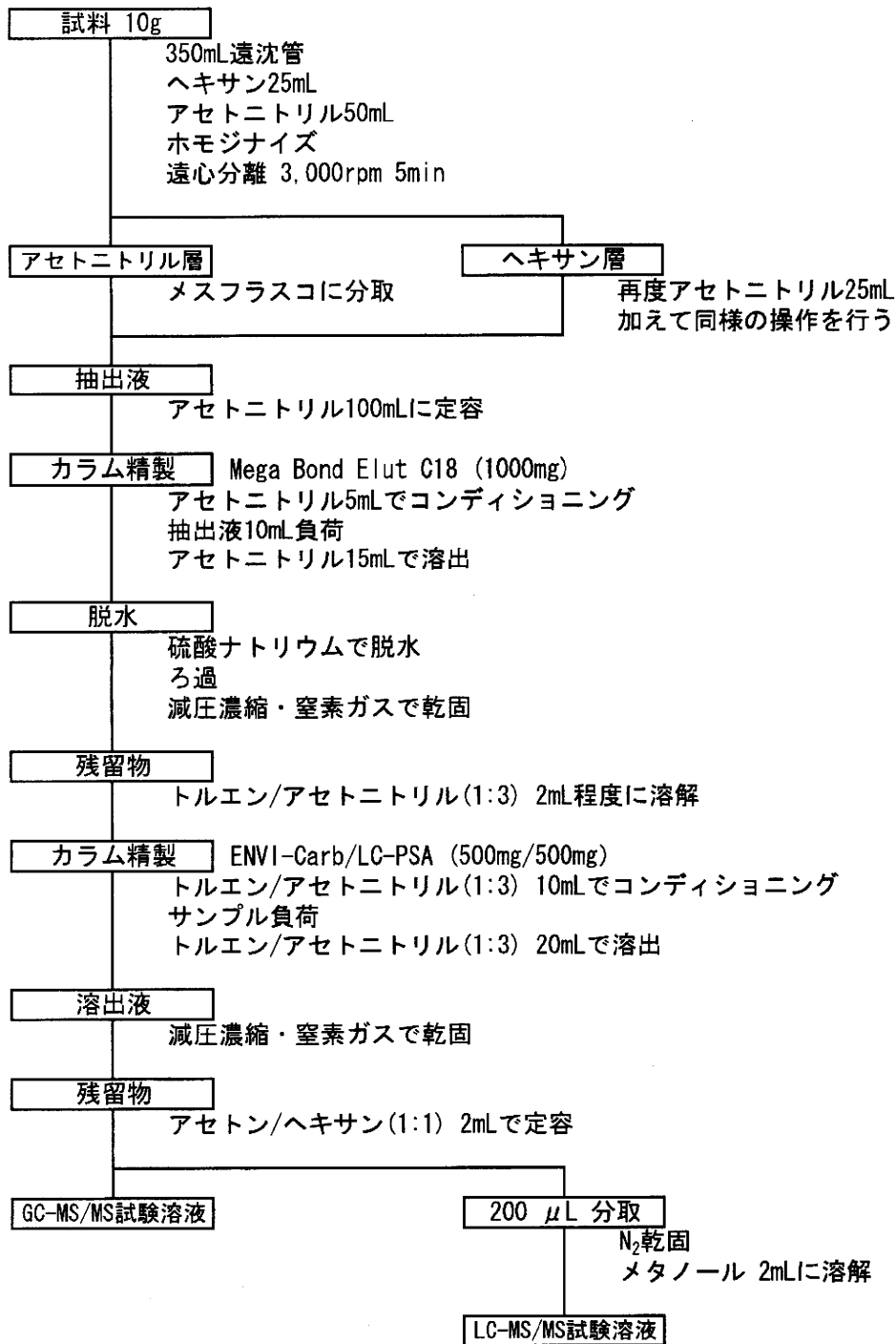
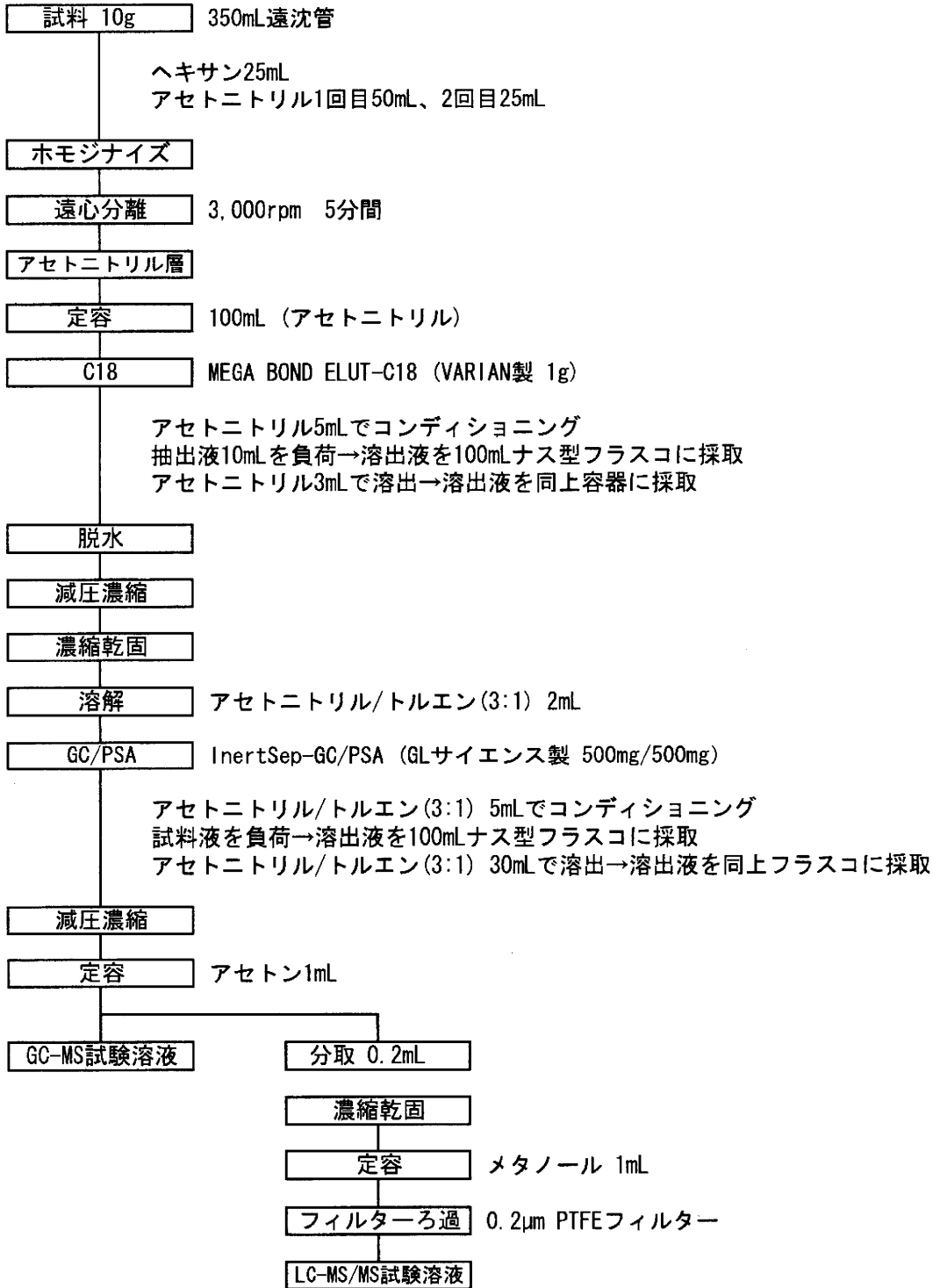


