

フモニシン B1、B2 及び B3 に関する食品等の汚染実態調査

## 目次

1. 概要 .....	1
2. 購入試料情報及び試験結果 .....	1
3. 試験方法 .....	18
(1) 試料調製方法 .....	18
(2) 標準品 .....	18
(3) 分析法 .....	19
4. 妥当性確認試験 .....	23

## 1. 概要

平成 16～21 年度までの厚生労働科学研究及び独立行政法人農林水産消費安全技術センターが過去実施したフモニシンの調査から、トウモロコシ加工品でフモニシン汚染が多くみられ、特にコーングリッツやコーンスナック、ポップコーンで汚染頻度及び濃度が高いことがわかっている。

今回の調査では、コーンスープ及びこれらの調査で実施されていない小麦粉全粒粉、玄米、ブドウ果汁、ワイン、レーズン、コーヒー、オーツ麦を主原料とするシリアル・グラノーラについて FB1、FB2 及び FB3 の汚染実態調査を行った。

ワインは国産ワインも含め、赤ワイン及びロゼワインについて汚染実態調査を行った。また、コーヒーは液体及び粉末のものについて汚染実態調査を行った。

分析法については厚生労働科学研究「カビ毒を含む食品の安全性に関する研究」における分析法を参考とし、LC-MS/MS 法で定量を行った。定量下限についても、同等のレベルとした。

試料については、北海道、東北、関東、中部、近畿、中国四国、九州の各地域の店舗から各試料 25 点、計 200 点を入手した。

## 2. 購入試料情報及び試験結果

購入した試料情報一覧を表 1～8 に示した。また、試験結果を表 9～16 に示した。

表 1 試料(コーンスープ)情報一覧

品目	番号	品名	購入地	産地
コーンスープ	1	コーンスープ (液体 レトルト)	近畿	不明
	2	コーンスープ (液体 レトルト)	近畿	不明
	3	コーンスープ (粉末)	近畿	不明
	4	コーンスープ (粉末)	近畿	不明
	5	コーンスープ (液体)	中部	不明
	6	コーンスープ (液体 レトルト)	中部	不明
	7	コーンスープ (粉末)	中部	不明
	8	コーンスープ (粉末)	関東	不明
	9	コーンスープ (粉末)	関東	不明
	10	コーンスープ (液体 レトルト)	北海道	不明
	11	コーンスープ (粉末)	北海道	不明
	12	コーンスープ (液体 レトルト)	北海道	不明
	13	コーンスープ (液体 レトルト)	東北	不明
	14	コーンスープ (液体 レトルト)	東北	不明
	15	コーンスープ (液体 缶詰)	東北	不明
	16	コーンスープ (粉末)	東北	不明
	17	コーンスープ (粉末)	中国 四	不明
	18	コーンスープ (液体 レトルト)	関東	不明
	19	コーンスープ (粉末)	関東	不明
	20	コーンスープ (粉末)	九州	不明
	21	コーンスープ (粉末)	九州	不明
	22	コーンスープ (液体 レトルト)	関東	不明
	23	コーンスープ (液体 缶詰)	関東	不明
	24	コーンスープ (粉末)	九州	不明
	25	コーンスープ (粉末)	九州	不明

表 2 試料(小麦粉全粒粉)情報一覧

品目	番号	品名	購入地域	産地
小麦粉全粒粉	1	全粒粉	近畿	日本
	2	全粒粉	近畿	アメリカ合衆国、カナダ
	3	全粒粉	近畿	カナダ
	4	全粒粉	近畿	日本
	5	全粒粉	中部	不明
	6	全粒粉	中部	日本
	7	全粒粉	北海道	不明
	8	全粒粉	北海道	日本
	9	全粒粉	東北	日本
	10	全粒粉	東北	日本
	11	全粒粉	東北	日本
	12	全粒粉	東北	日本
	13	全粒粉	東北	日本
	14	全粒粉	東北	日本
	15	全粒粉	東北	日本
	16	全粒粉	中国四国	不明
	17	全粒粉	九州	日本
	18	全粒粉	関東	日本
	19	全粒粉	関東	不明
	20	全粒粉	関東	日本
	21	全粒粉	関東	日本
	22	全粒粉	中国四国	日本
	23	全粒粉	中国四国	日本
	24	全粒粉	北海道	日本
	25	全粒粉	九州	不明

