

オクラトキシンA 汚染実態調査結果

ココア	原産国/加工地	測定値 (ng/g)			
		HPLC	LC/MS/MS	ng/g	
20検体	ココア	不明	0.55		
	ココア	オランダ	1.30	検出限界	0.05
	ココア	オランダ	1.18	定量限界	0.1
	ココア	アメリカ	1.83		
	ココア	イギリス	2.55	回収率	%
	ココア	不明	0.33	0.1ng/g	200.0±0
	ココア	日本	0.30	5.0ng/g	123.6±4.16
	ココア	日本	0.25		
	ココア	日本	0.45		
	ココア	マレーシア	1.30		
	ココア	不明	1.00		
	ココア	不明	0.45		
	ココア	アメリカ	1.88		
	ココア	オランダ	1.30		
	ココア	オランダ	1.53		
	ココア	日本	0.48		
	ココア	日本	0.13		
	ココア	不明	1.05		
	ココア	不明	0.30		
	ココア	オランダ	0.60		

オクラトキシンA 汚染実態調査結果

チョコレート		原産国/加工地	測定値 (ng/g)			
			HPLC	LC/MS/MS		
23検体	チョコレート	カメルーンorコートジボアール orガーナorナイジェリア	0.878		ng/g	
					検出限界	0.05
					定量限界	0.1
	チョコレート(カカオ72%)	マダガスカル/ベネズエラ	0.574		回収率 %	
	チョコレート	カリブ海	0.311		0.1ng/g	
	チョコレート(カカオ72%)	ベルギー	0.536		0.5ng/g	85.47±5.52
	チョコレート(カカオ70%)	フランス	0.542		回収率 %	
	チョコレート(カカオ85%)	フランス	1.212	1.1000	0.1ng/g	266.6±52.04
	チョコレート(カカオ99%)	フランス	0.843	0.8760	5.0ng/g	99.3±5.53
	チョコレート	カナダ	0.638	0.7000		
	チョコレート(カカオ76%)	フランス	0.682	0.6540		
	チョコレート(カカオ70%)	フランス	0.306	0.3180		
	チョコレート	スイス	0.13			
	チョコレート	スイス	ND			
	チョコレート	スイス	tr (0.08)			
	チョコレート	スイス	0.13			
	チョコレート	アメリカ	0.25			
	チョコレート	アメリカ	ND			
	チョコレート	フランス	0.60			
	チョコレート	不明	ND			
	チョコレート	不明	0.13			
	チョコレート	不明	tr (0.05)			
	チョコレート	不明	0.30			
	チョコレート	不明	0.20			
	チョコレート	不明	0.43			

オクラトキシンA 汚染実態調査結果

レーズン	原産国/加工地	測定値 (ng/g)			
		HPLC	LC/MS/MS		
22検体	レーズン	米国	tr (0.077)	ng/g	
	レーズン	米国	tr (0.092)	検出限界	0.05
	グリーンレーズン	中国	ND	定量限界	0.1
	レーズン	米国	ND		
	レーズン	米国	ND	回収率	%
	レーズン	トルコ	0.1180	0.1ng/g	117.0±5.0
	レーズン	米国	0.1660	5ng/g	78.2±7.6
	レーズン	米国	ND		
	グリーンレーズン	中国	ND		
	枝付き干しぶどう	米国	ND		
	レーズン	南アフリカ共和国	tr (0.075)		
	グリーンレーズン	中国	ND		
	レーズン	イラン	0.170		
	レーズン	アメリカ合衆国	4.243		
	レーズン	トルコ	0.137		
	枝付レーズン	アメリカ	0.125		
	レーズン	オーストラリア	tr (0.098)		
	オーガニックレーズン	アメリカ合衆国	tr (0.095)		
	オーガニックレーズン	アメリカ合衆国	tr (0.094)		
	レーズン	アルゼンチン	0.345		
	レーズン	アメリカ	tr (0.085)		
	枝付レーズン	アメリカ	tr (0.087)		

オクラトキシンA 汚染実態調査結果

コリアンダー	原産国/加工地	測定値 (ng/g)				
		HPLC	LC/MS/MS			
11検体	コリアンダーパウダー	モロッコ	2.842	3.072	ng/g	
	コリアンダー(原形)	モロッコ	0.294	0.256	検出限界	0.05
	コリアンダーシードホール	モロッコ	1.722		定量限界	0.1
	コリアンダーシード粉末	モロッコ	0.914			
	コリアンダーシード	モロッコ	ND		回収率	%
	コリアンダーパウダー	フランス	1.484		0.1ng/g	
	コリアンダー	モロッコ	0.278		0.5ng/g	91.40±3.24
	コリアンダーシード	モロッコ	0.154			
	コリアンダーシード	カナダ	ND			
	グリーンコリアンダーシード	インド	0.254			
	香菜	フランス	0.136			