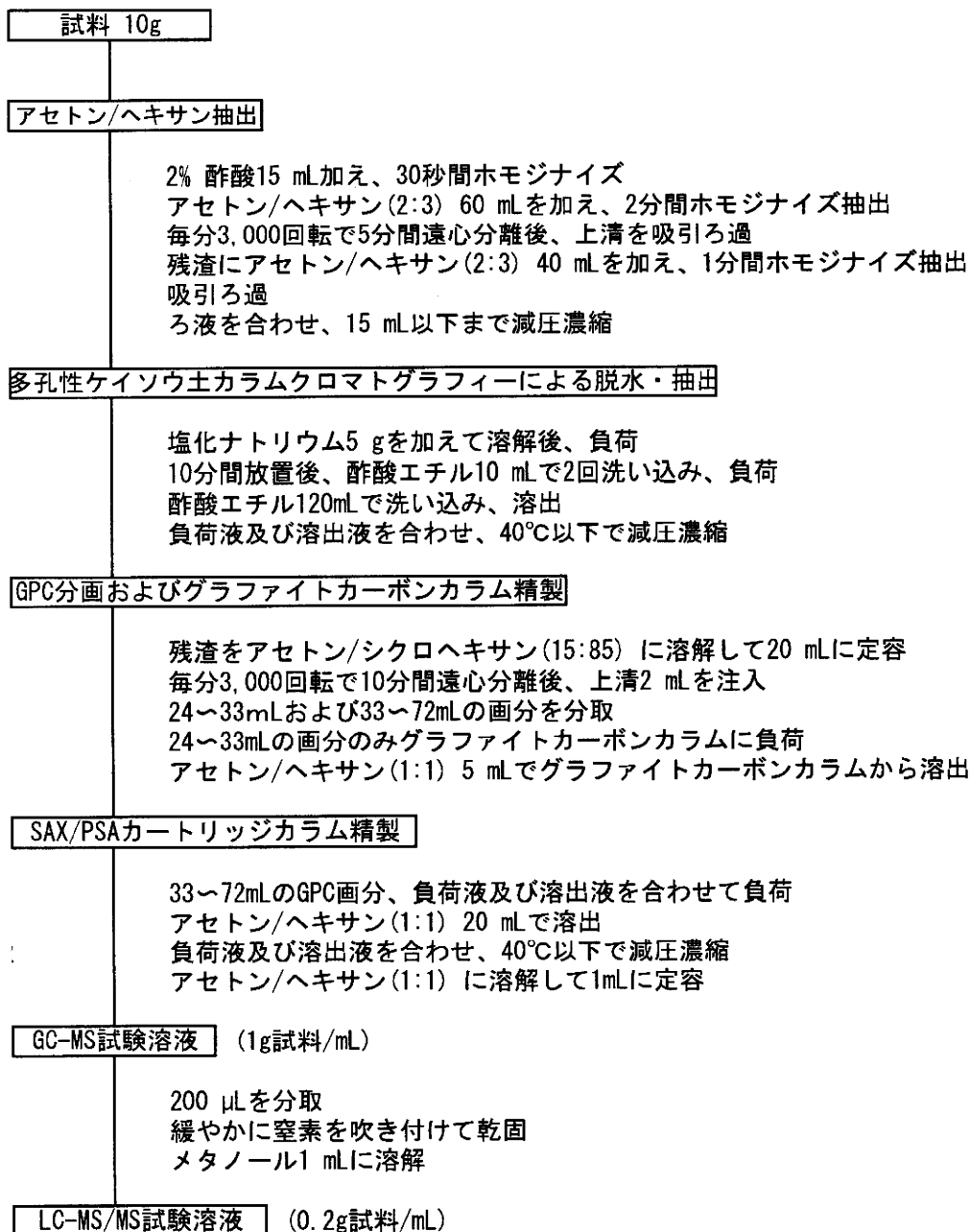
# 資料1-1 A機関 分析フロー



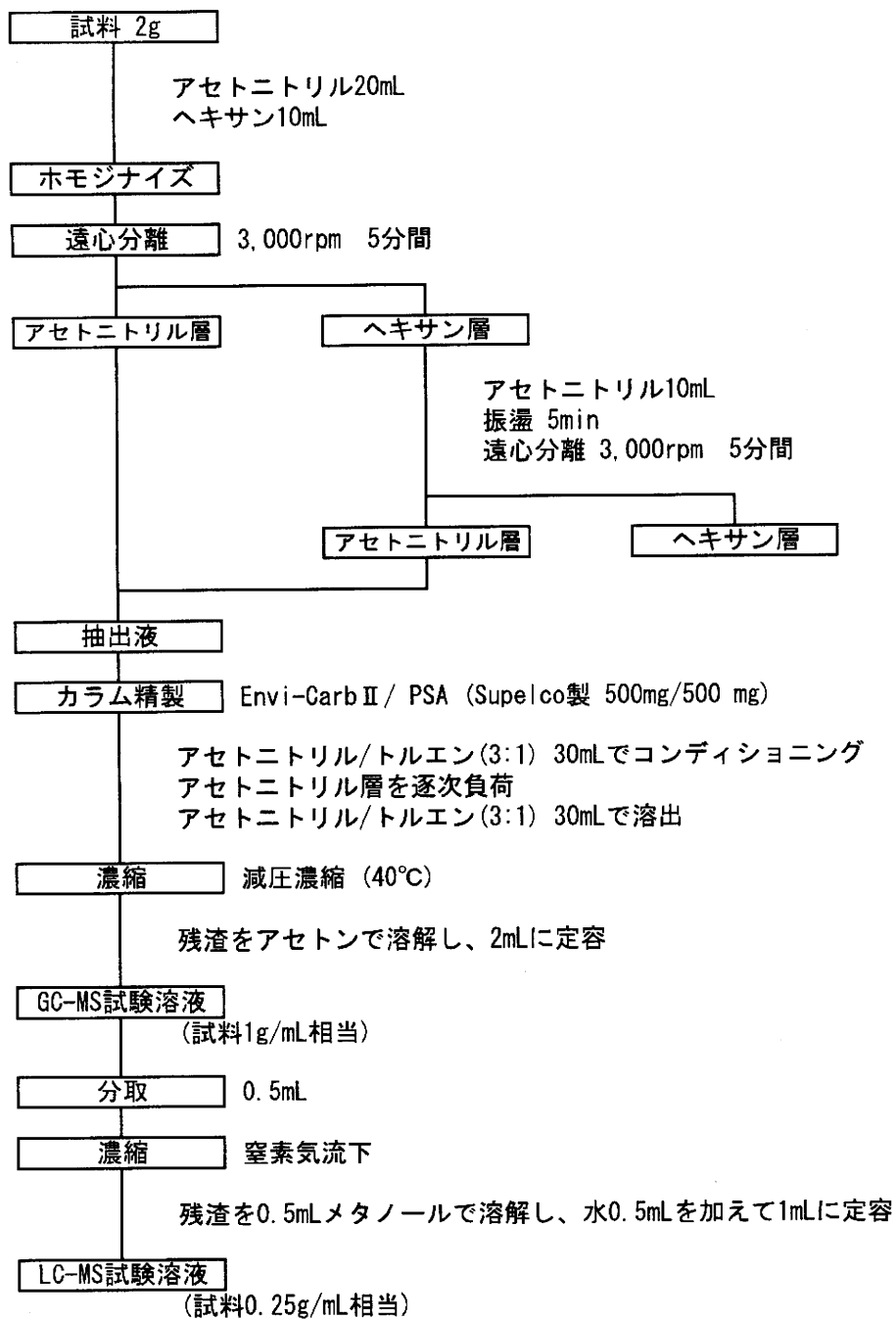
## 資料1-2 B機関 分析フロー



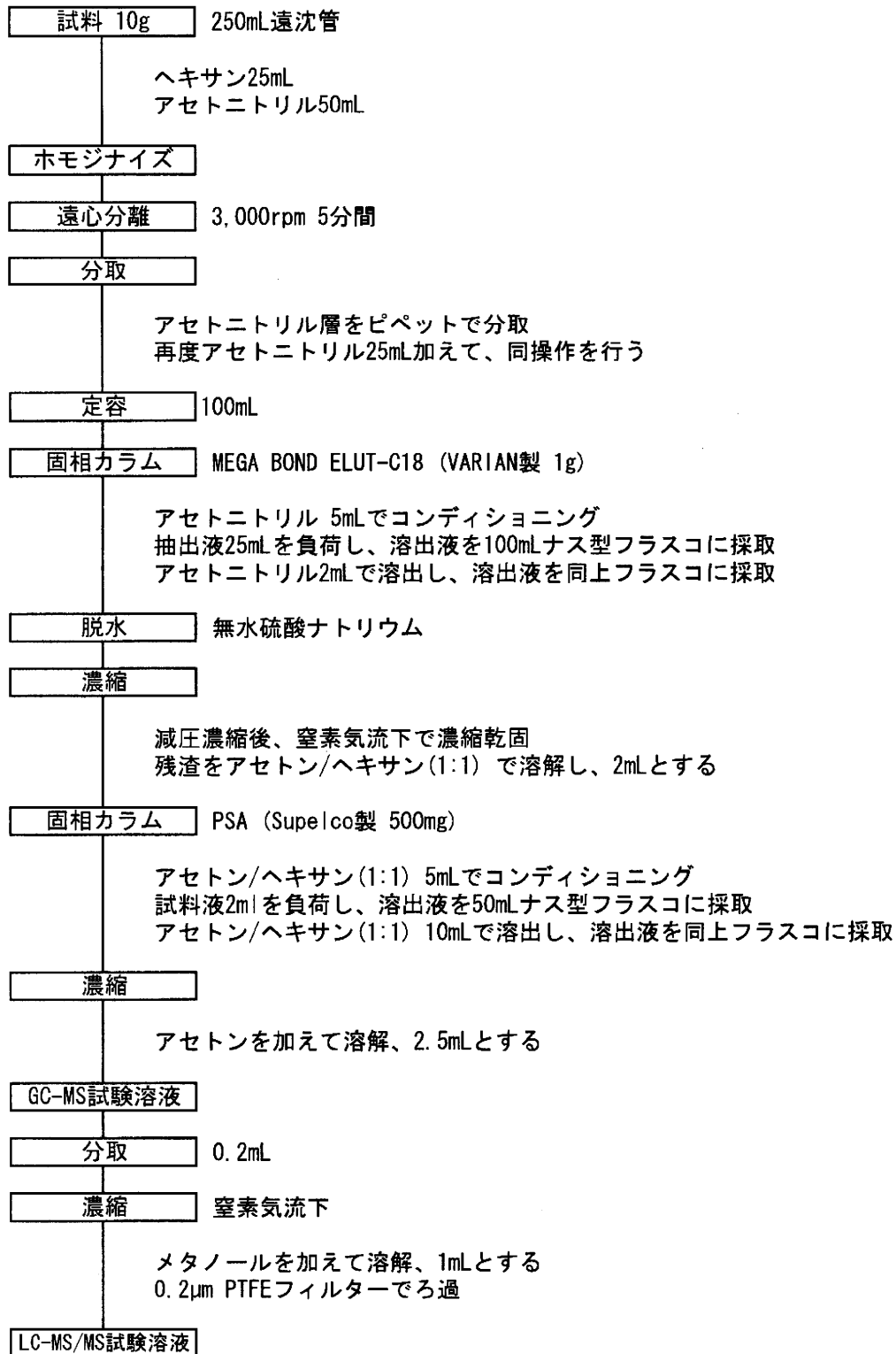
## 資料1-3 C機関 分析フロー



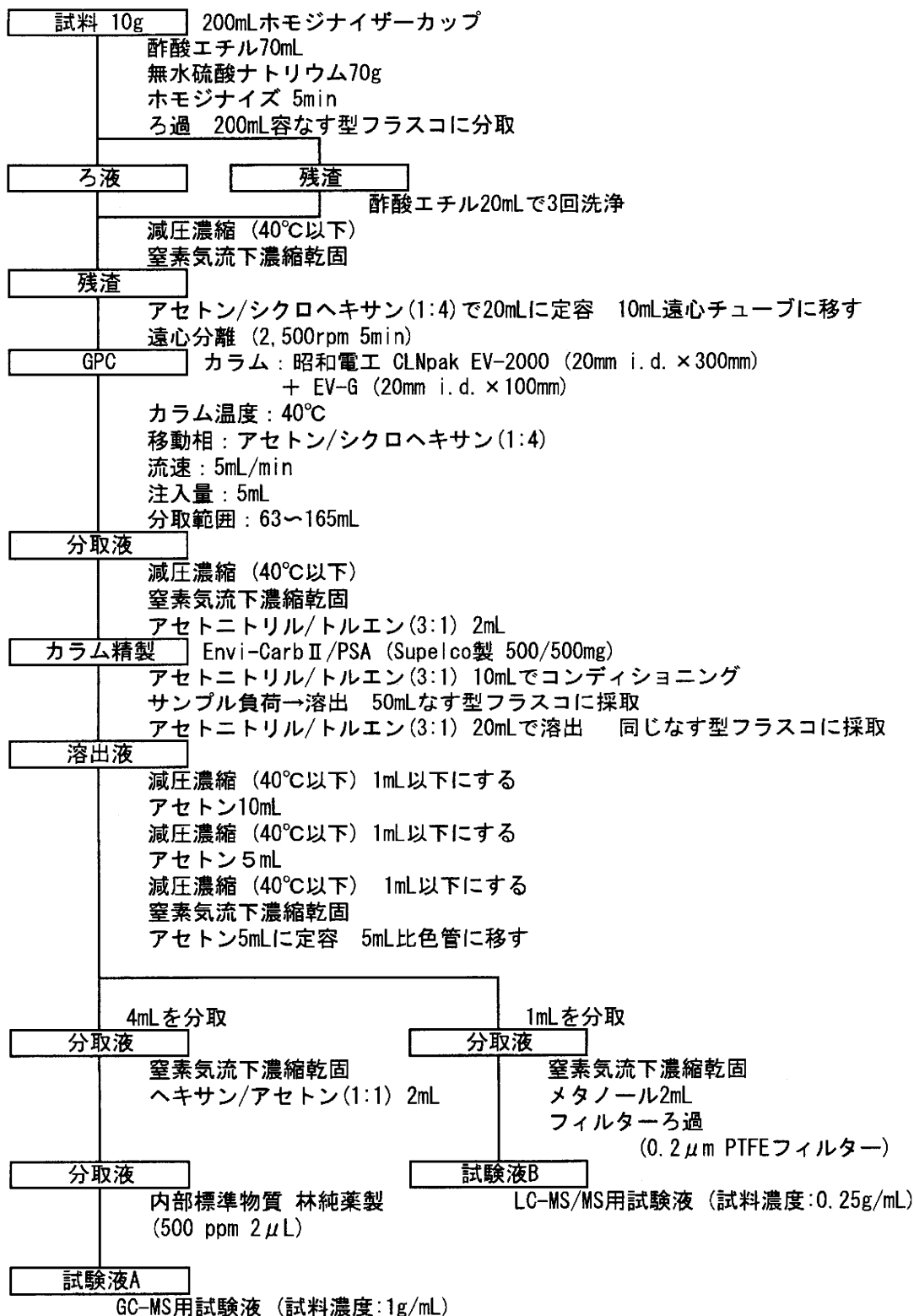
# 資料1-4 D機関 分析フロー



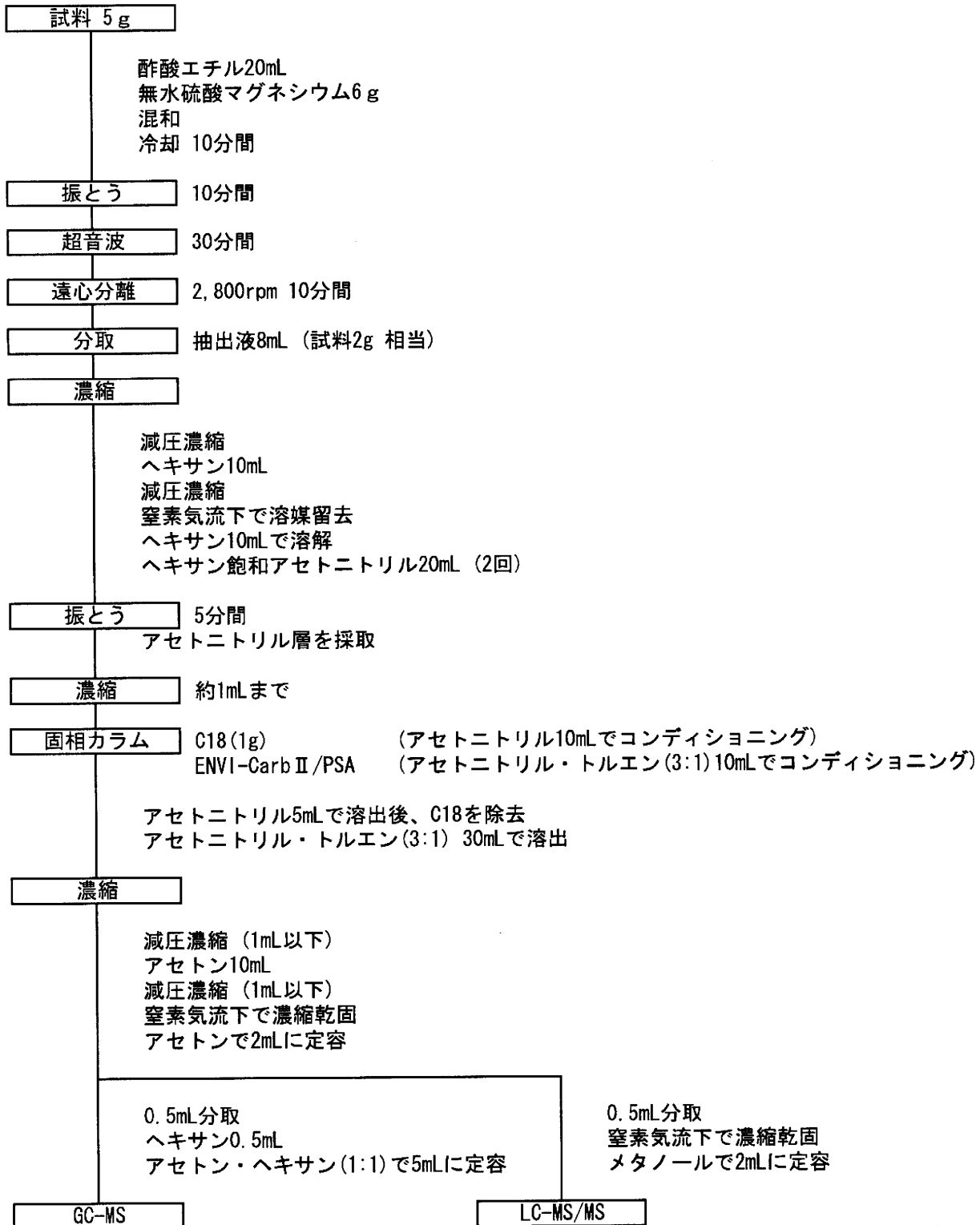