表 3 試料(玄米)情報一覽

品目	番号	品名	購入地域	産地
玄米	1	玄米	近畿	日本
	2	玄米	近畿	日本
	3	玄米	九州	日本
	4	玄米	九州	日本
	5	玄米	九州	日本
	6	玄米	中部	日本
	7	玄米	中部	日本
	8	玄米	中部	日本
	9	玄米	近畿	日本
	10	玄米	近畿	日本
	11	玄米	関東	日本
	12	玄米	関東	日本
	13	玄米	北海道	日本
	14	玄米	北海道	日本
	15	玄米	北海道	日本
	16	玄米	東北	日本
	17	玄米	関東	日本
	18	玄米	東北	日本
	19	玄米	東北	日本
	20	玄米	九州	日本
	21	玄米	関東	日本
	22	玄米	関東	日本
	23	玄米	関東	日本
	24	玄米	関東	日本
	25	玄米	中国四国	日本

表 4 試料(ブドウ果汁)情報一覧

品目	番号	品名	購入地域	産地
ブドウ果汁	1	ブドウ果汁	近畿	フランス
	2	ブドウ果汁	中部	不明
	3	ブドウ果汁	中部	不明
	4	ブドウ果汁	近畿	フランス
	5	ブドウ果汁	中部	南アフリカ共和国
	6	ブドウ果汁	関東	アメリカ合衆国
	7	ブドウ果汁	関東	オーストラリア
	8	ブドウ果汁	北海道	アルゼンチン、 アメリカ合衆国
	9	ブドウ果汁	北海道	不明
	10	ブドウ果汁	東北	不明
	11	ブドウ果汁	関東	不明
	12	ブドウ果汁	東北	日本
	13	ブドウ果汁	東北	不明
	14	ブドウ果汁	東北	南アフリカ共和国
	15	ブドウ果汁	東北	不明
	16	ブドウ果汁	東北	不明
	17	ブドウ果汁	中国四国	不明
	18	ブドウ果汁	関東	不明
	19	ブドウ果汁	関東	不明
	20	ブドウ果汁	九州	不明
	21	ブドウ果汁	関東	フランス
	22	ブドウ果汁	東北	不明
	23	ブドウ果汁	関東	不明
	24	ブドウ果汁	九州	不明
	25	ブドウ果汁	九州	不明

表 5 試料(ワイン)情報一覧

品目	番号	品名	購入地域	産地
ワイン	1	赤ワイン	近畿	スペイン
	2	ロゼワイン	近畿	チリ
	3	赤ワイン	近畿	イタリア
	4	ロゼワイン	近畿	イタリア
	5	赤ワイン	九州	日本
	6	ロゼワイン	九州	日本
	7	赤ワイン	中部	日本
	8	赤ワイン	中部	不明
	9	ロゼワイン	中部	日本
	10	赤ワイン	関東	日本
	11	赤ワイン	北海道	日本
	12	ロゼワイン	北海道	不明
	13	ロゼワイン	北海道	チリ
	14	赤ワイン	北海道	スペイン
	15	赤ワイン	東北	日本
	16	赤ワイン	東北	日本
	17	ロゼワイン	東北	日本
	18	ロゼワイン	東北	日本
	19	赤ワイン	中国四国	チリ
	20	赤ワイン	関東	南アフリカ共和国
	21	赤ワイン	関東	イタリア
	22	赤ワイン	関東	アメリカ合衆国
	23	赤ワイン	関東	ブラジル
	24	ロゼワイン	関東	ペルー
	25	赤ワイン	九州	スペイン