オクラトキシンA 汚染実態調査結果

いちじく	原産国/加工地	測定値 (ng/g)				
		HPLC	LC/MS/MS			
11検体	干しいちじく	トルコ (スミルナ種)	tr (0.04)		ng/g	
	干しいちじく	トルコ (スミルナ種)	ND		検出限界	0.05
	干しいちじく	イラン	tr (0.02)		定量限界	0.1
	干しいちじく	イラン	ND			
	干しいちじく	イラン	ND			
	干しいちじく	トルコ(レリダ種)	ND			
	干しいちじく	トルコ(レリダ種)	ND			
	干しいちじく	アメリカ	ND			
	干しいちじく	アメリカ	ND			
	干しいちじく	イラン	tr (0.04)			
	干しいちじく	アメリカ(コナドリア種)	ND			

オクラトキシンA 汚染実態調査結果

そば	原産国/加工地	測定値 (ng/g)			
		HPLC	LC/MS/MS		
40検体	そば	不明	0.22		
(そば粉5個含む)	そば	不明	0.17		検出限界 0.05
	そば	国産	0.24		定量限界 0.1
	そば	国産	tr (0.07)		
	そば	不明	0.37		回収率 %
	そば	国産	ND		0.1ng/g 124.4±1.73
	八割そば	不明	tr (0.07)		0.5ng/g 96.6±0.26
	五割そば	不明	0.35		
	そば	不明	ND		回収率 %
	十割そば	不明	0.17		0.1ng/g 125.0±0
	そば	不明	0.20		5.0ng/g 101.5±6.00
	八割そば	不明	tr (0.09)		
	そば	不明	tr (0.09)		
	そば	不明	tr (0.07)		
	八割そば	不明	0.20		
	そば	不明	0.70		
	そば	不明	ND		
	そば	不明	0.17		
	そば	不明	0.26		
	十割そば	不明	0.11		
	そば	長野県	0.46		
そば	長野県	0.13			
十割そば	不明	0.95			
そば	兵庫県	0.24			
そば	長野県	tr (0.08)			
そば	山形県	tr (0.03)			
十割そば	長野県	0.29			
山形のやまいも入り	そば	長野県	0.18		
十割そば	そば	長野県	0.21		
そば	そば	長野県	tr (0.08)		
そば	そば	宮城県	0.11		
そば	そば	長野県	0.17		
そば	そば	長野県	0.33		
そば	そば	東京都	0.72		
そば	そば	長野県	0.56		
そば粉	そば粉	長野県	tr (0.08)		
	そば粉	長野県	tr (0.08)		
	そば粉	不明	ND		
	そば粉	不明	0.1		
	そば粉	長野県	tr (0.05)		

オクラトキシンA 汚染実態調査結果

パスタ	原産国/加工地	測定値 (ng/g)		
		HPLC	LC/MS/MS	
40検体	リングイネ	不明	0.46	ng/g
	フィットチーネ	不明	0.72	検出限界
	スパゲッティーニ	不明	1.15	定量限界
	スパゲッティ	不明	0.66	
	スパゲッテー	イタリア	tr (0.06)	濃度1 0.1ng/g 0.10
	スパゲッティ	イタリア	0.26	濃度2 5.0ng/g 5.00
	有機スパゲッティ	イタリア	ND	
	スパゲッティ	不明	0.41	平均回収率
	ヌードル	イタリア	0.17	106.2%
	ヌードル	イタリア	0.16	93.1%
	マカロニ	イタリア	0.16	標準偏差
	マカロニ	不明	0.38	4.35009
	スパゲッティ	不明	0.54	1.10151
	スパゲッティ	不明	0.29	
	有機スパゲッティ	アメリカ	tr (0.05)	相対標準偏差
	スパゲッティ	不明	0.18	0.04096
	スパゲッティ	不明	0.43	0.01183
	スパゲッティ	不明	0.37	
	スパゲッティ	不明	0.25	
	スパゲッティ	不明	0.38	
	マカロニ	不明	0.31	
	スパゲッティ	不明	0.19	
	マカロニ	不明	0.29	
	マカロニ	不明	0.23	
	スパゲッティ	アラブ首長国連邦	0.20	
	マカロニ	イタリア	0.12	
	スパゲッティ	イタリア	0.22	
	ヌードル	イタリア	0.14	
	マカロニ	イタリア	0.87	
	有機マカロニ	イタリア	tr (0.08)	
	有機スパゲッティ	イタリア	tr (0.07)	
	スパゲティ	イタリア	tr (0.08)	
	有機スパゲッティ	アメリカ	tr (0.06)	
	スパゲッティ	不明	0.32	
	スパゲッティ	イタリア	0.33	
	マカロニ	イタリア	0.10	
	スパゲッティ	イタリア	0.20	
	スパゲッティ	イタリア	ND	
	ヌードル	イタリア	tr (0.08)	
	スパゲッティ	イタリア	0.14	

