

LC-MS/MS による小麦粉中のデオキシニバレノール、ニバレノールの分析

Analysis of Deoxynivalenol and Nivalenol in wheat flour by LC-MS/MS

トリコテセン系のマイコトキシン(かび毒)であるデオキシニバレノール(DON)及びニバレノール(NIV)は、ムギに寄生するフザリウム属のかびによって産生され、人や家畜に食中毒症状を引き起こします。国内においては、DON について、小麦を対象として 1.1 mg/kg の暫定基準が設定されています。また、家畜飼料に対し、DON について、4.0 mg/kg (生後 3 ヶ月以上の牛への給餌用) 及び 1.0 mg/kg (それ以外の家畜への給餌用) の暫定許容値が設定されています。一方、NIV は、現在、規制値は設定されていませんが、DON よりも急性毒性が高いことが確認されています。今回、飼料分析基準“かび毒の液体クロマトグラフタンデム型質量分析計による一斉分析法”に準拠した分析条件にて、DON、NIV の分離、及び、小麦粉への添加試料の分析を行った例を紹介します。

標準品を用いて検量線を作成した結果、0.01~0.2 mg/L の濃度範囲において、良好な直線性が認められました。また、予めデオキシニバレノール及びニバレノールが検出下限以下であることを確認した小麦粉中に、試料濃度が 100 µg/kg (暫定基準値の 1/10 濃度)になるようにデオキシニバレノールとニバレノールを添加し、飼料分析基準に準拠して添加回収試験を行った結果、81~93 %の回収率が得られました。本分析条件は、飼料分析基準に適合し、小麦粉中の当該物質の分析に十分適用可能であることが示されました。

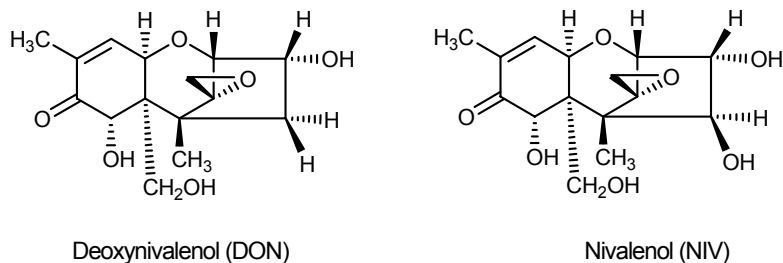


図1 デオキシニバレノール、ニバレノールの構造式

表1 分析条件

LC	Instrument:	1100 series (Agilent Technologies)
	Column:	TSKgel ODS-100V 5µm (2.0 mmI.D. x 15 cm)
	Eluent:	A; 10 mmol/L ammonium acetate B; methanol
	Gradient:	0 min(B 10 %)→1min(B 10%)→20 min(B 80 %)→35 min(B 80 %)
	Flow rate:	0.2 mL/min
	Column temp.:	40 °C
	Injection vol.:	10 µL
MS/MS	Instrument:	API-4000 (MDS SCIEX)
	Ionization:	ESI-Negative
	Ionspray voltage:	4200 V
	Nebulizer gas pressure:	80 psi, N ₂ gas
	Collision gas pressure:	30 psi, N ₂ gas
	m/z:	355/295 (Deoxynivalenol), 371/281 (Nivalenol)

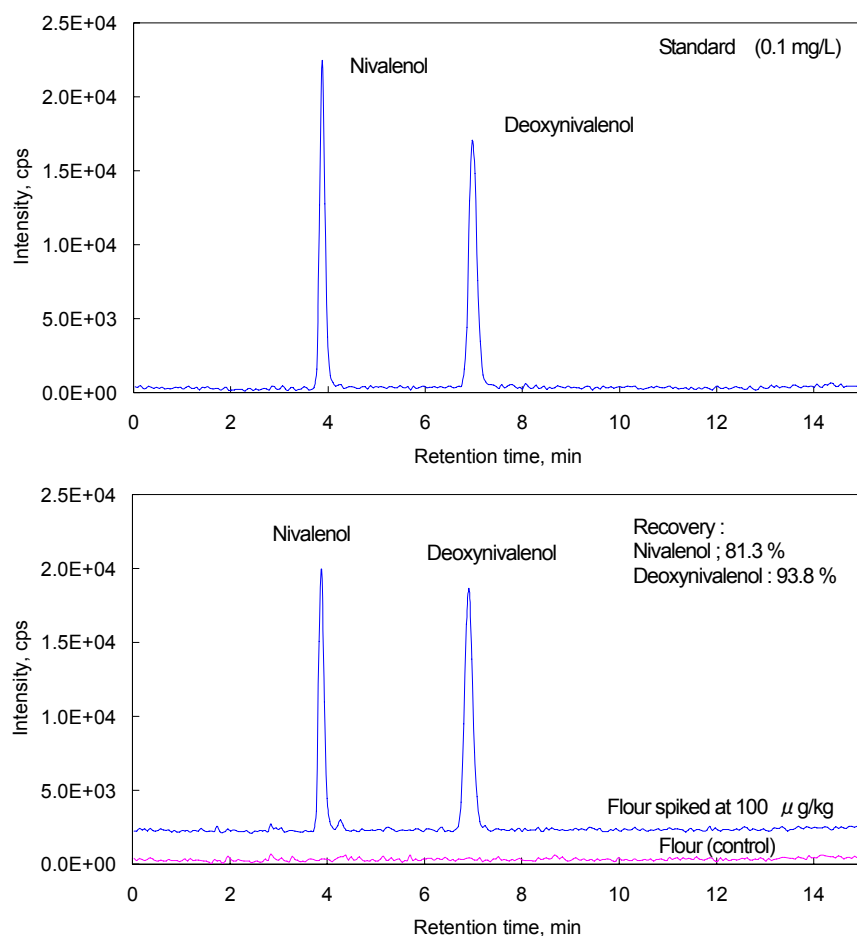


図2 標準試料及び小麦粉処理液のトータルイオンクロマトグラム

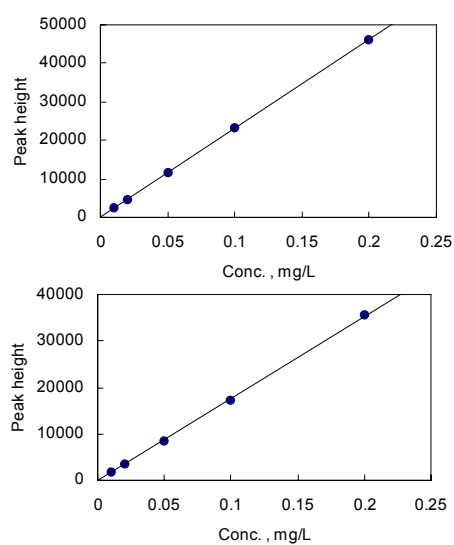


図3 検量線



図4 前処理条件