表 6 試料(レーズン)情報一覧

品目	番号	品名	購入地域	産地
レーズン	1	レーズン	近畿	アメリカ合衆国
	2	レーズン	近畿	アメリカ合衆国
	3	レーズン	近畿	中国
	4	レーズン	近畿	アメリカ合衆国
	5	レーズン	中部	アメリカ合衆国
	6	レーズン	中部	イラン
	7	レーズン	中部	アメリカ合衆国
	8	レーズン	関東	アメリカ合衆国
	9	レーズン	関東	チリ
	10	レーズン	関東	アメリカ合衆国・トルコ・中国
	11	レーズン	関東	アメリカ合衆国・トルコ・中国
	12	レーズン	北海道	アメリカ合衆国
	13	レーズン	北海道	アメリカ合衆国
	14	レーズン	北海道	アメリカ合衆国
	15	レーズン	北海道	アメリカ合衆国
	16	レーズン	東北	アメリカ合衆国
	17	レーズン	東北	アメリカ合衆国
	18	レーズン	関東	アメリカ合衆国
	19	レーズン	東北	アメリカ合衆国
	20	レーズン	東北	アメリカ合衆国
	21	レーズン	関東	チリ
	22	レーズン	九州	アメリカ合衆国
	23	レーズン	九州	アメリカ合衆国
	24	レーズン	中国四国	アメリカ合衆国
	25	レーズン	中国四国	トルコ

表 7 試料(コーヒー)情報一覧

品目	番号	品名	購入地域	原産地、輸入国
コーヒー	1	液体コーヒー	近畿	不明
	2	液体コーヒー	近畿	不明
	3	インスタントコーヒー（粉末）	近畿	ブラジル
	4	インスタントコーヒー（粉末）	近畿	ブラジル
	5	インスタントコーヒー（粉末）	中部	不明
	6	インスタントコーヒー（粉末）	中部	インドネシア、ラオス他
	7	液体コーヒー	中部	不明
	8	液体コーヒー	北海道	不明
	9	液体コーヒー	北海道	不明
	10	インスタントコーヒー（粉末）	北海道	ブラジル、コロンビア他
	11	インスタントコーヒー（粉末）	北海道	ブラジル
	12	液体コーヒー	北海道	不明
	13	インスタントコーヒー（粉末）	東北	ベトナム、エクアドル
	14	液体コーヒー	東北	不明
	15	液体コーヒー	関東	不明
	16	液体コーヒー	東北	不明
	17	インスタントコーヒー（粉末）	東北	ブラジル
	18	液体コーヒー	中国四国	不明
	19	液体コーヒー	関東	不明
	20	液体コーヒー	関東	不明
	21	液体コーヒー	関東	コロンビア、エルサルバドル
	22	液体コーヒー	九州	ブラジル
	23	インスタントコーヒー（粉末）	九州	不明
	24	液体コーヒー	中国四国	不明
	25	液体コーヒー	中国四国	不明

表 8 試料(シリアル・グラノーラ)情報一覧

品目	番号	品名	購入地域	産地
シリアル・ グラノーラ	1	グラノーラ	近畿	不明
	2	グラノーラ	近畿	不明
	3	グラノーラ	近畿	不明
	4	グラノーラ	近畿	不明
	5	グラノーラ	関東	不明
	6	グラノーラ	北海道	不明
	7	グラノーラ	北海道	不明
	8	グラノーラ	北海道	不明
	9	グラノーラ	北海道	不明
	10	グラノーラ	東北	不明
	11	オートミール	東北	不明
	12	グラノーラ	東北	アメリカ合衆国
	13	シリアル	東北	ドイツ
	14	グラノーラ	中国四国	不明
	15	オートミール	関東	アメリカ合衆国
	16	グラノーラ	関東	不明
	17	シリアル	関東	デンマーク
	18	グラノーラ	関東	アメリカ合衆国
	19	シリアル	関東	スイス
	20	シリアル	関東	カナダ
	21	シリアル	関東	スペイン
	22	シリアル	関東	フランス
	23	グラノーラ	九州	不明
	24	シリアル	九州	フランス
	25	オートミール	中部	アメリカ合衆国

表 9 試験結果(コーンスープ)