## 資料1-5 E機関 分析フロー



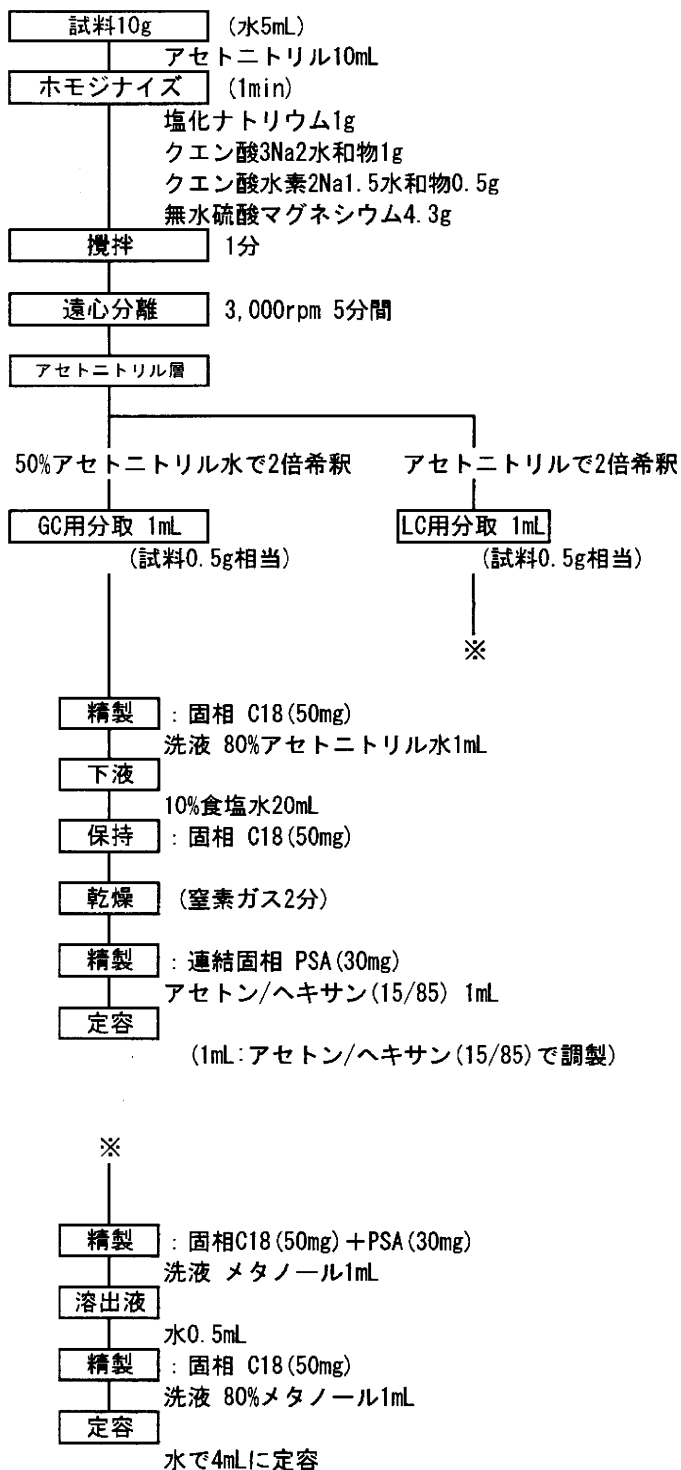
# 資料1-6 F機関 分析フロー



# 資料1-7 G機関 分析フロー



# 資料1-8 H機関 分析フロー



## 試料溶液調製

### 【前処理】

均質化した試料10gを左記の通り、水を5mL加え、さらにアセトニトリル10mL加えて、1分間ホモジナイズする。これに、塩化ナトリウム1g、クエン酸三ナトリウム二水和物1g、クエン酸水素二ナトリウム・五水和物0.5g及び無水硫酸マグネシウム4.3gを加えて直ちに1分間攪拌後3,000rpmで5分間遠心分離する。GC用として、アセトニトリル層を2mL取り、50%アセトニトリルで2倍希釈し、また、LC用として、アセトニトリル層を2mL取り、アセトニトリルで2倍希釈したものを自動前処理装置にかける。

## 自動前処理工程

### 【GC-MS試験溶液】

抽出後分取した各1mLを自動前処理装置にて、GC法は固相 C18 (50mg)に通液し、80%アセトニトリル水1mLで洗浄後、流出液に10%食塩水20mLを加え、固相 C-18 (50mg)に負荷する。これを窒素ガスで2分乾燥後、固相 PSA (30mg)を連結し、アセトン/ヘキサン (15/85) 1mLで溶出する。溶出液をアセトン/ヘキサン (15/85) 1mLに定容し、試験溶液とする。

(自動前処理装置 分析時間 1検体15分)

