

ピーナッツ中アフラトキシンの分析

(全自動固相抽出装置ST-L400)



全自動固相抽出装置
ST-L400
For STQ Method

Sample



Information

【参考文献】
小西賢治・島三記絵・佐々野僚一・斎藤勲,第115回日本食品衛生学会学術講演会公演要旨集,P.124

厚生労働省,食安発0816第2号 平成23年8月16日

厚生労働省 ホームページ
"違反事例"
https://www.mhlw.go.jp/stf/seisakunitsuite/bunya/kenkou_iryuu/shokuhin/yunyu_kanshi/ihan/index.html
(参照 2019-09-30)

Key word

自動前処理装置
固相抽出
カビ毒

AiSTI SCIENCE

Product

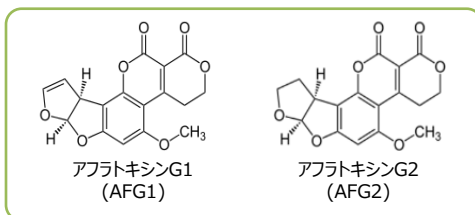
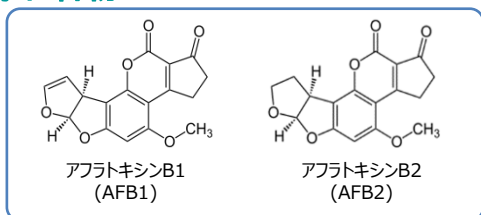
ST-L400
Smart-SPE C18-50
Smart-SPE SCX-30
Smart-SPE PSA-30

株式会社アイスティサイエンス
www.aisti.co.jp
お問い合わせ先
TEL. 073-475-0033
E-Mail; as@aisti.co.jp

はじめに

日本国内ではアフラトキシンは食品衛生法により全食品を対象として総アフラトキシン（アフラトキシンB1,B2,G1,G2）の基準値を10 μ g/kgと定められています。本アプリケーションでは全自動固相抽出装置ST-L400を用いて輸入食品のうち検出事例の高いピーナッツにおける分析例を報告します。

対象化合物



実験方法

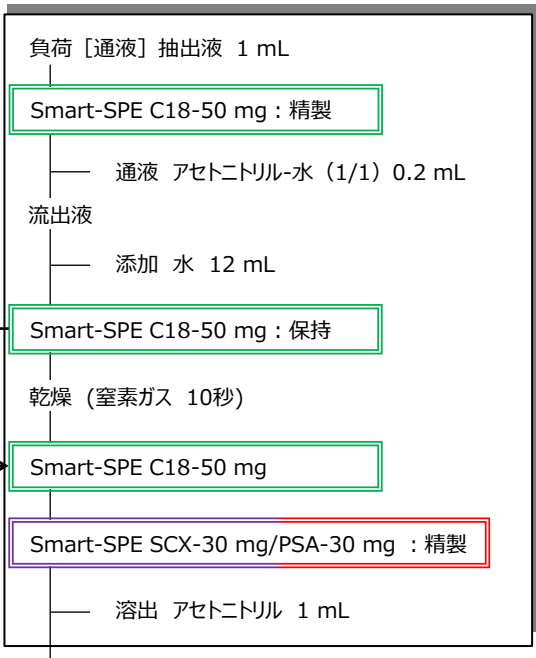
- 分析試料：ピーナッツ
- 粉砕方法：予冷式ドライアイス凍結粉砕
- 添加濃度(試料中)：各2.5 μ g/kg
- 検量線：7点 0.1~10 μ g/kg(絶対検量線)

前処理フロー

試料 50 g
 └─ 添加 アセトニトリル-水 (9/1) 200 mL
 ホモジナイズ (5 min)
 └─ 抽出液 5 mL分取
 └─ 添加 水 5 mL
 遠心分離 (3,500 rpm 5 min)

ST-L400

約15分/検体



測定条件

【測定装置】
Nexera X2及びLCMS-8045 (島津製作所製)

【LC条件】
分析カラム：Shimpack FC-ODS
(2 mmI.D. × 150 mL, 3 μ m)
移動相 A液：10 mM酢酸アンモニウム水
B液：メタノール
流速：0.2 mL/min
グラジエント：
B.Conc40%(0-2 min)→60%(10 min)→
90%(12-14 min)→40%(14.1-15 min)
分析時間：15分
注入量：10 μ L
カラム温度：40 $^{\circ}$ C

【MS条件】
イオン化モード：ESI positive
ネブライザーガス流量：2 L/min
ドラインガス流量：10 L/min
ヒーティングガス流量：10 L/min
インターフェース温度：300 $^{\circ}$ C
DL温度：250 $^{\circ}$ C
ヒートブロック温度：400 $^{\circ}$ C
測定モード：MRM



全自動固相抽出装置 ST-L400
(アイスティサイエンス)



Nexera X2及びLCMS-8045
(島津製作所)

検量線の直線性

アフラトキシン混合標準液をアセトニトリル-水(1/1)で希釈し0.1 ~ 10 µg/kgの濃度範囲で7点標準試料を調製し検量線を作成したところ、いずれの成分においても $R^2 \geq 0.9979$ と良好な直線性 (図1) が得られました。