品目	番号	結果(μg/kg)		
		FB1	FB2	FB3
コーンスープ	1	<1	<1	<1
	2	<1	<1	<1
	3	<1	<1	<1
	4	<1	<1	<1
	5	<1	<1	<1
	6	<1	<1	<1
	7	<1	<1	<1
	8	<1	<1	<1
	9	<1	<1	<1
	10	<1	<1	<1
	11	<1	<1	<1
	12	<1	<1	<1
	13	<1	<1	<1
	14	<1	<1	<1
	15	<1	<1	<1
	16	3	<1	<1
	17	<1	<1	<1
	18	<1	<1	<1
	19	<1	<1	<1
	20	<1	<1	<1
	21	<1	<1	<1
	22	<1	<1	<1
	23	<1	<1	<1
	24	2	<1	<1
	25	<1	<1	<1

表 10 試験結果(小麦粉全粒粉)

品目	番号	結果(μg/kg)		
		FB1	FB2	FB3
小麦粉全粒粉	1	<1	<1	<1
	2	<1	<1	<1
	3	<1	<1	<1
	4	<1	<1	<1
	5	<1	<1	<1
	6	<1	<1	<1
	7	<1	<1	<1
	8	<1	<1	<1
	9	<1	<1	<1
	10	<1	<1	<1
	11	<1	<1	<1
	12	<1	<1	<1
	13	<1	<1	<1
	14	<1	<1	<1
	15	<1	<1	<1
	16	<1	<1	<1
	17	<1	<1	<1
	18	<1	<1	<1
	19	<1	<1	<1
	20	<1	<1	<1
	21	<1	<1	<1
	22	<1	<1	<1
	23	<1	<1	<1
	24	<1	<1	<1
	25	<1	<1	<1

表 11 試験結果(玄米)

品目	番号	結果(μg/kg)		
		FB1	FB2	FB3
玄米	1	<1	<1	<1
	2	<1	<1	<1
	3	<1	<1	<1
	4	1	<1	<1
	5	3	<1	<1
	6	<1	<1	<1
	7	<1	<1	<1
	8	<1	<1	<1
	9	<1	<1	<1
	10	<1	<1	<1
	11	<1	<1	<1
	12	<1	<1	<1
	13	<1	<1	<1
	14	<1	<1	<1
	15	<1	<1	<1
	16	<1	<1	<1
	17	<1	<1	<1
	18	<1	<1	<1
	19	<1	<1	<1
	20	<1	<1	<1
	21	<1	<1	<1
	22	<1	<1	<1
	23	<1	<1	<1
	24	<1	<1	<1
	25	<1	<1	<1

表 12 試験結果(ブドウ果汁)

品目	番号	結果(μg/kg)		
		FB1	FB2	FB3
ブドウ果汁	1	<1	<1	<1
	2	<1	<1	<1
	3	<1	<1	<1
	4	<1	<1	<1
	5	<1	<1	<1
	6	<1	<1	<1
	7	<1	<1	<1
	8	<1	<1	<1
	9	<1	<1	<1
	10	<1	<1	<1
	11	<1	<1	<1
	12	<1	<1	<1
	13	<1	<1	<1
	14	<1	<1	<1
	15	<1	<1	<1
	16	<1	<1	<1
	17	<1	<1	<1
	18	<1	<1	<1
	19	<1	<1	<1
	20	<1	<1	<1
	21	<1	<1	<1
	22	<1	<1	<1
	23	<1	<1	<1
	24	<1	<1	<1
	25	<1	<1	<1

表 13 試験結果(ワイン)

品目	番号	結果(μg/kg)		
		FB1	FB2	FB3
ワイン	1	<1	<1	<1
	2	<1	<1	<1
	3	<1	<1	<1
	4	<1	<1	<1
	5	1	<1	<1
	6	2	<1	<1
	7	<1	<1	<1
	8	<1	<1	<1
	9	<1	<1	<1
	10	<1	<1	<1
	11	2	<1	<1
	12	<1	<1	<1
	13	<1	<1	<1
	14	<1	<1	<1
	15	<1	<1	<1
	16	<1	<1	<1
	17	<1	<1	<1
	18	<1	<1	<1
	19	<1	<1	<1
	20	<1	<1	<1
	21	<1	<1	<1
	22	<1	<1	<1
	23	<1	<1	<1
	24	<1	<1	<1
	25	<1	<1	<1

表 14 試験結果(レーズン)

