

資料

LC-MS/MSによる植物性自然毒37成分の迅速一斉分析法の妥当性確認

吉富秀亮・佐藤環・堀就英

植物性自然毒による食中毒事件に対応するため、LC-MS/MSによる植物性自然毒37成分の迅速一斉分析法を整備し、ホウレンソウ及びカレーの2食品を用いて妥当性を確認した。その結果、真度 (%) は66.6~146.4、併行精度 (RSD%) は1.6~27.1、室内精度 (RSD%) は2.9~45.1であり、ホウレンソウは15成分、カレーは18成分が「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドライン」の目標値を満たすことが確認された。本分析法は定量法としては精度に課題が残るが、37成分中32成分は真度の目標値を満たしたことからスクリーニング検査法としては有用である。

[キーワード: 植物性自然毒、LC-MS/MS、妥当性確認]

1 はじめに

高等植物等に含まれる植物性自然毒による食中毒事件は、厚生労働省の食中毒統計によると、平成24年から令和3年までの10年間に201件発生し、患者数は749件名、死亡数は16名となっている。これら植物性自然毒による食中毒事件発生時の迅速な原因究明は、地方衛生研究所の重要な役割である。

今回、植物性自然毒37成分の迅速一斉分析法を整備することを目的として、既報²⁻³⁾を参考にLC-MS/MSの分析条件を最適化し、妥当性を確認したので報告する。

2 方法

2・1 試料

均一化した市販のホウレンソウ及び自家調理したカレーを試料とした。

2・2 分析対象成分及び標準品

ニコチン、サンギニン (O-Desmethyl galanthamine)、ガランタミン、スコポラミン、リナマリン、プルナシン、ストロファンチジン、シクロパミン、ヒパコニチン、ブシジエステルアルカロイド混合標準物質、アリストロキア酸 I、アリストロキア酸 II、ククルビタシン E: 富士フィルム和光純薬製

ギンコトキシン、フェブリフジン、アミグダリン、アニサチン、 α -ソラニン、 α -チャコニン、コルヒチン、グロリオシン (N-Deacetyl-N-formyl colchicine)、デメコルシン、コンバラトキシン、ジゴキシン、シマリン、プロトベラトリン A、ベラトリン、メサコニチン、アコニチン及びククルビタシン E: Merck KGaA 製

アトロピン、ジギトキシン、ジェルビン及びベラトラミン: 東京化成工業製

リコラミン: Toronto research chemicals 製

リコリン: MedChemExpress 製

(\pm)-コニイン: Santa Cruz Biotechnology 製

2・3 標準原液及び混合標準液の調製

ニコチン、ギンコトキシン、サンギニン、リコリン、ガランタミン、リコラミン、コニイン、フェブリフジン、スコポラミン、アトロピン、リナマリン、アミグダリン、プルナシン、ストロファンチジン、 α -ソラニン、 α -チャコニン、コルヒチン、グロリオシン、デメコルシン、コンバラトキシン、ジゴキシン、シマリン、ジギトキシン、アリストロキア酸 I、アリストロキア酸 II は各標準品をメタノールに溶解後、100 $\mu\text{g/mL}$ 又は 1,000 $\mu\text{g/mL}$ の単品の標準原液を調製した。さらに、各標準原液を混合し、メタノールにより希釈して 5 $\mu\text{g/mL}$ となるように混合標準溶液を調製した。

アニサチン、ジェルビン、ベラトラミン、シクロパミン、プロトベラトリン A、ベラトリン、メサコニチン、アコニチン、ヒパコニチン、ククルビタシン B 及びククルビタシン E は各標準品をアセトニトリルに溶解後、100 $\mu\text{g/mL}$ 又は 1,000 $\mu\text{g/mL}$ の単品の標準原液を調製した。さらに、各標準原液を混合し、アセトニトリルにより希釈して 10 $\mu\text{g/mL}$ となるように混合標準溶液を調製した。

ブシジエステルアルカロイド混合標準物質は、アセトニトリルに溶解し、ジェサコニチン及びアコニチン 10 $\mu\text{g/mL}$ 、メサコニチン 20 $\mu\text{g/mL}$ 、ヒパコニチン 30 $\mu\text{g/mL}$ を含有する混合標準溶液を調製した。