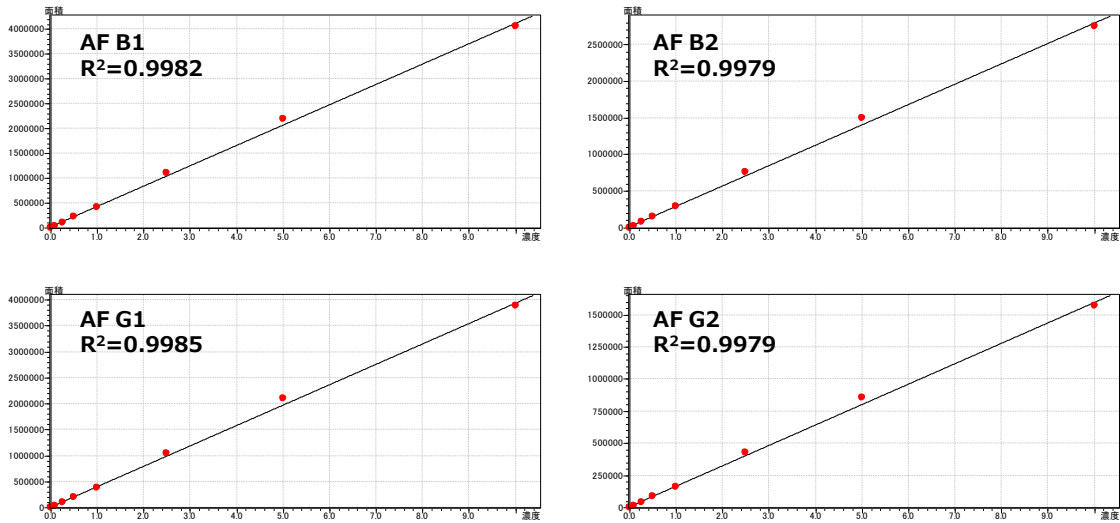


図1 各アフラトキシンの検量線 (濃度範囲 : 0.1、0.25、0.5、1、2.5、5、10 µg/kg)

結果と考察

市販のピーナッツを用いて分析した試料中2.5ng/µLとなるようにアフラトキシンの標準溶液を添加したピーナッツを用いて添加回収試験を実施しました。各成分とも回収率84-104%、RSD 4.2-8.8%と良好な結果 (表1) が得られました。本分析法を用いて市販のピーナッツ中のアフラトキシンを検査した結果、検出されませんでした。

表1 添加回収試験結果 (n=5)

	保持時間* (分)	ピーナッツ	
		回収率(%)	RSD(%)
AF B1	8.95	104	4.2
AF B2	8.01	90	4.5
AF G1	7.08	99	7.4
AF G2	6.06	84	8.8

*保持時間は弊社実測値

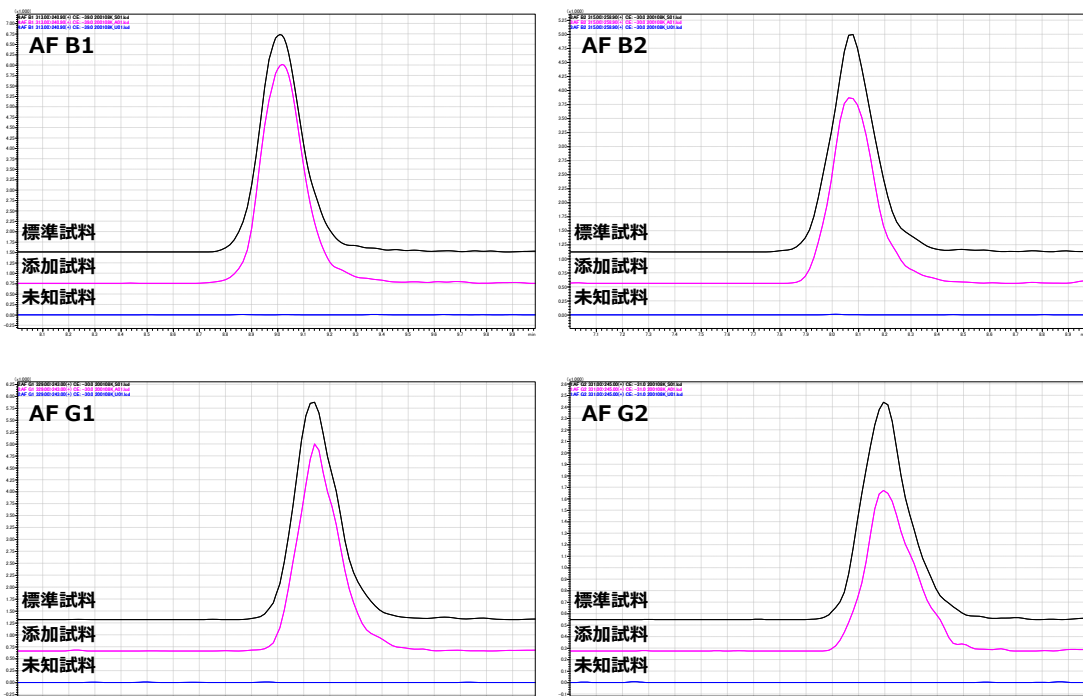


図2 ピーナッツ中各アフラトキシンのクロマトグラム (上 : 標準試料、中 : 添加試料、下 : 未知試料)