

## LC/MSによるリンゴ果汁中のパツリンの分析

## Analysis of Patulin in Apple juice by LC/MS

パツリンは、ペニシリウム属やアスペルギルス属の真菌によって産生されるカビ毒であり、リンゴの収穫や保存時に傷口から真菌が侵入することにより汚染が起こります。パツリン中毒の症状として、消化管の充血や出血、潰瘍等が確認されています。食品、添加物等の規格基準(昭和34年厚生省告示第370号)の改正により、平成16年6月より、リンゴ果汁および搾汁された果汁のみを原料とする清涼飲料水について、パツリンの規格基準(0.05ppm)が設定されています。告示法(平成15年厚生労働省告示第369号)では、検出法として、UV、LC/MS、GC/MSが採用されています。今回、告示法に準拠した条件を用いてリンゴ果汁の前処理を行い、パツリンのLC/MS測定を行った例を紹介します。

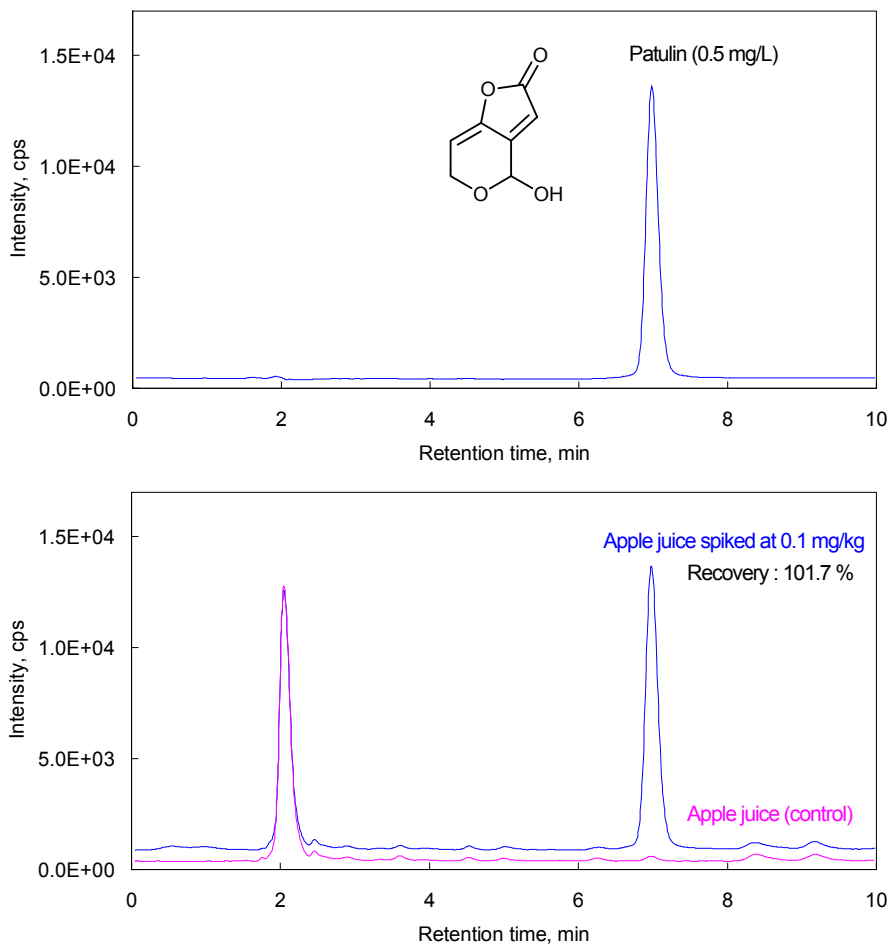


図1 標準試料及びリンゴ果汁前処理液のSIMクロマトグラム

標準品を用いて検量線を作成した結果、0.05～1.0 mg/L の濃度範囲において、良好な直線性( $r=0.999$ )が認められました。装置定量下限(S/N=10で算出)は、0.007 mg/Lとなりました。

また、予めパツリンが検出下限以下であることを確認したリンゴ果汁中に、試料濃度が0.1mg/kgになるようにパツリンを添加し、添加回収試験を行った結果、101.7%の回収率が得られ、本分析条件が、リンゴ果汁中のパツリンの分析に十分適用可能であることが確認されました。

表1 分析条件

<b>LC</b>	Instrument:	1100 series (Agilent Technologies)
	Column:	TSKgel ODS-100V 5 $\mu$ m (2.0 mmI.D. x 15 cm)
	Eluent:	10 mmol/L ammonium acetate / methanol = 90/10
	Flow rate:	0.2 mL/min
	Column temp.:	40 °C
	Injection vol.:	30 $\mu$ L
<b>MS/MS</b>	Instrument:	G1956B (Agilent Technologies)
	Ionization:	ESI-Negative
	Fragmentor	60 V
	capillary voltage:	3000 V
	Nebulizer gas:	60 psi, N2 gas
	Dry gas:	10 L/min, 350 °C, N2 gas
	m/z:	153

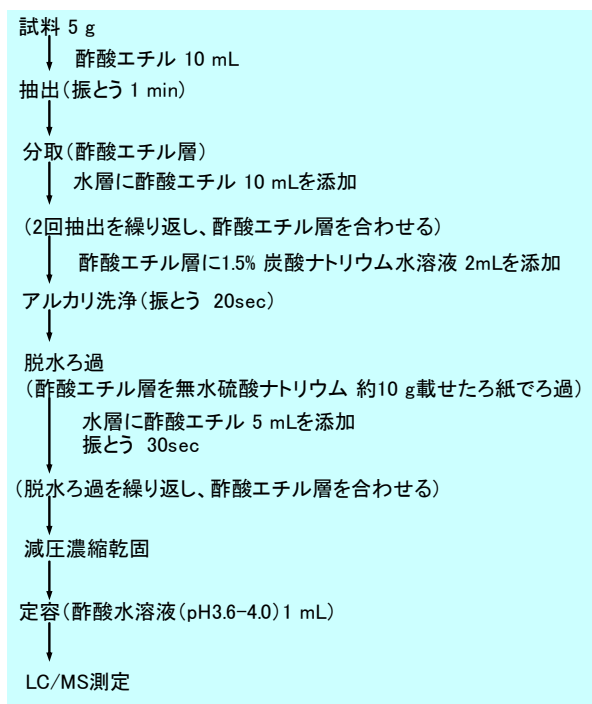


図2 前処理条件

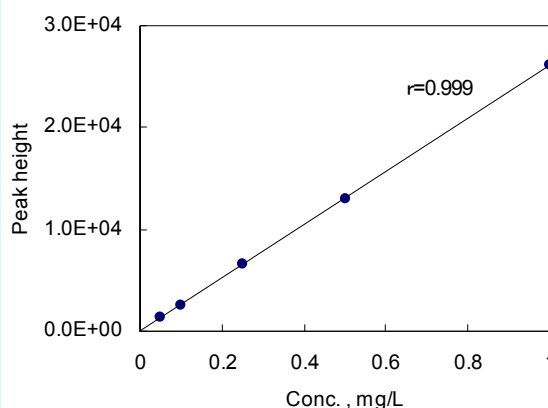


図3 検量線