オクラトキシンA 汚染実態調査結果

		測定値 (ng/g)			
こめ	国産/輸入/不明				
5検体	精白米	国産	ND		ng/g
	精白米	国産	ND	検出限界	0.05
	精白米	国産	ND	定量限界	0.10
	精白米	国産	ND		
	精白米	国産	ND	平均回収率	
				90.2%	
				78.1%	
				標準偏差	
				2.1221	
				0.90184	
				相対標準偏差	
				0.02353	
				0.01155	

附表 2

フモニンシン 汚染実態調査結果

		測定値 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)		
大豆および大豆製品	原産国/加工地	フモニンシンB1 (FB1)	フモニンシンB2 (FB2)	フモニンシンB3 (FB3)
10検体	有機大豆	ND	ND	ND
	北海道	ND	ND	ND
	大豆	ND	ND	ND
	北海道	ND	ND	ND
	大豆	ND	ND	ND
	北海道	ND	ND	ND
	大豆	ND	ND	ND
	北海道	ND	ND	ND
	黒豆	ND	ND	ND
	北海道	ND	ND	ND
	黒豆	tr (1.4)	ND	tr (1.1)
	兵庫県、京都府			
	きな粉	ND	ND	ND
	カナダ			
	北海道	ND	ND	ND
	きな粉	ND	ND	ND
	北海道			
	きな粉	ND	ND	ND
	北海道			
	黒豆	8.5	tr (1.5)	tr (1.3)
	国産			

フモニンシン 汚染実態調査結果

		測定値 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)		
生とうもろこし	原産国/加工地	フモニンシンB1 (FB1)	フモニンシンB2 (FB2)	フモニンシンB3 (FB3)
10検体	生とうもろこし	ND	ND	ND
	北海道			
	生とうもろこし	ND	ND	ND
	北海道			
	生とうもろこし	ND	ND	ND
	北海道			
	生とうもろこし	ND	ND	ND
	北海道			
	生とうもろこし	ND	ND	ND
	北海道			
	生とうもろこし	ND	ND	ND
	北海道			
	生とうもろこし	ND	ND	ND
	北海道			
	生とうもろこし	ND	ND	ND
	北海道			
	生とうもろこし	ND	ND	ND
	長野			
	生とうもろこし	ND	ND	ND
	北海道			
	生とうもろこし	ND	ND	ND

フモニンシン 汚染実態調査結果

生アスバラガス	原産国/加工地	測定値 (ng/g)		
		フモニンシンB1 (FB1)	フモニンシンB2 (FB2)	フモニンシンB3 (FB3)
20検体	タイ	ND	ND	ND
ミアスバラガス	タイ	ND	ND	ND
アスバラガス	オーストラリア	ND	ND	ND
アスバラガス	フィリピン	ND	ND	ND
アスバラガス	オーストラリア	ND	ND	ND
アスバラガス	オーストラリア	ND	ND	ND
アスバラガス	オーストラリア	ND	ND	ND
ミアスバラガス	タイ	ND	ND	ND
アスバラガス	オーストラリア	ND	ND	ND
アスバラガス	ペルー	ND	ND	ND
ミアスバラガス	タイ	ND	ND	ND
アスバラガス	ペルー	ND	ND	ND
アスバラガス	ペルー	ND	ND	ND
アスバラガス	タイ	ND	ND	ND
アスバラガス	ペルー	ND	ND	ND
アスバラガス	日本	ND	ND	ND
アスバラガス	日本	ND	ND	ND
アスバラガス	ペルー	ND	ND	ND
アスバラガス	タイ	ND	ND	ND
アスバラガス	メキシコ	ND	ND	ND
アスバラガス	メキシコ	ND	ND	ND

ng/g	
検出限界	0.6
定量限界	2.0

回収率 (%)	FB1	FB2	FB3
5ng/g	120.53±3.02	112.11±0.33	111.13±2.23
B1, B2: 1000ng/g B3: 100ng/g	92.73±3.84	106.94±0.87	90.98±5.55