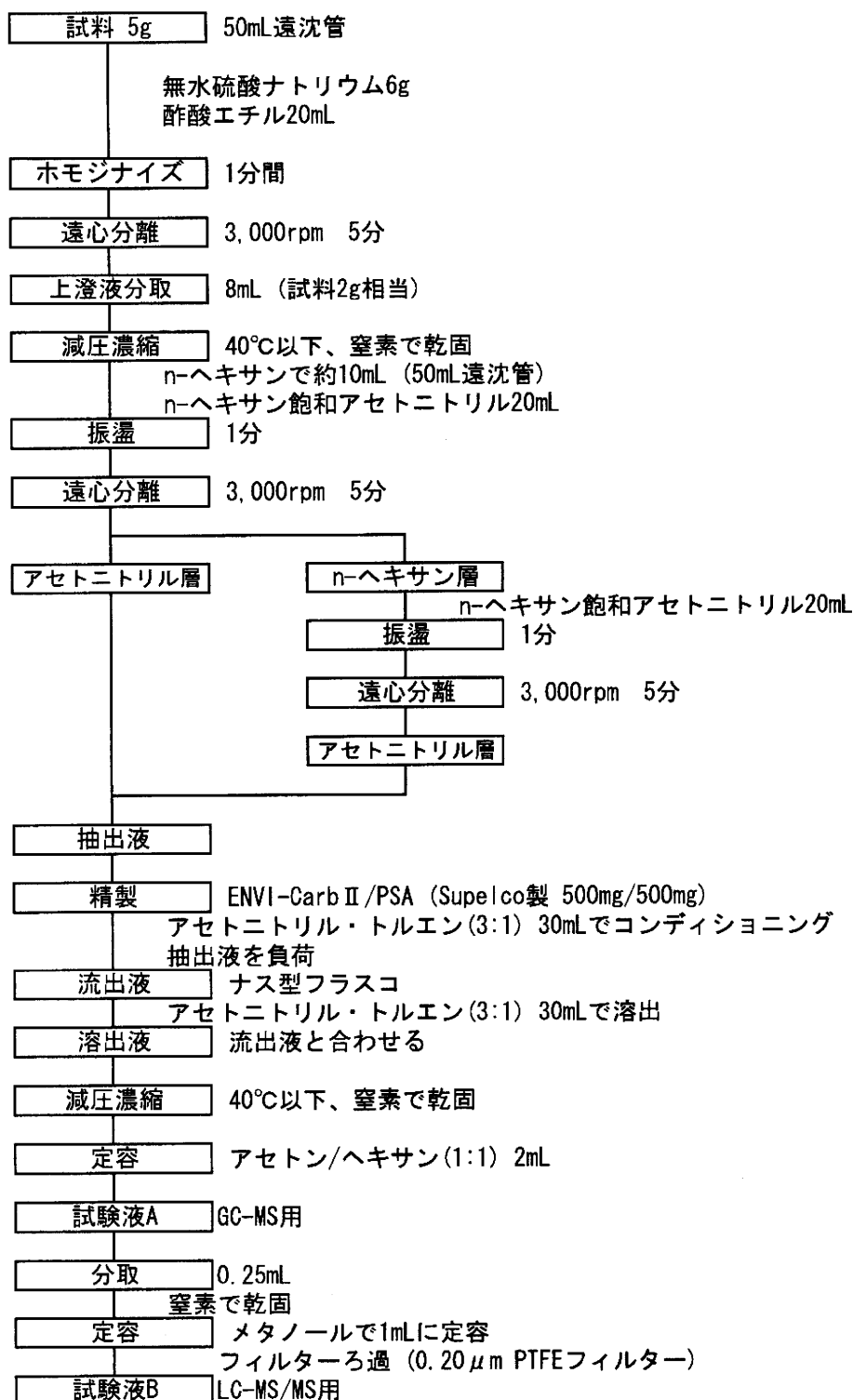
### 【LC-MS/MS試験溶液】

LC法は、C18 (50mg)とPSA (30mg)の連結固相に通液し、メタノール1mLで洗浄後、流出液に水を0.5mL加え、固相C18 (50mg)に負荷する。これを80%メタノールで洗浄後、水で4mLに定容し、試験溶液とする。

(自動前処理装置 分析時間 1検体6分)



# 資料1-9 | 機関 分析フロー



資料2 GC-MS 分析条件

| 機関名      | A   | B   | C   | D  | E  | F   | G   | H  | I   |  |
|----------|---|---|---|--|--|---|---|--|---|--|
| メーカー     | Agilent   | Shimadzu  | Shimadzu  | Shimadzu   | Agilent  | Agilent   | Agilent   | Agilent  | Agilent   |  |
| 機種       | 7890A   | GCMS-QP2010   | GCMS-QP2010   | GCMS-QP2010  | GC7890A  | 6890N   | 7890A   | 7890A  | 6890  |  |
| 使用カラム販売元 | Agilent   | Restec  | Restec  | RESTEK   | Agilent  | J&W   | Agilent   | SGE  | Agilent   |  |
| カラム名称    | DB-XLB  | Rtx-5MS   | Rxi-5SIL MS   | Rtx-5MS  | DB-5ms   | HP-5MSI   | DB-5ms  | BPX-5  | DB-5MS+DG   |  |
| カラム内径    | 0.25 mm   | 0.25 mm   | 0.25 mm   | 0.25 mm  | 0.25 mm  | 0.25 mm   | 0.25 mm   | 0.25 mm  | 0.25 mm   |  |
| カラム長さ    | 30 m  | 30 m  | 30 m  | 30 m   | 30 m   | 30 m  | 30 m  | 30 m   | 30 m  |  |
| カラム膜厚    | 0.10 μm   | 0.25 μm   | 0.25 μm   | 0.25 μm  | 0.25 μm  | 0.25 μm   | 0.25 μm   | 0.25 μm  | 0.25 μm   |  |
| キャリアーガス  | ヘリウム  | ヘリウム  | ヘリウム  | ヘリウム   | He   | ヘリウム  | ヘリウム  | ヘリウム   | ヘリウム  |  |
| 流量制御     | 定流量   | 定流量   | 定流量   | 定流量  | 定流量  | 定圧  | 定流量   | 定流量  | 定流量   |  |
| 流量/圧力    | 1.1 mL/10.6psi (初期)   | 1.69 mL/min   | 1.1 mL/min  | 1.47 mL/min  | 1.0 mL/min   | 16.75 psi   | 1 mL/min  | 1.2 mL/min   | 1.0 mL/min  |  |
| 注入方式     | スプリットレス   | スプリットレス   | スプリットレス   | スプリットレス  | Pulsed splitless   | スプリットレス   | PTV   | PTV  | スプリットレス   |  |
| 試料注入量    | 2 μL  | 1 μL  | 2 μL  | 1 μL   | 2 μL   | 2 μL  | 25 μL   | 25 μL  | 2 μL  |  |
| 注入口温度    | 250 °C  | 280 °C  | 250 °C  | 250 °C   | 250 °C   | 250 °C  | 70~280 °C ※   | 70~290 °C  | 250 °C  |  |
| 昇温条件     | 80°C (1min) → 20°C /min → 140°C (0min) → 8°C/min → 300°C (5min) | 50°C (1min) → 25°C /min → 125°C (0min) → 10°C/min → 300°C (10min) | 60°C (1min) → 25°C /min → 160°C → 4°C /min → 240°C → 10°C/min → 290°C (11min) | 50°C (1min) → 25°C /min → 125°C → 10°C /min → 300°C (5min) | 50°C (1min) → 25°C /min → 125°C → 10°C /min → 300°C (5min) (Total 26.5min) | 70°C (2min) → [25°C/min] → 150°C → [3°C/min] → 200°C → [8°C/min] → 280°C (10min) → [20°C/min] → 300°C | 70°C (4min) → 25°C /min → 125°C → 5°C /min → 300°C (9min) | 70~280 °C ※<br>70°C (4min) → 25°C /min → 125°C → 5°C /min → 300°C (9min) | 60°C (4min) → 20°C /min → 160°C (0min) → 5°C /min → 220°C (0min) → 3°C /min → 235°C (0min) → 7°C /min → 310°C (8.29min) | 50°C (1min) → (25°C/min) → 125°C (0min) → (10°C/min) → 300°C (10min) |

※70°C (0.3min) → 120°C/min → 240°C → 50°C/min → 280°C (42min)

MS, MS/MS

| 機関名        | A       | B           | C           | D           | E       | F       | G              | H                 | I            |
|------------|---------|-------------|-------------|-------------|---------|---------|----------------|-------------------|--------------|
| メーカー       | Agilent | Shimadzu    | Shimadzu    | Shimadzu    | Agilent | Agilent | Waters         | JEOL              | JEOL         |
| 機種         | 7000A   | GCMS-QP2010 | GCMS-QP2010 | GCMS-QP2010 | 7000B   | MS5975  | QuattroMicroGC | Jms-01000GC Mk II | Automass Sun |
| インターフェイス温度 | 290 °C  | 280 °C      | 300 °C      | 250 °C      | 280 °C  | 280 °C  | 250 °C         | 290 °C            | 250 °C       |
| イオン源温度     | 260 °C  | 200 °C      | 200 °C      | 200 °C      | 280 °C  | 230 °C  | 250 °C         | 260 °C            | 230 °C       |
| 測定方式       | MRM     | SIM         | SIM         | SIM         | MRM     | SIM     | MRM            | SCAN              | SIM          |

