

【別紙 1】

「令和 4 年度保健医療と福祉の事例発表会」配付資料

題名	植物性自然毒の多成分一斉分析法の検討
所属（職名）	茨城県衛生研究所 理化学部（主任）
氏名	○櫻井 正晃、湯浅 全世
はじめに	<p>当所では、食中毒や有症苦情等の事案について、保健所等を通じて持ち込まれる食品等について理化学検査を行い、原因究明を図っている。</p> <p>食中毒全体の発生件数に占める自然毒による食中毒の割合は低いが、1回の喫食量が少量でも症状が重篤化しやすく致死的になる場合もあり、原因究明のため早急に検査結果を出すことが求められている。</p> <p>植物性自然毒中毒は、県内でも過去に多数発生しており、今後も様々な植物性自然毒中毒の発生が予想される。このような事態に対応するため、LC/MS/MS（タンデム四重極質量分析計）で多数の自然毒を一度に分析可能な迅速一斉分析法を検討したので報告する。</p>
目的	植物性自然毒成分を検出できる多成分一斉分析法の確立
内容	<p>（1）対象成分 全国的に食中毒事例が多い7植物（イヌサフラン、スイセン、バイケイソウ、チョウセンアサガオ、ハシリドコロ、トリカブト、ジャガイモ）の有毒成分11種（コルヒチン、リコリン、ベラトラミン、ジェルビン、アトロピン、スコポラミン、アコニチン、メサコニチン、ヒパコニチン、ソラニン、チャコニン）を選定した。</p> <p>（2）試料 装置条件検討用として市販のハウレンソウを、加工食品の前処理検討用試料として、市販のレトルトカレーと冷凍餃子を用いた。</p> <p>（3）試験溶液の調製 試料を細切し、その5gに0.1%ギ酸含有メタノール（以下、「含有メタ」という。）20mLを加えホモジナイズした後、遠心分離、吸引ろ過し、残渣を再度含有メタ10mLでホモジナイズ、吸引ろ過を行った。この溶液を含有メタで希釈し、0.2μmフィルターでろ過したものをLC-MS/MS用の試験溶液とした。</p> <p>加工食品については、2通りの方法で調製した。</p> <p>①脱脂のみ 試料1gにメタノール10mLとn-ヘキサンを10mL加えた。ホモジナイズしたのちに遠心分離を行い、下層（メタノール層）を0.2μmフィルターでろ過したものを試験溶液とした。</p>

②脱脂＋除タンパク

試料1gにメタノールと10%(w/v)トリクロロ酢酸溶液を加えた。ホモジナイズしたのちに遠心分離を行い、上清を取り、メタノールを加えて正確に50mLに定容した。この溶液を取り、固相カラムで精製し水で希釈したものを試験溶液とした。

(4) 装置及び測定条件

前処理の方法に関わらず、表1のとおり。

表1 装置及び分析条件

測定機器	LC: ACQUITY UPLC I-Class	
	MS: XevoTQD	
カラム	Imtakt Scherzo SM-C18(2.0×150mm、3µm)	
移動相	(A)10mMギ酸アンモニウム溶液 (B)アセトニトリル	
流速	0.3mL/min	カラム温度: 40°C
グラジエント	(B)10%(0-0.5min)→40%(10min) →80%(15-20min)→10%(20.1-25min)	
試料注入量	1.0µL	
イオン化法	ESI(+)	測定モード MRM
ソース温度	150°C	脱溶媒ガス温度 500°C

成果

検討した条件で全 11 成分の標準溶液を混合し、測定したところ、全成分について良好な分離となり、一斉分析可能な LC-MS/MS の条件が得られた。

また、レトルトカレーや冷凍餃子のように脂肪分や香辛料等の夾雑物の多い加工食品でも、前処理を加えることで分析できるようになった。

結果として、食中毒発生件数が多い有毒植物中に含まれている植物性自然毒成分計 11 成分について、一斉分析法を用いて測定できるようになった。

まとめ

検討した一斉分析法が有効であること、また、レトルトカレーや餃子のような加工食品については、脱脂・除タンパクの操作を加えることで一斉分析法が可能であることを確認した。これにより、食品について、試料の前処理から機器分析・解析まで 60 分程度で行うことが可能となった。今後、有毒植物が原因と考えられる食中毒事案が発生した際に活用していきたい。