フモニンシ 汚染実態調査結果

フモニンスターチ	原産国/加工地	測定値 (μg/kg)		
		フモニンB1 (FB1)	フモニンB2 (FB2)	フモニンB3 (FB3)
10検体				
コーンスターチ	不明	ND	ND	ND
コーンスターチ	不明	ND	ND	ND
コーンスターチ	アメリカ	ND	ND	ND
コーンスターチ	不明	ND	ND	ND
コーンスターチ	アメリカ	ND	ND	ND
コーンスターチ	不明	tr (1.3)	tr (1.8)	ND
コーンスターチ	不明	ND	tr (1.3)	ND
コーンスターチ	不明	tr (1.1)	tr (1.2)	ND
コーンスターチ	不明	ND	tr (1.1)	ND
コーンスターチ	不明	5.0	5.3	tr (1.5)

フモニンシ 汚染実態調査結果

とうもろこし製品	原産国/加工地	測定値 (μg/kg)		
		フモニンB1 (FB1)	フモニンB2 (FB2)	フモニンB3 (FB3)
10検体				
コーングリッツ	アメリカ	86.5	17.8	18.2
コーンミール	アメリカ	45.8	9.8	8.5
コーンフラワー	不明	434.5	108.8	91.8
コーンフラワー(細挽)	アメリカ	889.6	247.0	168.7
コーングリッツ(粗挽)	アメリカ	48.8	11.4	8.7
コーンミール	不明	49.1	10.8	10.5
コーングリッツ	不明	48.0	10.6	9.1
コーンフラワー	不明	773.6	191.9	154.4
コーンミール	アメリカ	510.0	138.1	62.9
コーングリッツ	アメリカ	66.4	13.4	12.0

μg/kg	FB1	FB2	FB3
検出限界	1	1	1
定量限界	2	2	2
回収率 (%)	FB1	FB2	FB3
2 μg/kg	95.1±5.8	87.9±7.1	92.9±7.0

μg/kg	FB1	FB2	FB3
検出限界	1	1	1
定量限界	2	2	2
回収率 (%)	FB1	FB2	FB3
50 μg/kg	97.4±4.7	90.7±3.5	93.1±4.5
B1: 1000ng/g B3: 100ng/g	95.1±6.9	87.1±3.1	96.2±8.0

フモニンシン 汚染実態調査結果

		測定値 (ng/g)		
コーンスーブ	原産国/加工地	フモニンシンB1 (FB1)	フモニンシンB2 (FB2)	フモニンシンB3 (FB3)
9検体				
粉末スーブ	日本	ND	ND	ND
粉末スーブ	日本	ND	ND	ND
粉末スーブ	日本	ND	ND	ND
粉末スーブ	日本	ND	ND	ND
粉末スーブ	日本	8.3	tr (1.6)	tr
粉末スーブ	日本	ND	ND	ND
粉末スーブ	日本	ND	ND	ND
粉末スーブ	日本	ND	ND	ND
粉末スーブ	日本	ND	ND	ND

採取量10g、 α -アマミラーゼおよび β -マンノシターゼにより処理後、抽出ろ液20mLをSAXIに負荷

B1, B2: 1000ng/g 103.26 \pm 0.24 54.33 \pm 0.82 75.66 \pm 0.36
B3: 100ng/g 94.11 \pm 7.48 71.97 \pm 1.31 108.59 \pm 3.39

		測定値 (ng/g)		
コーンスーブ	原産国/加工地	フモニンシンB1 (FB1)	フモニンシンB2 (FB2)	フモニンシンB3 (FB3)
12検体				
液状スーブ	米国	ND	ND	ND
液状スーブ	米国	ND	ND	ND
液状スーブ	日本	tr (0.8)	ND	ND
液状スーブ	日本	ND	ND	ND
液状スーブ	日本	ND	ND	ND
液状スーブ	日本	ND	ND	ND
液状スーブ	日本	ND	ND	ND
液状スーブ	日本	ND	ND	ND
液状スーブ	日本	ND	ND	ND
液状スーブ	日本	ND	ND	ND
液状スーブ	日本	ND	ND	ND

