

LC/MS/MS による実用的な麦汚染かび毒一斉分析法

【要約】

この分析法では、高速液体クロマトグラフタンデム型質量分析装置（LC/MS/MS）を用いることで、代表的な麦汚染かび毒であるデオキシニバレノール、ニバレノール、T-2 トキシン、HT-2 トキシン、ゼアラレノンを一斉分析できます。室間共同試験により妥当性が確認されている実用的な分析法です。

【背景・目的】

麦類はフザリウム属菌が産生する複数のかび毒に同時に汚染されることがありますが、複数のかび毒を一斉に高感度で分析する方法はありませんでした。そこで、高速液体クロマトグラフタンデム型質量分析装置（LC/MS/MS）を用いてフザリウム属菌が産生するかび毒 5 種類（デオキシニバレノール、ニバレノール、T-2 トキシン、HT-2 トキシン、ゼアラレノン）を一回の測定で高感度で定量できる分析方法を開発しました。

【成果の内容・特徴】

1. 本分析手法では、図 1 に示す 5 種類の麦汚染かび毒について高速液体クロマトグラフタンデム型質量分析装置（LC/MS/MS）を用いて一斉分析できます。
2. 本分析手法は、AOAC インターナショナルの「試験室間共同試験のガイドライン」を参照して実施された室間共同試験により妥当性が確認されています。12 機関に本分析手法を提供し、かび毒添加麦を用いた添加回収試験を行ったところ、全ての条件（3 濃度レベル、小麦・大麦）において良好な室間再現性（HorRat < 2）が確認されています。例として、DON に関する試験結果を表 1 に示します。T-2 に関しては、小麦の自然汚染試料を分析した場合でも良好な室間再現性が得られています。
3. LC/MS/MS によるかび毒の一斉分析法は多数報告されています。しかしながら DON, NIV, ZEA, T-2, HT-2 を一斉分析可能で室間共同試験による妥当性確認がなされた分析手法は従来報告例がなく、本成果が国内外を通じて最初の例です。

【文献・特許】

- 1) Nakagawa, H., *et al.*, Journal of AOAC International, in submission.

【研究担当者氏名（所属機関名）】

中川博之（農研機構食品総合研究所）

【具体的成果】

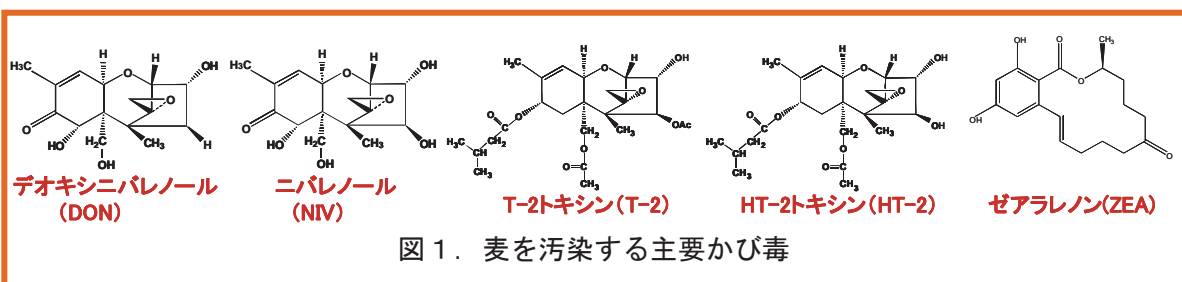


図 1. 麦を汚染する主要かび毒



赤かび病に感染した麦

LC/MS/MSIによる一斉分析

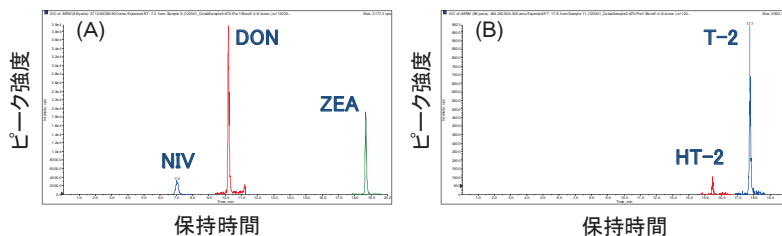
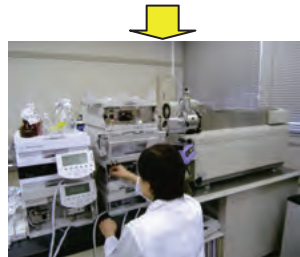


図 2. かび毒添加小麦の LC/MS/MS クロマトグラム (A : 負イオン化条件、B : 正イオン化条件)

表 1 室間共同試験結果 (DON)

材料名(マトリックス)	低濃度(40 μg/kg)		中濃度(100 μg/kg)		高濃度(1000 μg/kg)	
	小麦	大麦	小麦	大麦	小麦	大麦
参加試験室数	12	12	12	12	12	12
有効試験室数	12	10	12	11	12	12
各試験室の併行測定回数	2	2	2	2	2	2
平均値	37.4	39.3	92.4	96.7	955.4	997.6
回収率 (%)	93.5	98.3	92.4	96.7	95.5	99.8
併行標準偏差 Sr (%)	4.0	4.2	5.8	10.1	64.1	85.4
併行相対標準偏差 RSDr (%)	10.6	10.6	6.3	10.4	6.7	8.6
室間再現標準偏差 S _R	8.0	5.3	17.0	19.3	140.7	142.8
室間再現相対標準偏差 RSD _R (%)	21.4	13.4	18.4	20.0	14.7	14.3
HorRat (Horwitz ratio)	1.0	0.6	0.8	0.9	0.9	0.9

HorRat < 2 であれば、分析値の室間再現精度は許容範囲内とみなされます。

表 1 の DON の室間共同試験結果では全ての条件で HorRat < 2 が確認されました。