資料3 LC-MS/MS 分析条件

| 機関名       | A                                      | B                              | C                                 | D                           | E  | F  | G  | H                                | I  |
|-----------|--|--------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------|--|--|--|----------------------------------|--|
| メーカー      | Shimadzu                               | Waters                         | Shimadzu                          | Waters                      | Agilent                                  | Shimadzu                                     | Shimadzu   | Waters                           | Waters                                   |
| 機種        | Prominence20A                          | Acquity UPLC                   | Prominence                        | Acquity UPLC                | 1200 series                              | Prominence                                   | Prominence   | Alliance2795                     | Acquity UPLC                             |
| 使用カラム販売元  | Waters                                 | Waters                         | Shiseido                          | Waters                      | Imtakt                                   | Waters                                       | Waters   | Waters                           | Waters                                   |
| カラム名称     | Atlantis dC18                          | Xterra MS C18                  | Capcell Pak C18 AG                | ACQUITY BEH C18             | Cadenza CD-C18                           | Xbridge ODS                                  | Xbridge ODS  | Atlantis T3                      | ACQUITY BEH C18                          |
| カラム粒子径    | 3 μm                                   | 3.5 μm                         | 3 μm                              | 1.7 μm                      | 3 μm                                     | 3.5 μm                                       | 3.5 μm   | 3 μm                             | 1.7 μm                                   |
| カラム内径     | 2.1 mm                                 | 2.1 mm                         | 2 mm                              | 2.1 mm                      | 2 mm                                     | 2.1 mm                                       | 2.1 mm   | 2 mm                             | 2.1 mm                                   |
| カラム長さ     | 150 mm                                 | 150 mm                         | 150 mm                            | 100 mm                      | 100 mm                                   | 150 mm                                       | 150 mm   | 150 mm                           | 100 mm                                   |
| 移動相       | A: 0.05% ギ酸含有10mM 酢酸アンモニウム<br>B: メタノール | A: 5mM 酢酸アンモニウム水溶液<br>B: メタノール | A: 10mM 酢酸アンモニウム水溶液<br>B: アセトニトリル | A: 0.1% ギ酸水溶液<br>B: アセトニトリル | A: 5mM 酢酸アンモニウム水溶液<br>B: 5mM 酢酸アンモニウム水溶液 | A: 5mM 酢酸アンモニウム含有水<br>B: 5mM 酢酸アンモニウム含有メタノール | A: 5mM 酢酸アンモニウム水 : メタノール=95:5<br>B: 5mM 酢酸アンモニウム水 : メタノール=5:95 | A: 0.5mM 酢酸アンモニウム水溶液<br>B: メタノール | A: 5mM 酢酸アンモニウム水溶液<br>B: 5mM 酢酸アンモニウム水溶液 |
| 流速        | 0.2 mL/min                             | 0.2 mL/min                     | 0.2 mL/min                        | 0.2 mL/min                  | 0.2 mL/min                               | 0.2 mL/min                                   | 0.2 mL/min   | 0.2 mL/min                       | 0.2 mL/min                               |
| インジェクション量 | 5 μl                                   | 5 μL                           | 3 μL                              | 5 μL                        | 5 μL                                     | 5 μL   | 5 μL   | 5 μL                             | 5 μL                                     |
| カラムオーブン温度 | 40 °C                                  | 40 °C                          | 40 °C                             | 40 °C                       | 40 °C                                    | 40 °C  | 40 °C  | 40 °C                            | 40 °C                                    |

MS

| 機関名       | A                | B                  | C               | D               | E        | F           | G        | H                 | I                  |
|-----------|------------------|--------------------|-----------------|-----------------|----------|-------------|----------|-------------------|--------------------|
| メーカー      | AB SCIEX         | Waters             | AB SCIEX        | Waters          | Agilent  | AB SCIEX    | AB SCIEX | Waters            | Waters             |
| 機種        | Triple Quad 5500 | Quattro Premier XE | API 4000        | Quattro Premier | 6430     | 4000 Q TRAP | API 4000 | Quattro Ultima PT | Quattro Premier XE |
| イオン化モード   | Positive         | Positive           | Turbo Spray (+) | ESI (+)         | Positive | Positive    | Positive | Positive          | Positive           |
| イオンスプレイ電圧 | 5000 V           | 1000 V             | 5500 V          | 1000 V          | 3500 V   | 5500 V      | 5500 V   | 3000 V            | 3200 V             |
| イオン源温度    | 600 °C           | 120 °C             | 600 °C ※        | 120 °C          | 300 °C   | 450 °C      | 400 °C   | 120 °C            | 120 °C             |

(※ターボガス温度)

厚生労働科学研究費補助金（食品の安心・安全確保推進研究事業）

「検査機関の信頼性確保に関する研究」

平成 22 年度 分担研究報告書

食品中に含まれる残留有害物質のうち低い安全性基準値の検査方法の検討と  
精度管理体制の構築に関する研究

分担研究者 齊藤 貢一

検査機関の信頼性確保に関する研究

分担研究報告書

食品中に含まれる残留有害物質のうち低い安全性基準値の検査方法の検討と精度管理体制の構築に関する研究

|       |       |                 |
|-------|-------|-----------------|
| 主任研究者 | 小島 幸一 | (財)食品薬品安全センター   |
| 分担研究者 | 斉藤 貢一 | 星薬科大学 薬品分析化学教室  |
| 協力研究者 | 細江 智夫 | 星薬科大学 薬化学教室     |
|       | 石井 里枝 | 埼玉県衛生研究所 水・食品担当 |
|       | 加藤美穂子 | (株)フロンティア研究所    |
|       | 岩崎 雄介 | 星薬科大学 薬品分析化学教室  |
|       | 中澤 裕之 | 星薬科大学 薬品分析化学教室  |

研究要旨

食品汚染カビ毒(マイコトキシン)の一種であるシクロピアゾン酸(CPA)について、1)精度管理のための“標準マテリアル(液状調味料)”の作製、2)内部・外部精度管理へのトライアル、3)農産物(ピーナッツ、乾燥とうもろこし)中 CPA 定量分析法の構築、を実施した。

その結果、作製した標準マテリアルは、併行精度および室内再現精度共に良好な結果が得られた。室間再現精度については、低濃度試料において標準偏差はやや大きい値を示したが、高濃度試料では5%未満と良好な結果が得られた。

また、ピーナッツおよび乾燥とうもろこし中 CPA 定量分析法の検討を行い、迅速な前処理を目指して抽出方法に高速溶媒抽出法(ASE)を採用した。測定機器には液状食品分析と同様に、汎用性の高い紫外外部吸収検出器付高速液体クロマトグラフィー(LC/UV)を使用し、食品分析法として定量精度の高い分析法が構築でき、添加回収試験ではピーナッツおよびコーン共に80%程度と良好な結果が得られた。実試料として中国および米国からの輸入品の分析を行ったところ、CPA は検出されなかった。

A. 研究目的

近年、食品中に残留する微量有害化学物質の分析は、分析機器の進歩などにより、高感度な分析が行えるようになった。しかし、分析技術が未熟であった時代に基準値が作成された微量有害化学物質は、実際の検査機関の現場で検出されても、基準値が設定された当時の(測定感度の低い)公定法では、“検出下限値以下”と判定されるものが少なくない。その代表的な微量有害化学物質として、アフラトキシンやパツリン、ペニシリン酸

などマイコトキシンが挙げられる。シクロピアゾン酸(CPA)は、*Aspergillus* 属や *Penicillium* 属の菌が産生するマイコトキシンの一種で、肉、ピーナッツ、卵および飼料中などから検出されている。CPA は動物実験において体重減少、下痢および痙攣などの急性毒性を発現する有害な物質である。生理活性としては、ラット肝臓 GOT、GPT および  $\gamma$ -GTP 活性の増加をもたらし、またラット骨格筋の筋小胞体  $Ca^{2+}$ -ATPase を特異的に阻害し、これに共役する  $Ca^{2+}$  の能動輸送を抑制する作用を有

している。中毒事例としては、これまでに七面鳥、ウズラ、犬など家畜や動物が数例報告されているが、ヒトにおいても中毒の疑いがある事例が報告されている。

更に、CPA による食品汚染に関しては、毒性が高いアフラトキシンとの同時汚染が起きていることも報告されている。また近年、CPA がムレ肉発生原因の一つであるという報告や、伝統的な醸造食品や白チーズの製造に使用されてきた菌に CPA 産生能があること、また CPA が鶏肉・鶏卵やヒツジ乳汁に移行・蓄積することも報告されている。そのため、CPA 摂取による健康被害が懸念される。

従来、アフラトキシンを始めとして、マイコトキシンの分析法は数多く報告されているが、CPA の分析報告は未だ少ない。昨年度の研究では、実際に CPA 産生が疑われた我が国古来の伝統的発酵食品の一つである液状調味料(めんつゆ)を試料として、*Penicillium* 属のカビを接種・培養して、その培養上清や菌体からの検出・同定を行った。その際、汎用性の高い紫外外部吸収検出器付高速液体クロマトグラフィー(LC/UV)を用い、定量精度の高い前処理操作を検討することで、信頼性の高い食品中 CPA の分析法を構築した。

そこで本年度は、CPA 汚染食品の標準マテリアル作製に着手し、内部・外部精度管理へのトライアルを行って、構築した CPA 分析法および作製した“CPA 汚染標準マテリアル”の妥当性評価を試みた。

また、液状調味料以外の食品として、農産物の中でも特にアフラトキシン汚染などマイコトキシンが発生し易い食品として、ピーナッツと乾燥とうもろこしを選択して、簡便・迅速な CPA 定量分析法を検討した。

## B. 研究方法

### (1) 標準マテリアル作製および精度管理

CPA 産生菌には *Penicillium commune* を選択し、菌株については、かずさ DNA 研究所から入手したものの(NRBC5363、6327、7224、7746)および実際に液状調味料から分離した菌株(K-18)を用

