

## フモニシン類の分析法の妥当性確認試験概要

### 1. 方法

#### (1) 試料

フモニシン無汚染小麦及び2種類の自然汚染小麦を TRILOGY 社から購入し、無汚染小麦は 250 g、自然汚染小麦は 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

各フモニシンの粉末試薬（和光純薬製）を 50%アセトニトリル水に溶解した。さらに各フモニシン溶液を等量ずつ分取し、各 10 µg/mL になるよう 50%アセトニトリル水で希釈し、FB1、FB2 及び FB3 の 3 種混合標準液とした。また、FB1、FB2 及び FB3 の添加濃度が高濃度（それぞれ 1000、100、100 ng/g）、中濃度（それぞれ 500、50、50 ng/g）、低濃度（それぞれ 100、10、10 ng/g）になるよう添加用 FB1、FB2 及び FB3 の 3 種混合溶液を調製した。

#### (3) 強塩基性陰イオン交換体ミニカラム

妥当性試験においては、Varian 社製 BOND ELUT LRC-SAX と GL Sciences 社製 InertSep LSC SAX の 2 種のカラムを用い、比較検討した。

#### (4) 分析方法

[フモニシン類の分析法\(2012-5\)](#)を参照のこと。

### 2. コラボラティブスタディ参加機関名（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

協同飼料株式会社

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  
財団法人 マイコトキシン検査協会  
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

11 機関のデータ（無効データは無し）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

平均値は FB1 で 79.7～85.2%、FB2 で 78.6～92.8%、FB3 で 79.0～83.1%の範囲に収まり、2 種のイオン交換カラム共にクライテリア（70～110%）を満たした。

なお、添加試験に用いた小麦が低レベルではあるが自然汚染されていた（FB1：23 ng/g、FB2：10 ng/g、FB3：3 ng/g）ために、FB1 と FB2 の低濃度側(10 ng/mL)の値にばらつきが見られた。回収率の算出を行う際には、機関毎にブランクの値を差し引いた。

#### ・HorRat について

FB1 は 0.3～0.6（ブランク、自然汚染サンプルも含む）、FB2 は 0.5～1.4、FB3 は 0.4～1.2 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。

小麦中のフモニシン B1、B2 及び B3 の試験法について、前処理に強塩基性陰イオン交換体カラムを用い、測定を LC-MS/MS で行う方法の妥当性を 11 機関により検証した結果、フモニシン B1 は 100 から 1000 ng/g、フモニシン B2 及び B3 は 10 から 100 ng/g の濃度の間であればその妥当性はあると考える。また、2 種類の強塩基性陰イオン交換体カラムにおける有意な分析値の差は認められず、両者とも分析法に使用するのに問題はないと判断する。

表 1

## Fumonisin B1

	BOND ELUT LRC-SAX						InertSep™ LSC SAX					
	Spiked sample				Naturally contaminated wheat		Spiked sample				Naturally contaminated wheat	
	Blank	100 µg/kg	500 µg/kg	1000 µg/kg	Sample 1	Sample 2	Blank	100 µg/kg	500 µg/kg	1000 µg/kg	Sample 1	Sample 2
Mean (µg/kg)	22.7	107.9	440.1	852.6	610.3	1185.2	22.9	106.9	421.5	829.7	578.1	1103.7
Mean recovery (%)	-	85.2	83.5	83.0	-	-	-	84.1	79.7	80.7	-	-
Outlier (Cochran test)	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Outlier (single Grubbs test)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Outlier (paired Grubbs test)	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Repeatability												
Repeatability SD [Sr]	2.7	5.6	35.2	31.5	35.2	55.1	3.7	7.5	32.6	45.8	27.9	54.9
Repeatability relative SD [RSDr,%]	12.1	5.2	8.0	3.7	5.8	4.6	16.4	7.0	7.7	5.5	4.8	5.0
Repeatability value [r(2.8*Sr)]	7.7	15.7	98.6	88.1	98.7	154.3	10.5	20.9	91.3	128.1	78.1	153.8
Reproducibility												
Reproducibility SD [SR]	2.9	10.8	42.4	85.9	50.2	79.5	3.4	8.2	36.5	64.9	54.0	111.4
Reproducibility relative SD [RSDR,%]	12.6	10.0	9.6	10.1	8.2	6.7	15.0	7.6	8.7	7.8	9.3	10.1
Reproducibility value [R(2.8*SR)]	8.0	30.2	118.6	240.5	140.4	222.6	9.6	22.8	102.1	181.7	151.3	312.0
HorRaT	0.6	0.4	0.5	0.6	0.5	0.4	0.7	0.3	0.5	0.5	0.5	0.6