2・4 試薬

メタノール (LC/MS 用)、蒸留水 (LC/MS 用)、アセトニトリル (LC/MS 用)、トリクロロ酢酸 (特級): 関東化学製

1 mol/L ギ酸アンモニウム溶液（高速液体クロマトグラフ用）、ギ酸（LC/MS用）：富士フィルム和光純薬製

2・5 試料の前処理及び試験溶液の調製

試料約 5g を 50 mL のポリプロピレン製遠心管に量り採り、10 % (w/v) トリクロロ酢酸溶液 10 mL 及びメタノール 10 mL を加えて 2 分間ホモジナイズした後、室温、2,000×g で 5 分間遠心分離し、上清を採り、メタノールを加えて正確に 50 mL に定容したものを抽出液とした。抽出液を正確に 2 mL 分取し、Captiva EMR-Lipid カートリッジ (3 mL、300 mg、Agilent 社製) に負荷し、室温、1,000×g で 1 分間遠心分離し、溶出液を捨て、さらに抽出液 1 mL を Captiva EMR-Lipid カートリッジに負荷し、同様に遠心分離して得られた溶出液をガラス製の遠心沈殿管 (10 mL 容) に採り、水を加えて 10 mL に定容したものを試験溶液とした (0.01 g sample/mL)。試験溶液は、ガラスバイアルを用いて LC-MS/MS 測定に供した。図 1 に分析フローを示す。

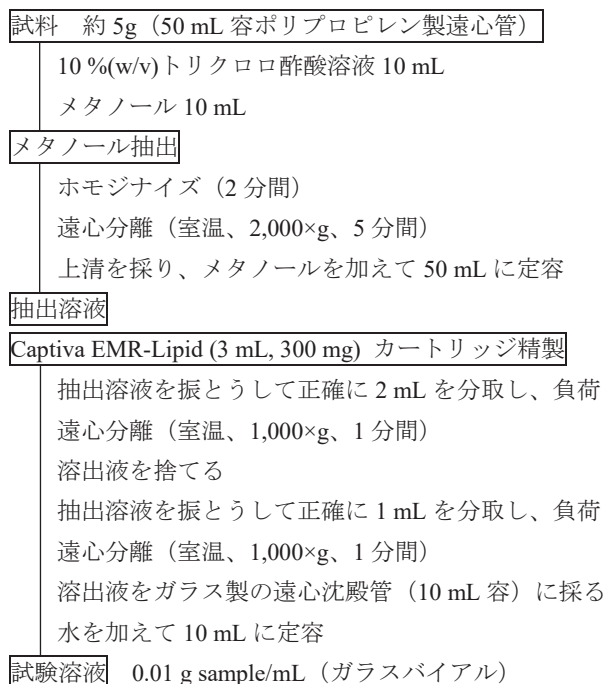


図 1 分析フロー

2・6 添加回収試料の調製

試料中の濃度が 1 µg/g (但し、メサコニチンは 2 µg/g、ヒパコニチンは 3 µg/g) となるように試料に混合標準溶液をそれぞれ添加し、30 分間放置したものを添加回収試料とした。

2・7 装置

高速液体クロマトグラフ装置：Acquity UPLC (Waters社製)

タンデム型質量分析装置：Xevo TQ MS (Waters社製)

ホモジナイザー：ポリトロン PT3100D (KINEMATICA社製)

遠心分離機：S700FR (KUBOTA社製)

2・8 LC-MS/MS測定条件

移動相等の LC-MS/MS 測定条件はピーク形状、分離、感度等を考慮し、最適化した。LC-MS/MS の測定条件を表 1 に、保持時間、SRM 条件を表 2 に示す。