品目	番号	結果(μg/kg)		
		FB1	FB2	FB3
レーズン	1	<1	<1	<1
	2	<1	<1	<1
	3	<1	<1	<1
	4	<1	<1	<1
	5	<1	<1	<1
	6	<1	<1	<1
	7	<1	<1	<1
	8	<1	<1	<1
	9	<1	<1	<1
	10	<1	<1	<1
	11	<1	<1	<1
	12	<1	<1	<1
	13	<1	<1	<1
	14	<1	<1	<1
	15	<1	<1	<1
	16	<1	<1	<1
	17	<1	1	<1
	18	<1	<1	<1
	19	<1	<1	<1
	20	<1	1	<1
	21	<1	<1	<1
	22	<1	<1	<1
	23	<1	<1	<1
	24	<1	<1	<1
	25	<1	<1	<1

表 15 試験結果(コーヒー)

品目	番号	結果(μg/kg)		
		FB1	FB2	FB3
コーヒー	1	<1	<1	<1
	2	<1	<1	<1
	3	<10	<10	<10
	4	<10	<10	<10
	5	<10	<10	<10
	6	<10	<10	<10
	7	<1	<1	<1
	8	<1	<1	<1
	9	<1	<1	<1
	10	<10	<10	<10
	11	<10	<10	<10
	12	<1	<1	<1
	13	<10	<10	<10
	14	<1	<1	<1
	15	<1	<1	<1
	16	<1	<1	<1
	17	<10	<10	<10
	18	<1	<1	<1
	19	<1	<1	<1
	20	<1	<1	<1
	21	<1	<1	<1
	22	<1	<1	<1
	23	<10	<10	<10
	24	<1	<1	<1
	25	<1	<1	<1

表 16 試験結果(シリアル・グラノーラ)

品目	番号	結果(μg/kg)		
		FB1	FB2	FB3
シリアル・ グラノーラ	1	1	<1	<1
	2	<1	<1	<1
	3	4	1	<1
	4	<1	<1	<1
	5	2	<1	<1
	6	<1	<1	<1
	7	<1	<1	<1
	8	<1	<1	<1
	9	<1	<1	<1
	10	<1	<1	<1
	11	<1	<1	<1
	12	<1	<1	<1
	13	<1	<1	<1
	14	2	<1	<1
	15	<1	<1	<1
	16	<1	<1	<1
	17	8	2	1
	18	<1	<1	<1
	19	<1	<1	<1
	20	<1	<1	<1
	21	<1	<1	<1
	22	1	<1	<1
	23	1	<1	<1
	24	<1	<1	<1
	25	<1	<1	<1

### 3. 試験方法

#### (1) 試料調製方法

- ・ コーンスープ(液体)  
ミキサーを用いて均質化した。
- ・ コーンスープ(粉末)、コーヒー(粉末)  
アブソリュートミルを用いて均質化した。
- ・ 小麦粉全粒粉、玄米、シリアル・グラノーラ  
超遠心粉碎機を用いて均質化した。
- ・ ブドウ果汁、ワイン、コーヒー(液体)  
容器に移し替えた後、よく混合した。
- ・ レーズン  
試料と同重量の水を加えた後、ミキサーを用いて均質化した。

#### (2) 標準品

FB1、FB2 の標準品は qNMR で純度測定されたものを使用した。

- ・ FB1 標準品：和光純薬工業(株)、販売元コード：061-05771、  
等級：マイコトキシシン試験用
- ・ FB2 標準溶液[50 $\mu$ g/ml アセトニトリル:水(1:1)溶液]：和光純薬工業(株)、  
販売元コード：069-06551、等級：マイコトキシシン試験用
- ・ FB3 標準溶液：[50 $\mu$ g/ml アセトニトリル:水(1:1)溶液]：和光純薬工業(株)、  
販売元コード：061-05651、等級：マイコトキシシン試験用

### (3) 分析法

#### ①分析法 1 コーンスープ

(粉末)

試料 10 g

+熱湯 25 mL で溶解  
30 分間放置

pH 調整

リン酸で pH5 付近に調整

酵素処理

+ $\alpha$ -アミラーゼ  
+ $\beta$ -マンノシダーゼ  
37 °C で 30 分間放置

振とう抽出

+メタノール 75 mL

遠心分離

強陰イオン交換カラム(Inertsep MA-1)による精製

抽出液 4 mL と 25 %アンモニア水-水(5:95) 6 mL を混合後、負荷  
+メタノール 5 mL×2 回(洗浄)  
+メタノール-ぎ酸(98:2) 5 mL(溶出)