表 2

## Fumonisin B2

	BOND ELUT LRC-SAX						InertSep™ LSC SAX					
	Spiked sample				Naturally contaminated wheat		Spiked sample				Naturally contaminated wheat	
	Blank	10 µg/kg	50 µg/kg	100 µg/kg	Sample 1	Sample 2	Blank	10 µg/kg	50 µg/kg	100 µg/kg	Sample 1	Sample 2
Mean (µg/kg)	10.3	19.1	49.6	91.9	344.3	667.1	10.1	19.4	51.9	92.7	323.8	594.9
Mean recovery (%)	-	87.9	78.6	80.6	-	-	-	92.8	82.7	81.6	-	-
Outlier (Cochran test)	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	0
Outlier (single Grubbs test)	0	0	0	1	1	1	0	0	0	1	1	0
Outlier (paired Grubbs test)	0	0	0	1	1	1	0	0	1	1	1	1
Repeatability												
Repeatability SD [Sr]	1.5	2.6	5.1	5.2	13.6	30.5	1.8	3.0	3.8	6.7	13.2	24.7
Repeatability relative SD [RSDr,%]	15.0	13.6	10.2	5.7	4.0	4.6	17.4	15.4	7.4	7.2	4.1	4.1
Repeatability value [r(2.8*Sr)]	4.3	7.3	14.2	14.7	38.1	85.4	4.9	8.3	10.7	18.7	36.9	69.1
Reproducibility												
Reproducibility SD [SR]	2.7	5.1	12.4	9.6	29.7	64.8	2.8	5.8	9.9	11.3	34.1	122.2
Reproducibility relative SD [RSDR,%]	26.7	26.8	25.1	10.4	8.6	9.7	27.9	30.2	19.0	12.2	10.5	20.5
Reproducibility value [R(2.8*SR)]	7.7	14.3	34.8	26.8	83.1	181.5	7.9	16.4	27.6	31.7	95.5	342.2
HorRaT	1.2	1.2	1.1	0.5	0.5	0.6	1.3	1.4	0.9	0.5	0.6	1.2

表 3

## Fumonisin B3

	BOND ELUT LRC-SAX						InertSep™ LSC SAX					
	Spiked sample				Naturally contaminated wheat		Spiked sample				Naturally contaminated wheat	
	Blank	10 µg/kg	50 µg/kg	100 µg/kg	Sample 1	Sample 2	Blank	10 µg/kg	50 µg/kg	100 µg/kg	Sample 1	Sample 2
Mean (µg/kg)	3.1	11.4	42.7	86.1	94.0	201.0	3.0	11.1	43.8	84.5	89.7	186.2
Mean recovery (%)	-	83.1	79.0	83.0	-	-	-	81.2	81.7	80.1	-	-
Outlier (Cochran test)	0	0	1	0	0	0	0	0	1	0	0	0
Outlier (single Grubbs test)	0	0	0	1	1	1	0	0	0	1	1	1
Outlier (paired Grubbs test)	0	0	0	1	1	1	0	0	1	1	1	1
Repeatability												
Repeatability SD [Sr]	0.5	1.0	2.5	6.1	6.9	10.4	0.5	0.9	2.8	7.8	5.4	8.1
Repeatability relative SD [RSDr,%]	16.3	9.1	5.9	7.1	7.4	5.2	17.4	8.4	6.4	9.2	6.1	4.3
Repeatability value [r(2.8*Sr)]	1.4	2.9	7.0	17.2	19.4	29.0	1.5	2.6	7.9	21.8	15.2	22.6
Reproducibility												
Reproducibility SD [SR]	0.7	3.0	11.1	10.6	8.8	25.1	0.7	2.8	8.8	8.0	8.9	20.3
Reproducibility relative SD [RSDR,%]	24.0	26.1	26.1	12.3	9.3	12.5	22.2	25.6	20.1	9.5	9.9	10.9
Reproducibility value [R(2.8*SR)]	2.1	8.3	31.2	29.7	24.6	70.3	1.9	8.0	24.7	22.5	24.9	56.9
HorRaT	1.1	1.2	1.2	0.5	0.4	0.6	1.0	1.2	0.9	0.4	0.4	0.5