表 1 LC-MS/MS の測定条件

LC条件			
分析カラム	Raptor C18 (Restek社製) 粒子径 2.7 µm、内径 2.1 mm、長さ 150 mm		
流速	0.3 mL/min		
注入量	5 µL		
カラム温度	40 °C		
移動相	A液：5 mMギ酸アンモニウム水溶液 (pH 3) B液：メタノール		
グラジエント条件	Time/min	A (%)	B (%)
	0	98	2
	9	1	99
	12	1	99
	12.1	98	2
	20	98	2
MS/MS条件			
イオン化法	エレクトロスプレーイオン化 (ESI positive、ESI negative)		
キャピラリー電圧	1.0 kv		
イオンソース温度	150 °C		
脱溶媒温度	350 °C		
測定モード	SRM (Selected Reaction Monitoring)		

2・9 試料マトリックスの測定への影響

ブランク試料を「2・5 試料の前処理及び試験溶液の調製」に従い調製を行い、溶出液 1 mL をガラス製の遠心沈殿管に採った後、定容する前に、蒸留水を用いて調製した 100 ng/mL 混合標準溶液 (但し、メサコニチンは 2 倍量、ヒパコニチンは 3 倍量含む。以下同じ。) 1 mL を加え、水を加えて 10 mL に定容し、添加回収試験における回収率 100 %相当濃度である 10 ng/mL のマトリックス標準溶液を調製した。また、2 % (w/v) トリクロロ酢酸 80 % (v/v) メタノール溶液 1 mL を調製し、100 ng/mL 混合標準溶液 1 mL を加え、さらに水を加えて 10 mL に定容し、10 ng/mL の溶媒標準溶液を調製した。

試料マトリックスの測定への影響は、溶媒標準溶液のピーク面積に対するマトリックス標準溶液のピーク面積の比を求めて評価した。

2・10 添加回収試験

「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドライン」⁶⁾ に準拠し、分析者 1 名が 2 併行で 5 日間分析する方法で添加回収試験を実施し、真度、併行精度及び

表2 分析対象成分、保持時間、SRM条件(保持時間順)