減圧濃縮乾固

+アセトニトリル-水(1:1) 1 mL

LC-MS/MS

定量下限 : 1  $\mu\text{g}/\text{kg}$

(液体)

試料 10 g

+水 10 mL

pH 調整

リン酸で pH5 付近に調整

酵素処理

+ $\alpha$ -アミラーゼ  
+ $\beta$ -マンノシダーゼ  
37 °C で 30 分間放置

振とう抽出

+メタノール 65 mL

遠心分離

+水 5 mL  
+メタノールで 100 mL に定容

## ②分析法 2 小麦粉全粒粉

試料 20 g  
| + メタノール-水-酢酸(75:25:1) 100 mL  
振とう抽出  
|  
遠心分離  
|  
希釈  
| 抽出液 5 mL を水で 25 mL  
ろ過(ガラス繊維ろ紙)  
|  
官能基修飾ポリスチレンジビニルベンゼンポリマーカラム(ISOLUTE Myco)による精製  
| 試料液 10 mL 負荷  
| + 水 3 mL(洗浄)  
| + 10%アセトニトリル 3 mL(洗浄)  
| 30 秒間吸引し、カラム内の水分を除去  
| + 0.1%ギ酸含有アセトニトリル 2 mL(洗浄)  
| + 0.1%ギ酸含有メタノール 2 mL(溶出)  
減圧濃縮乾固  
| + アセトニトリル-水(1:1) 1 mL  
LC-MS/MS

定量下限 : 1 µg/kg

## ③ 分析法 3 玄米及びシリアル・グラノーラ

試料 20 g  
| + メタノール-水-酢酸(75:25:1) 100 mL  
振とう抽出  
|  
遠心分離  
|  
強陰イオン交換カラム(Inertsep MA-1)による精製  
| 抽出液 2 mL と 25%アンモニア水-水(5:95) 3 mL を混合後、負荷  
| + メタノール 5 mL×2 回(洗浄)  
| + メタノール-ギ酸(98:2) 5 mL(溶出)  
減圧濃縮乾固  
| + アセトニトリル-水(1:1) 1 mL  
LC-MS/MS

定量下限 : 1 µg/kg

#### ④分析法 4 ブドウ果汁、ワイン及びコーヒー(液体)

試料 20 g

+水 100 mL 定容

官能基修飾ポリスチレンジビニルベンゼンポリマーカラム(ISOLUTE Myco)による精製

試料液 4 mL 負荷

+水 3 mL(洗浄)

+10%アセトニトリル 3 mL(洗浄)

30秒間吸引し、カラム内の水分を除去

+0.1%ギ酸含有アセトニトリル 2 mL(洗浄)

+0.1%ギ酸含有メタノール 2 mL(溶出)

減圧濃縮乾固

+アセトニトリル-水(1:1) 1 mL

LC-MS/MS

定量下限 : 1 µg/kg

#### ⑤分析法 5 レーズン

試料 10 g

+メタノール-水(3:1) 100 mL

ホモジナイズ抽出

遠心分離

強陰イオン交換カラム(Inertsep MA-1)による精製

抽出液 4 mL と 25%アンモニア水-水(5:95) 6 mL を混合後、負荷

+メタノール 5 mL×2回(洗浄)

+メタノール-ギ酸(98:2) 5 mL(溶出)

減圧濃縮乾固

+アセトニトリル-水(1:1) 1 mL

LC-MS/MS

定量下限 : 1 µg/kg

## ⑥分析法 6 コーヒー(粉末)

試料 1 g

| + 熱湯 約 80 mL に溶解

定容

| 放冷後 水で 100 mL に定容

強陰イオン交換カラム(Inertsep MA-1)による精製

| 試料液 4 mL と 25 %アンモニア水-水(5:95) 6 mL を混合後、負荷

| +メタノール 5 mL×2回(洗浄)

| +メタノール-ギ酸(98:2) 5 mL(溶出)

