

LC/UV(PDA) および LC/TOF-MS による液状調味料中
シクロピアゾン酸の分析法開発とその妥当性確認

(2015年4月30日受付)

(2015年7月29日受理)

斉藤貢一^{a)}、馬場奈美季^{a)}、佐々木美香^{a)}、渡邊みどり^{a)}、伊藤里恵^{a)}、加藤美穂子^{b)}、石井里枝^{c)}、細江智夫^{d)}

a) 星薬科大学 薬品分析化学教室

b) ㈱フロンティア研究所

c) 埼玉県衛生研究所

d) 星薬科大学 薬化学教室

Development of analytical method for cyclopiazonic acid in liquid seasoning by LC/UV(PDA)
and LC/TOF-MS, and its validation study

(Received April 30, 2015)

(Accepted July 29, 2015)

Koichi Saito^{a)}, Namiki Baba^{a)}, Mika Sasaki^{a)}, Midori Watanabe^{a)}, Rie Ito^{a)}, Mihoko Kato^{b)}, Rie Ishii^{c)}, Tomoo Hosoe^{d)}

a) Department of Analytical Chemistry, Faculty of Pharmaceutical Sciences, Hoshi University

b) Frontier Institute Co., Ltd.

c) Saitama Prefectural Institute of Public Health

d) Synthetic Medicinal Chemistry, Faculty of Pharmaceutical Sciences, Hoshi University

Abstract

A simple, rapid, and precise method for the determination of cyclopiazonic acid (CPA) in liquid seasoning was developed, which uses liquid chromatography with ultraviolet and photodiode array detection LC/UV(PDA) and liquid chromatography with time-of-flight mass spectrometry (LC/TOF-MS). CPA in liquid seasoning was subjected to ethyl acetate extraction, and solid-phase extraction using Oasis[®] HLB. LC/UV(PDA) was used for qualitative and quantitative analysis, and LC/TOF-MS was used as the confirmatory method. The limit of detection (S/N = 3) and the limit of quantification (S/N > 10) of CPA in LC/UV(PDA) were 0.01 µg/mL and 0.03 µg/mL, respectively. Standard materials were prepared for quality control samples (a low concentration of 0.2 µg/mL and a high concentration of 2.0 µg/mL), and internal quality control was performed. As a result, the trueness of the low concentration sample and the high concentration samples was 80.3% and 81.6%, respectively. The relative standard deviation (RSD) of repeatability was 5.3% or less, whereas that of intermediate precision was less than 10.1%. The results suggest that the developed method is useful for the determination of CPA in liquid seasoning.

Keywords : シクロピアゾン酸、液状調味料、LC/UV(PDA)、LC/TOF-MS、妥当性確認
cyclopiazonic acid, liquid seasoning, LC/UV(PDA), LC/TOF-MS, validation study

I 緒論

近年、輸入食品が増加している。そのため、輸送や保存過程において衛生管理状態が不十分な場合カビが発生し、その結果マイコトキシンに汚染されている食物を摂取することが危惧される。また、国産食品においても保存や管理が不

十分な場合、カビの汚染を受ける事例が散見される。特に、わが国の伝統的な調味料である醤油、味噌および麺つゆなどは、室温で長期保存が可能と考えられているが、カビの汚染を受ける事例^{*1}もあるため、保存性の高い食品と言えども、その衛生管理に留意が必要である。

シクロピアゾン酸 (CPA) は、*Aspergillus* 属や *Penicillium*

連絡先 : 〒142-8501 東京都品川区荏原 2-4-41 星薬科大学 薬品分析化学教室 斉藤貢一

Corresponding author: Koichi Saito, Department of Analytical Chemistry, Hoshi University,
2-4-41, Ebara, Shinagawa-ku, Tokyo 142-8501, Japan

*1 http://www.palcoop.or.jp/au_ji/kensashitsu/1206anzen_kensashitsu.html