

2004年に東北地域で収集したリンゴジュースの安全性確認

渡辺 満・清水 恒

(東北農業研究センター)

Evaluation of safety for apple juices marketed in Tohoku district, Japan on 2004

Mitsuru WATANABE and Hisashi SHIMIZU

(National Agricultural Research Center for Tohoku Region)

1 はじめに

リンゴジュース等のリンゴ加工品は、リンゴ青カビ病菌 (*Penicillium expansum*) が産生するマイコトキシン “パツリン” によって汚染される可能性があることは世界的に広く認識されており、多くの国でリンゴ加工品のパツリン含量の規制値が設定されていた。我が国でも2002年に厚生労働省が $50 \mu\text{g}/\text{kg}$ (ppb) の規制値を決定し、2003年7月のコーデックス総会でも同量の基準値が採択された。

本研究では、2003年に引き続き東北地域で収集した国産果実を原料とするリンゴジュースのパツリン含量の測定、及びパツリン産生菌を接種したリンゴのパツリン量と病斑の大きさとの関係を調査した。

2 試験方法

(1) 製品の収集

東北地域内の小売店から、国産果実を原料とする混濁・透明タイプのリンゴジュース156点を収集した。

(2) パツリン分析

AOAC2000.02法に順じ、下記の通り実施した。リンゴジュースを酢酸エチルで抽出後、炭酸ナトリウムで酸性物質の除去を行い、硫酸ナトリウムで脱水した。これを減圧濃縮・乾固し、pH4の酢酸水に溶解して試料液とした。定量は、ODSカラムを接続したHPLCで276nmにより検出した。溶離液は、0.095%過塩素酸：アセトニトリル＝97:3。LC-MSはAPCIイオン化法、ネガティブイオンモードで測定した。

(3) パツリン産生菌 (*Penicillium expansum*) を接種したリンゴの調製とパツリン分析

リンゴ果実から分離したパツリン産生菌 (*Penicillium expansum*) の胞子をリンゴ「王林」果実に有傷接種し、25℃でインキュベートした。接種後21日目まで3日毎にサンプリングしてジュースを調製し、上記手順によりパツリンを抽出した。

3 試験結果及び考察

(1) パツリン分析の検出限界と定量限界

AOAC2000.02法により、パツリンはジュース中に多量に含まれる5-HMF (ヒドロキシメチルフルフラール) のピークと良好に分離した (図1)。検出されたパツリンのピークのS/N比の計算から検出限界 (S/N比3) 及び定量限界 (S/N比10) をそれぞれ $4 \mu\text{g}/\text{L}$ 、 $10 \mu\text{g}/\text{L}$ とした。また、LC-MSでもパツリンの脱プロトン化分子 $153.0216 (m/z) [M-H]^-$ が検出され (図2)、最終確認の実施が可能となった。

(2) 収集したリンゴジュースのパツリン分析

収集製品の中で、1点に定量限界を超えるパツリンが $21 \mu\text{g}/\text{L}$ の濃度で検出されたが、コーデックスの基準値は超えておらず、また残り155点には検出されなかった (図3)。

(3) パツリン産生菌接種リンゴのパツリン量の推移

パツリン産生菌を接種したリンゴでは、接種後6日目からパツリンの産生が認められ、その後急激に増加した (表1)。接種後6日目では病斑面積が $2.7 \pm 1.1 \text{cm}^2$ (平均値 $\pm$ SD) 程度であり (図4)、打撲による褐変と見間違う可能性があることが示された。

4 まとめ

東北地域で収集したリンゴジュースには、2003年の結果と同様、コーデックスの基準値を超える製品は認められなかった。パツリン産生菌を接種したリンゴでは、小さな病斑でもパツリンが産生される場合があるため、選果の徹底が必要である。

引用文献

- 1) Watanabe, M. and Shimizu, H. 2005. Detection of patulin in apple juices marketed in the Tohoku district, Japan. Journal of Food Protection, 68: 610-612.

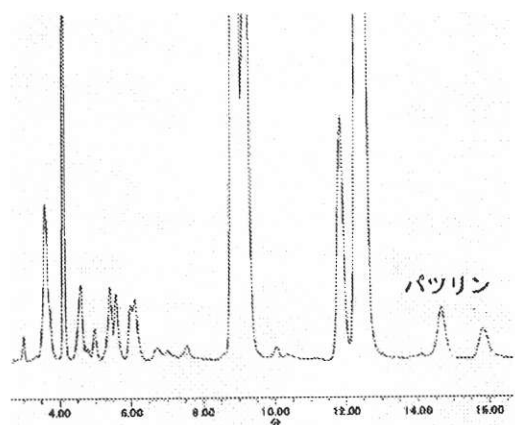


図 1 パツリン含有リンゴジュース抽出物の HPLC クロマトグラム
検出限界 (SN 比 3) : 4 $\mu\text{g/kg}$
定量限界 (SN 比 10) : 10 $\mu\text{g/kg}$

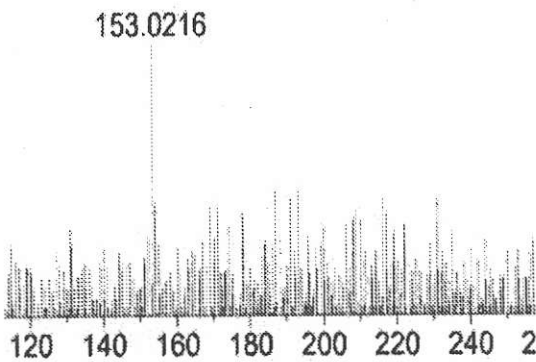


図 2 LC-MS によるパツリンの確認

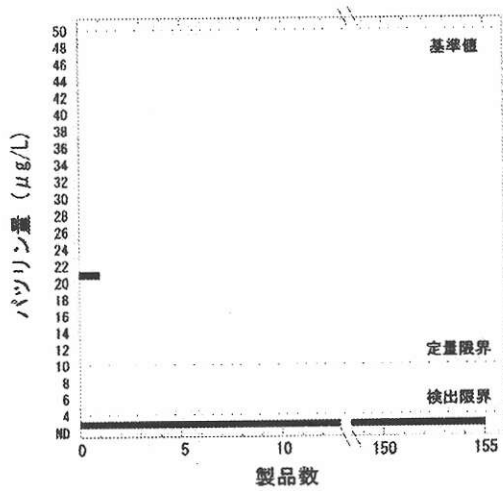


図 3 2004 年に収集した国産果実使用リンゴジュースのパツリン含量

表 1 *Penicillium expansum* 接種後のリンゴから調製したジュースのパツリン量の推移

接種後日数	0	3	6	9	12	15	18	21
パツリン ($\mu\text{g/L}$)	ND	ND	16	31	408	1452	9891	21314
SD			12	21	122	1738	4606	11704

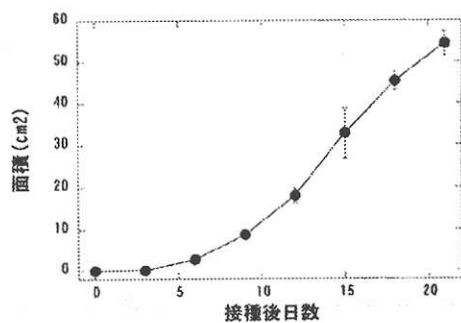


図 4 *Penicillium expansum* を接種したリンゴでの病斑面積の推移