

## アセチル化デオキシニバレノールの分析法の妥当性確認試験概要

### 1. 方法

#### (1) 試料

DON 無汚染小麦、自然汚染小麦及び自然汚染トウモロコシを TRILOGY 社から購入し、無汚染小麦は 250 g、自然汚染小麦とトウモロコシは 30 g をそれぞれ袋詰めし、各機関に送付した。

#### (2) 標準品及び添加用液の調製

DON、3ADON 及び 15ADON の粉末試薬 (Sigma-Aldrich 製) をアセトニトリルに溶解した。さらに各溶液を等量ずつ分取し、各 10 µg/mL になるようアセトニトリルで希釈し、DON、3ADON 及び 15ADON の 3 種混合標準液とした。また、DON、3ADON 及び 15ADON の添加濃度が高濃度 (それぞれ 150 ng/g)、中濃度 (それぞれ 50 ng/g)、低濃度 (それぞれ 10 ng/g) になるよう添加用 DON、3ADON 及び 15ADON の 3 種混合溶液を調製した。

#### (3) 多機能カラム

昭和電工株式会社製 Autoprep® MF-T 1500 を用いた。

#### (4) 分析方法

[アセチル化 DON の分析法\(2012-05\)](#)を参照のこと。

### 2 参加機関名 (敬称略)

一般財団法人 化学物質評価研究機構

株式会社 島津製作所

株式会社 日清製粉グループ本社

川崎市衛生研究所

キューピー株式会社

キリングroupオフィス株式会社

財団法人 食品環境検査協会

財団法人 日本食品分析センター

台湾食品医薬品局

独立行政法人 農林水産消費安全技術センター

(あいうえお順)

### 3. 結果

9機関のデータ (1機関のデータは無効とした) について統計的パラメーターを算出した結果を表1~3に示す。

- ・回収率について

機関毎でばらつきは認められるものの、3種全てにおいて回収率は80～100%の範囲に収まり、クライテリア（70～110%）を満たした。

- ・HorRat値について

DONは0.4～0.9、3ADONは0.5～0.8、15ADONは0.6～1.2の範囲に収まり、2.0を超えるサンプルは認められなかった。

#### 4. 評価

カビ毒試験法評価委員会に評価を依頼した。その結果を以下に記載する。

小麦及びトウモロコシ中のDON、3ADON及び15ADONの試験法について、前処理に多機能カラムを用い、測定をLC-MS/MSで行う方法の妥当性を10機関で検証した結果、10～150 ng/gの濃度の間であればその妥当性はあると考える。ただし、併行標準偏差 $S_r$ に対する室間再現標準偏差 $S_R$ の割合が2を大きく上回るサンプルが認められている（通常1.5～2の範囲に収まる）ことから、分析法に問題点が残されている可能性があり、今後改良を行う必要がある。

表 1 DON の統計的パラメーター

Laboratory	Spiked sample				Naturally contaminated wheat ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
	Blank	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$	50 $\mu\text{g}/\text{kg}$	150 $\mu\text{g}/\text{kg}$	
Mean ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	3.3	13.5	53.3	157.2	811.2
Mean recovery (%)	-	98.8	99.8	102.6	-
Outlier (Cochran parameters)	-	0	0	0	0
Outlier (single Grubbs parameters)	-	0	0	0	1
Outlier (paired Grubbs parameters)	-	1	0	0	0
Repeatability relative SD [ $\text{RSD}_r, \%$ ]	-	9.0	7.5	11.3	7.2
Reproducibility relative SD [ $\text{RSD}_R, \%$ ]	-	12.4	22.6	19.1	9.5
HorRaT	-	0.4	0.9	0.9	0.6

注釈：HorRat について、添加濃度が 100  $\mu\text{g}/\text{kg}$  未満のサンプルについては Horwitz の修正式を用いて算出を行った。

表 2 3ADON の統計的パラメーター

Laboratory	Spiked sample				Naturally contaminated wheat ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
	Blank	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$	50 $\mu\text{g}/\text{kg}$	150 $\mu\text{g}/\text{kg}$	
Mean ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	-	8.9	49.4	139.3	9.7
Mean recovery (%)	-	89.3	98.7	92.9	-
Outlier (Cochran parameters)	-	1	0	0	0
Outlier (single Grubbs parameters)	-	0	0	0	0
Outlier (paired Grubbs parameters)	-	0	0	0	0
Repeatability relative SD [ $\text{RSD}_r, \%$ ]	-	5.3	8.9	9.5	6.7
Reproducibility relative SD [ $\text{RSD}_R, \%$ ]	-	18.0	17.2	16.5	16.1
HorRaT	-	0.6	0.7	0.8	0.5

注釈：HorRat について、添加濃度が 100  $\mu\text{g}/\text{kg}$  未満のサンプルについては Horwitz の修正式を用いて算出を行った。

表 3 15ADON の統計的パラメーター

Laboratory	Spiked sample				Naturally contaminated wheat ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
	Blank	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$	50 $\mu\text{g}/\text{kg}$	150 $\mu\text{g}/\text{kg}$	
Mean ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	-	8.5	45.0	128.2	23.7
Mean recovery (%)	-	84.9	90.0	85.4	
Outlier (Cochran parameters)	-	0	0	0	0
Outlier (single Grubbs parameters)	-	0	0	0	0
Outlier (paired Grubbs parameters)	-	0	0	0	0
Repeatability relative SD [ $\text{RSD}_r, \%$ ]	-	6.2	6.4	11.2	7.3
Reproducibility relative SD [ $\text{RSD}_R, \%$ ]	-	26.2	27.2	25.8	17.0
HorRaT	-	0.8	1.1	1.2	0.6

注釈：HorRat について、添加濃度が 100  $\mu\text{g}/\text{kg}$  未満のサンプルについては Horwitz の修正式を用いて算出を行った。