコ 200 mL]

←水 4 mL

濃縮定容

減圧濃縮装置 (40°C)

水で定容 [ガラス製全量フラスコ 5 mL]

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	Atlantis T3 φ2.1 mm×150 mm、粒径 3 µm (Waters)
カラム温度	30 °C
移動相	水:メタノール=98:2
流量	0.2 mL/min
注入量	5 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

フライドポテト、乳幼児用穀類加工品について、ブランク試料にアクリルアミド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。

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

表2 検出下限及び定量下限 (mg/kg)

食品マトリックス	検出下限(mg/kg)	定量下限(mg/kg)
フライドポテト	0.010	0.020
乳幼児用穀類加工品	0.005	0.010

### (イ) 標準添加回収率

フライドポテト、乳幼児用穀類加工品について、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<sub>r</sub>)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	添加濃度(mg/kg)	回収率の範囲(%)	平均回収率(%)	RSD <sub>r</sub> (%)
フライドポテト	0.020	100 - 117	107	8.0
	0.50	98.0 - 100	98.7	1.1
乳幼児用穀類加工品	0.010	108 - 118	114	4.4
	0.25	106 - 110	108	1.8

### (ウ) 測定の不確かさ

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<sub>i</sub>)を算出しました。RSD<sub>i</sub>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<sub>i</sub>)

マトリックス	添加濃度(mg/kg)	RSD <sub>i</sub> (%)
フライドポテト	0.020	4.7
	0.50	1.4
乳幼児用穀類加工品	0.010	9.0
	0.25	2.6