No.	分析対象成分	化学式	CASNo.	保持時間 (分)	モノアイオン トピック 質量	測定イオン (<i>m/z</i>)				
						※()内はCone voltage (V)又はcollision energy (eV)を示す				
						プリカーサー イオン	プロダクトイオン			
	定量	定性	定性							
1	ニコチン	C ₁₀ H ₁₄ N ₂	54-11-5	1.75	162.1157	[M+H] ⁺	163.2 (28)	132.2 (18)	84.2 (16)	106.1 (14)
2	サンギニン	C ₁₆ H ₁₉ NO ₃	60755-80-8	1.89	273.1365	[M+H] ⁺	274.2 (30)	199.4 (22)	184.3 (38)	217.4 (18)
3	リコリン	C ₁₆ H ₁₇ NO ₄	476-28-8	2.13	287.1158	[M+H] ⁺	288.2 (34)	147.2 (28)	119.2 (38)	91.1 (48)
4	ギンコトキシシ	C ₉ H ₁₃ NO ₃	1464-33-1	2.16	183.0895	[M+H] ⁺	184.1 (20)	152.2 (14)	134.2 (22)	
5	リナマリン	C ₁₀ H ₁₇ NO ₆	554-35-8	2.20	247.1056	[M+NH ₄] ⁺	265.2 (16)	163.2 (10)	180.2 (10)	145.1 (14)
6	ガラタミン	C ₁₇ H ₂₁ NO ₃	357-70-0	2.51	287.1521	[M+H] ⁺	288.3 (28)	213.3 (22)	198.3 (34)	231.3 (18)
7	リコラミン	C ₁₇ H ₂₃ NO ₃	21133-52-8	2.59	289.1678	[M+H] ⁺	290.3 (30)	233.3 (18)	189.3 (26)	215.3 (24)
8	コニイン	C ₈ H ₁₇ N	3238-60-6	3.11	127.1361	[M+H] ⁺	128.2 (28)	69.2 (16)	55.1 (18)	
9	フェブリフジン	C ₁₆ H ₁₉ N ₃ O ₃	24159-07-7	3.27	301.1426	[M+H] ⁺	302.2 (20)	120.3 (18)	100.2 (22)	138.2 (16)
10	スコボラミン	C ₁₇ H ₂₁ NO ₄	114-49-8	3.30	303.1471	[M+H] ⁺	304.2 (28)	138.2 (22)	156.3 (18)	103.2 (38)
11	アミグダリン	C ₂₀ H ₂₇ NO ₁₁	29883-15-6	3.64	457.1584	[M+NH ₄] ⁺	475.4 (20)	325.5 (12)	163.2 (20)	85.1 (28)
12	アトロピン	C ₁₇ H ₂₃ NO ₃	51-55-8	3.92	289.1678	[M+H] ⁺	290.3 (40)	124.3 (24)	93.2 (30)	77.2 (48)
13	アニサチン	C ₁₅ H ₂₀ O ₈	5230-87-5	3.98	328.1158	[M-H] ⁻	327.3 (20)	127.1 (12)	297.3 (12)	83.0 (22)
14	ブルナシン	C ₁₄ H ₁₇ NO ₆	99-18-3	4.10	295.1056	[M+NH ₄] ⁺	313.2 (16)	163.2 (10)	180.2 (10)	145.2 (14)
15	デメコルシン	C ₂₁ H ₂₅ NO ₅	477-30-5	4.66	371.1733	[M+H] ⁺	372.3 (30)	310.4 (22)	340.6 (18)	
16	ストロファンチジン	C ₂₃ H ₃₂ O ₆	66-28-4	5.75	404.2199	[M+H] ⁺	405.4 (20)	359.6 (10)	369.5 (10)	341.5 (14)
17	グロリオシン	C ₂₁ H ₂₃ NO ₆	7411-12-3	5.81	385.1525	[M+H] ⁺	386.3 (38)	282.5 (26)	310.4 (26)	267.5 (38)
18	コンバトキシシ	C ₂₉ H ₄₂ O ₁₀	508-75-8	5.81	550.2778	[M-H] ⁻	549.5 (38)	385.5 (18)	403.5 (16)	
19	コルヒチン	C ₂₂ H ₂₅ NO ₆	64-86-8	5.92	399.1682	[M+H] ⁺	400.3 (42)	358.4 (22)	310.4 (28)	326.4 (26)
20	α-チャコニン	C ₄₅ H ₇₃ NO ₁₄	20562-03-2	5.97	851.5031	[M+H] ⁺	852.8 (100)	98.1 (72)	706.8 (66)	398.5 (70)
21	メサコニチン	C ₃₃ H ₄₅ NO ₁₁	2752-64-9	5.97	631.2993	[M+H] ⁺	632.5 (56)	105.3 (62)	572.3 (34)	
22	α-ソラニン	C ₄₅ H ₇₃ NO ₁₅	20562-02-1	5.98	867.4980	[M+H] ⁺	868.8 (62)	98.1 (76)	398.5 (72)	
23	ジェルビン	C ₂₇ H ₃₉ NO ₃	469-59-0	5.99	425.2930	[M+H] ⁺	426.5 (50)	114.3 (36)	109.2 (32)	84.3 (36)
24	ヒパコニチン	C ₃₃ H ₄₅ NO ₁₀	6900-87-4	6.11	615.3043	[M+H] ⁺	616.5 (50)	556.7 (34)	105.2 (68)	524.7 (40)
25	アコニチン	C ₃₄ H ₄₇ NO ₁₁	302-27-2	6.15	645.3149	[M+H] ⁺	646.5 (54)	105.2 (60)	586.8 (34)	
26	プロトベラトリンA	C ₄₁ H ₆₃ NO ₁₄	143-57-7	6.16	793.4249	[M+H] ⁺	794.6 (58)	776.8 (40)	658.8 (56)	758.8 (42)
27	ベラトラミン	C ₂₇ H ₃₉ NO ₂	60-70-8	6.21	409.2981	[M+H] ⁺	410.5 (42)	295.5 (28)	84.2 (30)	114.3 (32)
28	ジュサコニチン	C ₃₅ H ₄₉ NO ₁₂	16298-90-1	6.23	675.3255	[M+H] ⁺	676.4 (54)	135.2 (80)	616.6 (36)	
29	シクロバミン	C ₂₇ H ₄₁ NO ₂	4449-51-8	6.50	411.3137	[M+H] ⁺	412.5 (44)	109.3 (34)	114.3 (30)	84.3 (36)
30	ベラトリン	C ₃₂ H ₄₉ NO ₉	62-59-9	6.51	591.3407	[M+H] ⁺	592.5 (66)	456.8 (52)	188.4 (68)	162.4 (76)
31	シマリン	C ₃₀ H ₄₄ O ₉	508-77-0	6.59	548.2985	[M+H] ⁺	549.4 (20)	359.4 (16)	341.7 (20)	369.5 (16)
32	ジゴキシシ	C ₄₁ H ₆₄ O ₁₄	20830-75-5	7.03	780.4296	[M+NH ₄] ⁺	798.7 (18)	97.2 (36)	651.8 (14)	
33	アリストロキア酸II	C ₁₆ H ₉ NO ₆	475-80-9	7.59	311.0430	[M+NH ₄] ⁺	329.2 (16)	268.3 (10)	294.2 (10)	238.2 (22)
34	ククルピタシンB	C ₃₂ H ₄₆ O ₈	6199-67-3	7.63	558.3193	[M+NH ₄] ⁺	576.5 (18)	499.7 (14)	481.7 (18)	
35	ククルピタシンE	C ₃₂ H ₄₄ O ₈	18444-66-1	7.73	556.3036	[M+NH ₄] ⁺	574.5 (16)	497.6 (16)	479.6 (24)	
36	アリストロキア酸I	C ₁₇ H ₁₁ NO ₇	313-67-7	7.79	341.0536	[M+NH ₄] ⁺	359.2 (16)	298.4 (12)	342.4 (8)	324.4 (14)
37	ジギトキシシ	C ₄₁ H ₆₄ O ₁₃	71-63-6	8.29	764.4347	[M+NH ₄] ⁺	782.7 (18)	97.3 (40)	505.5 (20)	635.6 (20)

