

パツリンの分析法について

1. バリデーショナルされたもの

出典方法	採取試料	抽出	精製	分析法	検出限界
Official French method NF V76-116 Nov.1985	リンゴジュース、 濃縮リンゴジュース、 サイダー	酢酸エチル	シリカゲル (順相固相カラム)	HPLC UV 検出	20 ng/g
AOAC Official method 974.18	リンゴジュース (透明)	酢酸エチル	シリカゲル (順相固相カラム)	TLC	20 ng/g
AOAC Official method 995.10	リンゴジュース (透明)	酢酸エチル	炭酸ナトリウムで洗浄	HPLC UV 検出	10 ng/g
AOAC Official method 2000.02	リンゴジュース (混濁、 透明)、リンゴピューレ	酢酸エチル	炭酸ナトリウムで洗浄	HPLC UV 検出	20 ng/g
ISO 8128-2:1993	リンゴジュース、 濃縮リンゴジュース	酢酸エチル+クロ ロフォルム	シリカゲル (順相固相カラム)	TLC	25 ng/g
ISO 8128-1:1993	リンゴジュース、 濃縮リンゴジュース	酢酸エチル	炭酸ナトリウムで洗浄	HPLC UV 検出	10 ng/g
Official Swiss Method Mitt. Gebiete Lebensm Hyg.75, 506 (1984)	リンゴジュース、 濃縮リンゴジュース	酢酸エチル	炭酸ナトリウムで洗浄	HPLC UV 検出	5-10 ng/g
Official Swiss Method Mitt. Gebiete Lebensm Hyg.75, 506 (1984)	リンゴジュース、 濃縮リンゴジュース	ケイソウ土カラム	シリカゲル (順相固相カラム)	HPLC UV 検出	5-10 ng/g

2. バリデーションされていないもの

出典方法	採取試料	抽出	精製	分析法	検出限界
田端ら(1998)	リンゴジュース、 濃縮リンゴジュース、 その他リンゴを含む食品	酢酸エチル	シリカゲル+フロリジル(順相 固相カラム)	GC-MS	5 ng/g
穐山ら(1999)	リンゴジュース、 濃縮リンゴジュース	酢酸エチル	ケイソウ土カラム+逆相固相 カラム	HPLC UV 検出	20 ng/g
Trucksess, et al., (1999)	リンゴジュース、 濃縮リンゴジュース	ケイソウ土カラム	逆相固相カラム	HPLC UV 検出	5-10 ng/g
小西ら (Trucksess, et al.,+AOAC)	リンゴジュース、 濃縮リンゴジュース	ケイソウ土カラム	炭酸ナトリウムで洗浄	HPLC UV 検出	5-10 ng/g

3. 分析法を設定するにあたっての問題点

- ① 検出限界は基準値の 1 / 10 以下に設定することが望ましいので、濃縮過程または精製過程を検討してより感度の高い分析法が要求される。
- ② リンゴジュースに必ず含まれてくる 5-ヒドロキシメチルフルフラール (HMF) とパツリンがかならず独立したベースラインが確保できるピークが得られるカラムの選択および移動相の選択が必要である。
- ③ パツリンの確認試験に適応できる分析法を確立する必要が有る。

4. 現在の検討状況

①検討課題

検討項目	方法	国立衛研での進行状況
精製法	炭酸ナトリウムで洗浄	進行中
	逆相固相カラム	進行中
	ケイソウ土カラム+逆相固相カラム	進行中
HPLC	カラムの選択	ほぼ終了
	移動相の選択	終了
確認法	GC-MS (Tabata らの方法)	未検討
	LC-MS	未検討

②現在までに報告されている確認法

LC-MS	GC-MS (田端らの方法)
カラム：イナトシル ODS-3 (2.1mm×150mm 粒径 5 μ m) 移動相 A：0.5%酢酸 B：アセトニトリル 0分から10分 B液5% 10分から15分 B液100% 15分から30分 B液5% FLOW 0.2ml/min OVER TEMP：40 $^{\circ}$ C 注入量 2 μ l ESI negative 80V Nebulizer チツソガス (50PSI) Drying gas チツソガス (10L/min、350 $^{\circ}$ C) V-Cap 3000V m/z 152、153	カラム：BPX35(0.22mm×25m) カラム温度 80 $^{\circ}$ C(2min)→150 $^{\circ}$ C(10 $^{\circ}$ C/min) →230 $^{\circ}$ C(5 $^{\circ}$ C/min,15min) 検出器：EI-MS(230 $^{\circ}$ C, SIM, target ion: 226,183,170) キャリアーガス：He (100kPa)