いた。これらの菌株を市販の液状調味料(めんつゆ)に接種し、4℃にて 4 ヶ月間静置培養した後、自然ろ過(ろ紙、No.2、アドバンテック社製)によって菌体と培養ろ液に分離し、ろ液を試料とした。この試料中の CPA 濃度を確認した上で、CPA 標準品を添加して試料中の濃度調整(低濃度、高濃度の 2 種類)を行った。

内部・外部精度管理： 作製した標準マテリアルを用いて、併行精度、室内再現精度および室間再現精度を検討した。なお、室間再現性試験には 3 機関が参加した。

### (2) CPA 測定

LC 装置には、日立社製 655A-12 (HITACHI L-500 LC Controller 付き)を、検出器には島津製作所製 SPD-6AV を用い、測定波長は 220nm とした。LC カラムには、DIONEX 社製 Acclaim® Mixed-Mode WAX-1 (4.6 mm i.d. × 150 mm、5 μm)を用い、移動相にはアセトニトリル:25mM リン酸緩衝液(pH6.0) = (7:3)を用いた。カラム温度は 40℃、移動相流速は 1 mL/min とし、試料注入量は 20 μL とした。

### (3) 試料溶液の調製

精度管理実験のための標準マテリアル(液状調味料(めんつゆ))の試料調製法については、昨年度に構築した方法に準拠した。概略をフローチャートとして図1に示した。すなわち、液状調味料からの抽出には有機溶媒(酢酸エチル)による液液抽出を行い、クリーンアップとして固相抽出(Waters Oasis HLB)を行った。

ピーナッツおよび乾燥とうもろこしの試料調製操作手順としては、抽出に高速溶媒抽出法(ASE)を採用し、装置には DIONEX 社製 ASE-300 を用いた。ASE 用の抽出セル(33 mL 容)の底部に円筒ろ紙を挿入し、珪藻土約 1g を積層した後、粉碎した試料 2.5 g に珪藻土 3.0 g を加えて混和したものを充填した。さらに、珪藻土を抽出セルの入り口部分まで満たし、ASE-300 に設置した。ASE 操作条件は、抽出溶媒 50%メタノール、抽出温度 25℃(室温)、抽出サイクル 1 回とした。得られた抽出液に精製水を加えて全量 50 mL とした。試料抽出液

の一定量(10mL)を減圧下で乾固し、1%メタノール 1 mL で再溶解したものを Waters 社製 Oasis® HLB カートリッジ(30 mg, 1 cc)に負荷し、カートリッジを精製水 3 mL で洗浄後、メタノール 3mL で溶出した。この溶出液を減圧下で乾固した後、メタノールで 1 mL に定容し、試験溶液とした。

#### C. D. 研究結果および考察

##### (1) 内部・外部精度管理

標準マテリアル作製に関して、新鮮な市販品(液状調味料:めんつゆ)と、すでに菌に汚染されたもののマトリックスの違いについて検討したところ、菌に汚染されたものでは液性が変動すること、更に夾雑物がより増加することが LC/UV 測定により分かった。そこで、実際に CPA 産生菌に汚染された状態に近づけるため、予め、市販のめんつゆに *Penicillium commune* を接種・培養し、この試料中の CPA 濃度を確認した上で、CPA 標準品を添加して試料中の濃度調整(低濃度、高濃度の 2種類)を行った。昨年度の研究結果から、各菌株の CPA 産生能については把握してあったが、媒体としてのめんつゆの成分や、培養温度など環境条件によって CPA 産生能が異なることが考えられた。実際に昨年度の研究において CPA 産生能が認められた菌体について、再度、めんつゆで培養(4℃)したところ、ほとんど検出されないものもあった。そこで、今回の標準マテリアル作製に関しては、CPA 濃度のコントロールしやすさを考慮して、菌自体は増殖したものの CPA 産生が認められなかったものを試料として用いることにした。なお、CPA 添加濃度は検量線範囲内で測定できる低濃度と高濃度を設定した。

内部・外部精度管理としては、作製した標準マテリアルを用いて、併行精度、室内再現精度および室間再現精度を検討した。その結果、併行精度については、低濃度試料と高濃度試料のいずれにおいても標準偏差が5%以内、また、室内再現精度においては低濃度試料と高濃度試料の標準偏差が共に 10%以内と、良好な結果が得られた(表1)。他方、室間再現精度は低濃度試料にお

いてやや高めを示したが、高濃度試料では5%未満と良好な結果が得られた。今回の室間再現精度試験においては、参加機関数が3機関と少なく、1機関の結果が大きく外れたため、全体の標準偏差も大きく偏ってしまったと推察された(図2)。しかし、各試験機関の検量線はいずれも 0.1~10  $\mu\text{g/mL}$  の間で相関係数( $r$ )=0.999 以上の良好な直線性を得ることができたこと(図3)、また高濃度試料において標準偏差は満足すべき値が得られたことから、構築した CPA 分析法および作製した標準マテリアルも共に十分な実用性があるものと判断した。今後は外部精度管理として更に参加機関を増やして、よりその評価を確実にしていく予定である。

##### (2) 農産物からの CPA 分析法の検討

農産物(ピーナッツ、乾燥とうもろこし)中 CPA 定量分析法の構築に関して特に抽出方法について検討した。従来から行われているメタノールによるホモジナイズ抽出では煩雑であることから、本分析では迅速な前処理を目指して抽出方法に ASE を採用した。本法は自動化が可能なことも利点であった。比較のために、マニュアル操作(振とう、ホモジナイズ、超音波処理など)で抽出した後、珪藻土と混和して吸引ろ過する方法も検討したが、ASE に比べて回収率は低めとなった。なお、CPA の測定機器には、液状食品分析と同様に、汎用性の高い LC/UV を使用した。

ASE 操作条件の最適化を行うために、抽出溶媒の種類および濃度、温度、抽出サイクル等の違いによる回収率を比較検討した。抽出溶媒としてアセトニトリル、酢酸エチルおよびメタノールを検討したところ、メタノールでの回収率が最も優れていた。そこで、抽出にメタノールを用い、その至適濃度を検討したところ、50%メタノールにおいて良好な回収率が得られた(図4)。抽出温度として 25℃(室温)、40℃、100℃を検討したところ、25℃(室温)において良好な回収率が得られ、夾雑物由来のピークが減少した LC/UV クロマトグラムが得られたことから、抽出温度は 25℃(室温)とした。また、抽出サイクル数を検討したところ、2 サイクル

目以降の抽出液から CPA の溶出は確認できなかったことから、1 回の抽出操作で十分であることが分かった。

検討した分析法を用いて添加回収試験を行ったところ、ピーナッツおよび乾燥トウモロコシの両試料とも、CPA 溶出付近には妨害ピークのない良好なクロマトグラムが得られ(図 5)、回収率は両試料とも約 80%、相対標準偏差6%未満と、良好な結果が得られた(表 2)。

また、実試料として輸入品のピーナッツ、乾燥トウモロコシおよびピスタチオの分析を行ったところ、いずれの試料からも CPA は検出されなかった(表 3)。

今回の研究では、トライアルのため実施試料数が少なかったが、今後、食品試料数や対象物を

増やすことで、CPA 汚染の実態調査に貢献できるものと思われる。また、本法を CPA 汚染が危惧される食品に適用することで安全性評価を行うことが可能と考えられ、今後、実用的な分析法としての活用が期待される。

#### F. 健康危険情報

なし

#### G. 研究発表(論文発表および学会発表)

なし

#### H. 知的所有権の取得状況

- |           |    |
|-----------|----|
| 1. 特許取得   | なし |
| 2. 実用新案登録 | なし |
| 3. その他    | なし |



表1. 併行精度, 室内再現精度および室間再現精度

| CPA調製濃度            | 併行精度<br>RSD (%) | 室内再現精度*<br>RSD <sub>r</sub> (%) | 室間再現精度**<br>RSD <sub>R</sub> (%) |
|--------------------|-----------------|---------------------------------|----------------------------------|
| 低濃度<br>(0.2 µg/mL) | 5.3%            | 10.1%                           | 37.1%                            |
| 高濃度<br>(2 µg/mL)   | 3.2%            | 9.4%                            | 4.4%                             |

\*: n = 5

\*\* : n = 3

表2 添加回収試験

|        | Spiked amount<br>(µg/g) | Recovery<br>(%) | RSD<br>(%) |
|--------|-------------------------|-----------------|------------|
| Peanut | 10                      | 88.1            | 1.3        |
| Corn   | 10                      | 76.7            | 5.9        |

(n = 3)