室内精度を求めた。当該ガイドラインの目標値(添加濃度 >0.1 μg/g のとき)は、真度 (%) は 70~120、併行精度 (RSD%) は<10、室内精度 (RSD%) は<15 である。なお、定量はマトリックス検量線 (1, 2.5, 5, 10, 25, 50 ng/mL) を用いた。マトリックス検量線は、ブランク試料を抽出、精製し、10 mL に定容する前の試験溶液を 100 μL ずつガラス製バイアルに入れ、0.2%トリクロロ酢酸 8%メタノール溶液を用いて段階希釈した各濃度の混合標準溶液 (10, 25, 50, 100, 250, 500 ng/mL) を 100 μL 加え、さらに蒸留水 800 μL を加え作製した。

3 結果

3・1 試料マトリックスの測定への影響

LC-MS/MSを用いた分析では分析対象成分と共存する試料マトリックスの測定への影響がしばしば問題となるため、各食品のマトリックス標準溶液とその濃度に相当する溶媒標準溶液の比を求め、試料マトリックスの測定への影響を評価した。その結果を表3に示す。

サンギニン、リコリン、ギンコトキシシ、ガラタミン、リコラミン、コニイン、フェブリフジン、スコボラミン、アミグダリン及びアトロピンの10成分は100±20%以内となり、試料マトリックスの測定への影響は小さかった。一

表3 試料マトリックスの測定への影響 (2 併行)