官能基修飾ポリスチレンジビニルベンゼンポリマーカラム(ISOLUTE Myco)による精製

| 強陰イオン交換カラム(Inertsep MA-1)溶出液に水 20 mL を加え負荷

| +水 3 mL(洗浄)

| +10 %アセトニトリル 3 mL(洗浄)

| 30 秒間吸引し、カラム内の水分を除去

| +0.1 %ギ酸含有アセトニトリル 2 mL(洗浄)

| +0.1 %ギ酸含有メタノール 2 mL(溶出)

減圧濃縮乾固

| +アセトニトリル-水(1:1) 1 mL

LC-MS/MS

定量下限 : 10 µg/kg

## ⑦LC-MS/MS 条件

機種 : Alliance 2795 [Waters]

Quattro Premier XE [Waters]

カラム : InertSustain C18、φ2.1mm×150mm、3µm[ジーエルサイエンス]

カラム温度 : 40 °C

移動相 : A 液 ; 0.1 %ギ酸溶液、B 液 ; 0.1 %ギ酸含有アセトニトリル溶液

グラジエント : B 液(%) ; 30 %→10 min→70 %(3 min 保持)

流量 : 0.2 mL/min

注入量 : 5 µL

イオン化法 : ESI positive

モニターイオン等\* :

定量 ; FB1 722.6/352.4、FB2 及び FB3 706.5/336.3

確認 ; FB1 722.6/334.3、FB2 及び B3 706.5/318.4、706.5/354.5

\*コーヒー(液体及び粉末)の FB1 については m/z : 722.6/334.3 のイオンを定量に使用した。

#### 4. 妥当性確認試験

試料に FB1、FB2 及び FB3 を定量下限相当及び定量下限の 10 倍相当添加し、30 分間放置後、各試験法に従って分析を行った。試験は各 3 回行った。妥当性確認試験結果を表 17 及び 18 に示した。

表 17 妥当性確認試験結果-1

品目	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	FB1		FB2		FB3	
		回収率 (%)	平均回収 率 (%)	回収率 (%)	平均回収 率 (%)	回収率 (%)	平均回収 率 (%)
コーンスープ (液体)	1	99	91	92	88	100	96
		83		84		95	
		90		89		94	
	10	92	90	111	107	100	94
		79		93		88	
		98		116		93	
コーンスープ (粉末)	1	87	88	110	105	91	84
		88		104		87	
		89		101		75	
	10	78	83	120	118	95	97
		84		118		99	
		88		117		96	
小麦粉全粒粉	1	103	100	110	107	107	109
		102		108		114	
		95		103		107	
	10	106	107	107	104	105	102
		109		101		100	
		107		105		102	
玄米	1	107	107	103	101	96	87
		115		108		87	
		99		93		78	
	10	108	109	109	109	96	92
		111		110		93	
		109		108		87	
ブドウ果汁	1	116	108	88	88	99	100
		100		86		96	
		108		90		104	
	10	106	110	85	91	102	107
		110		94		104	
		113		95		114	
ワイン	1	108	102	97	100	95	94
		99		106		98	
		100		97		88	
	10	90	88	78	82	84	80
		85		81		76	
		89		88		80	

表 18 妥当性確認試験結果-2

品目	添加濃度 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	FB1		FB2		FB3	
		回収率 (%)	平均回収 率 (%)	回収率 (%)	平均回収 率 (%)	回収率 (%)	平均回収 率 (%)
レーズン	1	93	88	89	87	87	86
		90		94		88	
		82		77		84	
	10	108	115	103	109	87	91
		117		110		92	
		119		114		95	
コーヒー (液体)	1	115	110	116	108	107	100
		106		102		95	
		109		107		99	
	10	93	109	94	108	81	92
		118		110		98	
		117		119		98	
コーヒー (粉末)	10	96	97	108	99	99	94
		96		93		91	
		98		96		91	
	100	89	86	99	96	84	80
		87		96		79	
		82		92		77	
シリアル・ グラノーラ	1	108	108	107	111	118	115
		107		113		118	
		108		114		108	
	10	95	94	120	117	110	107
		94		115		102	
		93		117		110	