表3. 輸入農産物中のCPA含有量

| 試料       | 産地<br>(輸出国) | 濃度<br>(µg/g) |
|----------|-------------|--------------|
| ピーナッツ 1  | 中国          | N.D.         |
| ピーナッツ 2  | 中国          | N.D.         |
| ピーナッツ 3  | 中国          | N.D.         |
| 乾燥とうもろこし | 米国          | N.D.         |
| ピスタチオ    | 米国          | N.D.         |

ND: 0.04 µg/g

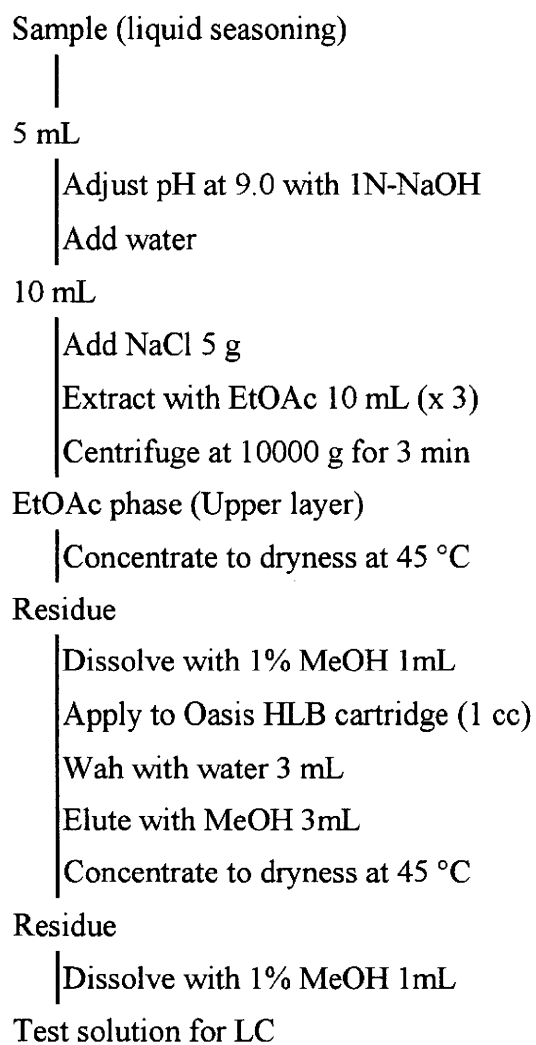


図1 液状調味料の前処理フローチャート

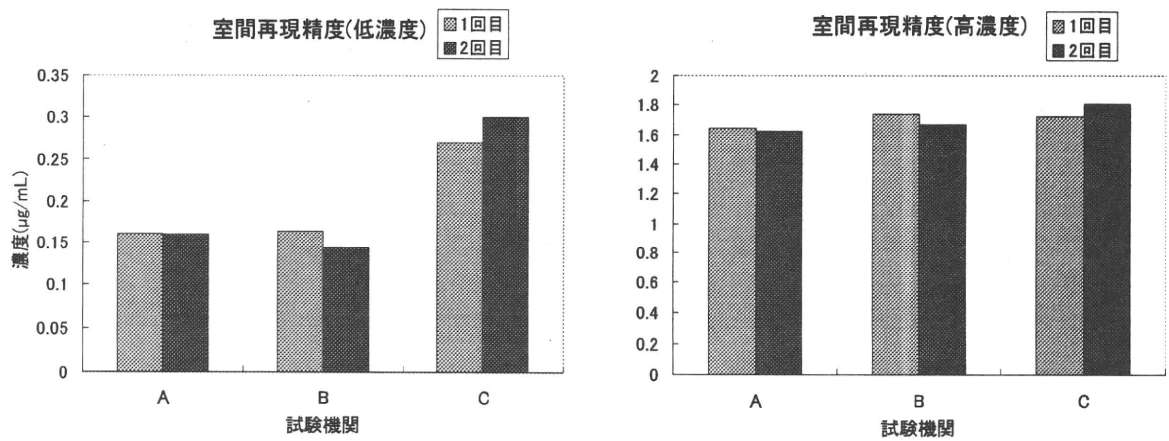


図 2. 室間再現精度(低濃度および高濃度)の試験機関間の比較

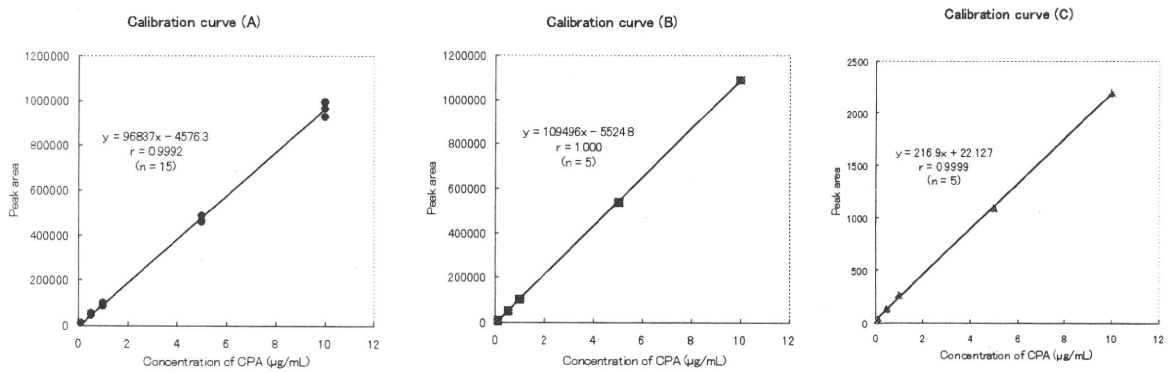


図 3. 試験機関間の検量線の比較

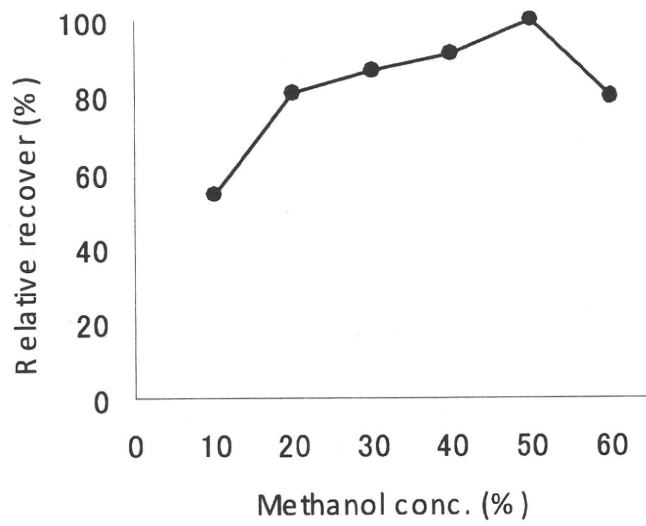


図4. ASE における抽出溶媒(メタノール濃度)の検討

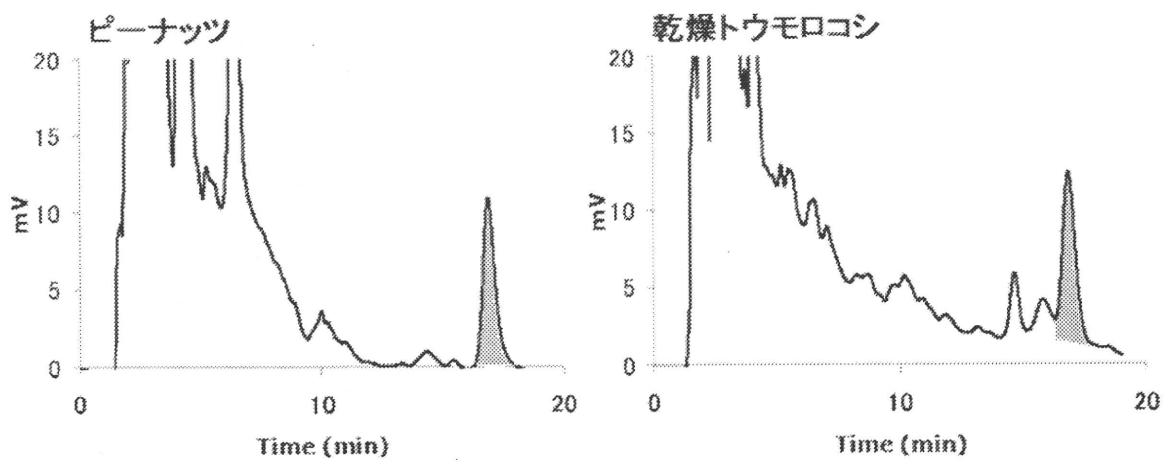


図5. 添加回収試料のクロマトグラム