No.	分析対象成分	マトリックス標準/溶媒標準 面積比 (%)	
		ハウレンソウ	カレー
1	ニコチン	130.3	142.8
2	サンギニン	97.4	103.3
3	リコリン	101.8	102.5
4	ギンコトキシソ	116.3	114.2
5	リナマリン	55.4	79.7
6	ガラタミン	97.8	93.8
7	リコラミン	102.2	100.1
8	コニソ	119.4	110.8
9	フェブリフジン	116.6	99.3
10	スコボラミン	106.6	96.5
11	アミグダリン	90.2	91.0
12	アトロピン	107.3	99.7
13	アニサチソ	128.5	101.0
14	ブルナシソ	120.1	121.9
15	デメコルシソ	171.4	140.8
16	ストロファンチジン	105.9	123.8
17	グロリオシソ	166.6	203.9
18	コンバラトキシソ	208.2	152.4
19	コルヒチソ	135.0	97.5
20	α -チャコニソ	202.6	.*
21	メサコニチソ	240.5	178.5
22	α -ソラニソ	181.0	.*
23	ジェルビソ	219.6	178.9
24	ヒパコニチソ	195.3	125.9
25	アコニチソ	304.6	196.2
26	プロトベラトリンA	251.6	179.3
27	ベラトラミン	229.8	187.7
28	ジュサコニチソ	196.1	163.1
29	シクロパミン	200.2	205.4
30	ベラトリン	312.6	269.1
31	シマリン	193.7	220.1
32	ジゴキシソ	215.4	185.9
33	アリストロキア酸II	163.1	147.8
34	ククルビタシソB	234.3	196.1
35	ククルビタシソE	165.9	178.9
36	アリストロキア酸I	80.8	73.3
37	ジギトキシソ	102.0	121.5

※-: ブランク試料から分析対象成分が検出されたため評価できなかった。

方、リナマリン及びアリストロキア酸IIは試料マトリックスによるイオン化抑制が認められ、アニサチソ及びコルヒチソはハウレンソウで、ジギトキシソはカレーで、他の成分はハウレンソウとカレーの両方で試料マトリックスによるイオン化促進が認められた。

なお、カレーのブランク試料から α -ソラニソ及び α -チャコニソが検出されたため、これら成分の試料マトリックスの測定への影響は評価できなかった。

今回、37成分中27成分で試料マトリックスの測定への影響が認められたことから、添加回収試験ではマトリックス検量線を用いて定量することにした。

3・2 添加回収試験による妥当性確認

植物性自然毒 37 成分の迅速一斉分析法の妥当性確認結果を表4に示す。

ハウレンソウを試料として検討した場合、真度 (%) は 66.6~139.7、併行精度 (RSD%) は 2.4~27.1、室内精度 (RSD%) は 5.1~44.7 となり、ガイドラインの目標値を満たしたのは 15 成分であった。

次に、カレーを試料として検討した場合、真度 (%) は 70.6~146.4、併行精度 (RSD%) は 1.6~22.3、室内精度 (RSD%) は 2.9~45.1 となり、ガイドラインの目標値を満たしたのは 18 成分であった。

いずれの試料においてもガイドラインの目標値を満たしたのは、ニコチン、サンギニン、リコリン、ガラタミン、シクロパミン、プロトベラトリン A、メサコニチソ、アコニチソ、ヒパコニチソ及びククルビタシソ B の 10 成分であった。

4 まとめ

植物性自然毒 37 成分の迅速一斉分析法を整備し、妥当性を確認した。本分析法の性能は、真度 (%) は 66.6~146.4、併行精度 (RSD%) は 1.6~27.1、室内精度 (RSD%) は 2.9~45.1 であり、ハウレンソウは 15 成分、カレーは 18 成分が「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドライン」⁹⁾の目標値を満たすことが確認された。

本分析法は、定量法としては精度に課題が残るが、37 成分中 32 成分は真度の目標値を満たすことからスクリーニング検査法としては有用である。今後、より精確な測定を目指し、試験溶液の希釈や前処理法の検討による試料マトリックスの測定への影響の回避や、精密質量を測定する LC-Q-TOF/MS 等の使用を検討したい。

