

固相分散抽出 LC-MS/MS 法を用いた  
チーズ中シクロピアゾン酸の分析法の開発

(2017年12月11日受付)

(2018年3月7日受理)

伊藤里恵、岡 紗也子、糸久正洋、佐々木星藍、齊藤貢一

星薬科大学

## Development of solid-phase dispersive extraction followed by liquid chromatography-tandem mass spectrometry for determining cyclopiazonic acid in cheese

(Received December 11, 2017)

(Accepted March 7, 2018)

Rie Ito, Sayako Oka, Masahiro Itohisa, Seira Sasaki, Koichi Saito

Hoshi University

## Abstract

In this study, an analytical method for determining cyclopiazonic acid (CPA) in cheese using solid-phase dispersive extraction (SPDE) followed by liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS) was developed, and the method was applied to the analysis of commercial cheese samples. The cheese sample was homogenized with 80% (v/v) ethanol, and CPA was extracted using ethyl acetate; then, SPDE using Oasis<sup>®</sup> MCX was performed. Thereafter, the sample was subjected to LC-MS/MS analysis. Using the proposed method, the limit of detection (LOD) was 0.2 ng/g for cheese samples. The method achieved sufficient sensitivity to determine CPA in cheese samples. CPA-spiked cheese samples were prepared (a low concentration of 10 ng/g and a high concentration of 50 ng/g) for validation study. The recoveries of the low- and high-concentration samples were 70.4% and 81.2%, respectively. The relative standard deviation (RSD) of repeatability and intermediate precision were 10.1% and 10.1% for the low-concentration sample and 8.3% and 15.0% for the high-concentration sample, respectively. The proposed method was applied to commercially available cheese samples, 8.9 ng/g of CPA was detected in one imported camembert cheese sample. These results indicated that the proposed method is useful for determining CPA in cheese samples.

Keywords : マイコトキシン、シクロピアゾン酸、チーズ、固相分散抽出、LC-MS/MS  
mycotoxin, cyclopiazonic acid, cheese, solid phase dispersive extraction, LC-MS/MS

## I はじめに

わが国では、味噌や醤油などの製造を通して麹菌などカビを有効活用してきた。その一方で、近年の食糧自給率の低下に伴い、輸入食品が増加してきたことから、流通や保存の過程で衛生状態が不十分な場合にはカビが発生し、カビの二次代謝物であるマイコトキシン（カビ毒）に汚染されている食品を摂取することが危惧される。国内の食品においても、保存や管理が不適切な場合はカビに汚染される恐れがあり、食品の管理や検査が必要である。

シクロピアゾン酸（CPA）は、*Aspergillus* 属や *Penicillium* 属が産生するマイコトキシンの一種であり、ピーナッツ<sup>1,2)</sup> やト

ウモロコシ<sup>3,4)</sup> などの穀類に加え、チーズ<sup>5)</sup> などの乳製品や動物飼料<sup>6)</sup> などから検出されている。我が国の醸造産業に不可欠な麹菌 *A. oryzae* には CPA の産生能を有する株があることから<sup>7)</sup>、CPA の食品汚染はより身近な問題と考えられる。CPA の毒性としては、筋小胞体  $Ca^{2+}$  - ATPase を強力に阻害し、 $Ca^{2+}$  の輸送を抑制することが報告されている<sup>8)</sup>。

また、CPA を産生することがある *A. flavus* は高毒性のアフラトキシン（AF）も産生する株が存在し<sup>9)</sup>、AF と CPA の複合汚染が問題となっている<sup>2,6,10)</sup>。ブロイラー（食肉用鶏）において、AF と CPA を同時に摂取した場合は、病理組織学的に肝臓や消化管、腎臓に累積的に有害な作用を示し、少なくとも相加効果を示すことが示唆されている<sup>11)</sup>。このよう