表4 妥当性確認結果

No.	分析対象成分	ハウレンソウ			カレー		
		真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)	真度 (%)	併行精度 (%)	室内精度 (%)
1	ニコチン	87.4	4.2	5.1	102.2	1.6	4.8
2	サンギニン	87.3	7.3	7.6	97.5	2.4	2.9
3	リコリン	82.5	3.7	5.1	94.7	3.4	4.9
4	ギンコトキシン	77.2	11.2	12.6	90.6	2.5	2.9
5	リナマリ	86.2	5.0	8.3	101.8	6.3	20.6
6	ガラントミン	83.2	4.5	6.6	90.3	5.0	5.2
7	リコラミン	110.5	15.4	17.8	95.6	3.0	7.9
8	コニイン	86.7	12.1	13.2	94.0	2.3	3.6
9	フェブリフジン	97.8	14.7	17.8	94.4	5.6	19.0
10	スコボラミン	86.5	18.7	21.5	104.7	3.8	9.5
11	アミグダリン	87.4	10.4	11.1	103.4	21.1	22.6
12	アトロピン	94.8	13.9	14.6	105.1	4.2	10.2
13	アニサチン	107.0	8.8	10.9	80.6	19.4	21.8
14	ブルナシン	84.9	9.6	14.1	91.9	19.9	25.6
15	デメコルシン	134.6	10.8	35.6	143.6	7.0	37.0
16	ストロファンチジン	85.9	19.8	20.7	86.7	4.9	10.9
17	グロリオシン	126.4	7.6	44.7	146.4	7.9	45.1
18	コンバトキシ	86.4	23.2	23.3	100.5	17.1	17.3
19	コルヒチン	139.7	11.0	35.0	138.7	10.3	41.3
20	α -チャコニン	81.8	7.4	8.5	-*	-*	-*
21	メサコニチン	81.1	6.3	7.2	79.5	8.9	14.2
22	α -ソラニン	112.2	23.3	27.6	-*	-*	-*
23	ジェルビン	89.2	22.0	23.3	90.3	12.3	13.0
24	ヒパコニチン	78.9	4.9	5.7	85.2	4.4	5.2
25	アコニチン	80.0	2.4	5.3	84.8	5.4	8.1
26	プロトベラトリンA	79.6	6.4	7.8	96.1	2.8	5.0
27	ベラトラミン	81.2	11.4	11.5	88.7	2.9	3.6
28	ジェサコニチン	78.4	11.4	11.5	87.8	3.0	4.3
29	シクロパミン	71.1	4.4	6.6	75.1	4.2	6.0
30	ベラトリン	78.1	9.9	13.4	107.9	11.5	12.7
31	シマリン	118.7	24.6	29.5	74.0	19.5	43.2
32	ジゴキシ	77.8	24.8	30.6	72.6	11.1	25.3
33	アリストロキア酸II	66.6	27.1	34.9	73.2	22.3	27.7
34	ククルピタシンB	78.7	4.4	9.2	86.7	5.7	8.0
35	ククルピタシンE	73.6	20.9	23.4	94.7	20.2	26.7
36	アリストロキア酸I	69.8	12.0	17.8	70.7	10.7	12.1
37	ジギトキシ	79.1	25.3	27.2	70.6	13.2	22.2

※ -: ブランク試料から分析対象成分が検出されなかったため評価できなかった。

※ガイドラインの目標値：真度70～120%、併行精度<10、室内精度<15

文献

- 厚生労働省ホームページ：食中毒統計資料 (https://www.mhlw.go.jp/stf/seisakunitsuite/bunya/kenkou_iryuu/shokuhin/syokuchu/04.html)
- 南谷臣昭：植物性自然毒の多成分同時分析法の開発，令和元年度厚生労働科学研究費補助金 食品の安全確保推進研究事業 植物性自然毒による食中毒対策の基盤整備のための研究 研究分担報告書，10-78，2019
- 茶屋真弓，原田卓也，吉田純一：LC/MS/MSによる植物性自然毒の迅速一斉分析法の検討，鹿児島県環境保健センター所報，67-71，2018
- 山口菜穂ら：LC/MS/MSによる植物性自然毒の迅速一斉分析法の開発，熊本県保健環境科学研究所報，48-55，2017

- 村上太郎ら：LC-MS/MSによる植物性自然毒の迅速一斉分析法の検討，大阪市立環科研報告平成28年度第79集，17-22，2017
- 平成22年12月24日付け食安発第1224第1号 厚生労働省医薬食品局食品安全部長通知「食品中に残留する農薬等に関する試験法の妥当性評価ガイドラインの一部改正について」
- 望月直樹：食の安全におけるLC-MS/MS分析の問題点，薬学雑誌，131(7)，1019-1025，2011