B1, B2: 1000ng/g 77.82 \pm 2.28 80.03 \pm 2.01 86.27 \pm 1.07
B3: 100ng/g 92.41 \pm 0.87 93.54 \pm 1.99 92.13 \pm 1.56

検出限界 0.6
定量限界 3.0

回収率 (%) FB1 FB2 FB3

5ng/g 92.41 \pm 0.87 93.54 \pm 1.99 92.13 \pm 1.56

フモニンシ 汚染実態調査結果

ポップコーン	原産国/加工地	測定値 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)		
		フモニンシB1 (FB1)	フモニンシB2 (FB2)	フモニンシB3 (FB3)
12検体				
ポップコーン	不明	3.3	ND	ND
ポップコーン	不明	ND	ND	ND
ポップコーン	不明	ND	ND	ND
ポップコーン	不明	4.1	ND	ND
ポップコーン	不明	ND	ND	ND
ポップコーン	不明	ND	ND	ND
ポップコーン	不明	ND	ND	ND
ポップコーン	不明	ND	ND	ND
ポップコーン	不明	ND	ND	ND
ポップコーン	不明	48.0	10.0	7.0
ポップコーン	不明	3.2	ND	ND

$\mu\text{g}/\text{kg}$	FB1	FB2	FB3
定量限界	2	2	2
回収率 (%)	FB1	FB2	FB3
10 $\mu\text{g}/\text{kg}$	76.4 \pm 8.9	76.2 \pm 2.0	87.3 \pm 2.6
B1, B2: 1000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ B3: 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$	100.2 \pm 1.2	92.8 \pm 2.0	98.6 \pm 2.2

フモニンシン 汚染実態調査結果

コーンフレーク	原産国/加工地	測定値 (μg/kg)		
		フモニンシンB1 (FB1)	フモニンシンB2 (FB2)	フモニンシンB3 (FB3)
20検体	不明	38.6	5.2	6.9
有機コーンフレーク	アルゼンチン、ブラジル	13.5	2.4	2.3
コーンフレーク(コア)	不明	4.2	< 0.6	< 0.6
コーンフレーク	不明	15.4	3.5	3.4
コーンフレーク	不明	17.1	(1.9)	(1.6)
コーンフレーク	スイス	6.7	2.0	(1.6)
コーンフレーク	不明	10.3	2.8	2.7
コーンフレーク	不明	4.9	(1.0)	(0.9)
コーンフレーク	不明	23.8	3.8	3.9
コーンフレーク	不明	16.4	2.9	2.2
コーンフレーク	不明	15.4	(1.7)	2.0
コーンフレーク	不明	13.1	2.4	(1.9)
コーンフレーク	不明	10.4	2.8	2.5
コーンフレーク	不明	103	18.9	14.9
コーンフレーク	不明	10.1	2.9	2.5
コーンフレーク	不明	4.0	2.0	< 0.6
コーンフレーク	不明	22.3	4.4	4.9
コーンフレーク	不明	8.2	(1.5)	(1.3)
コーンフレーク	不明	3.0	(0.7)	< 0.6
コーンフレーク	一部米国	14.1	3.5	3.4

ろ液10mLを10倍に希釈し、全量をSAXIに負荷

フモニシン 汚染実態調査結果

コーンスナック	原産国/加工地	測定値 (μg/kg)			
		フモニシンB1 (FB1)	フモニシンB2 (FB2)	フモニシンB3 (FB3)	
40検体	コーンスナック	不明	52.1	23.4	9.0
	コーンスナック	不明	121.1	28.7	27.0
	コーンスナック	不明	9.2	3.3	2.4
	コーンスナック	不明	5.4	ND	ND
	コーンスナック	不明	31.8	12.2	5.8
	コーンスナック	不明	29.7	8.0	4.5
	コーンスナック	不明	68.3	31.3	14.1
	コーンスナック	不明	16.7	ND	2.1
	コーンスナック	不明	64.8	32.0	13.1
	コーンスナック	不明	16.1	2.0	2.2
	コーンスナック	不明	24.3	4.4	4.9
	コーンスナック	不明	11.0	2.0	ND
	コーンスナック	不明	4.6	ND	ND
	コーンスナック	不明	52.7	12.1	8.6
	コーンスナック	不明	107.0	11.2	13.2
	コーンスナック	不明	64.8	47.7	14.2
	コーンスナック	不明	ND	ND	ND
	コーンスナック	不明	21.2	2.5	3.9
	コーンスナック	不明	32.3	6.1	6.3
	コーンスナック	不明	22.2	4.0	4.6
	コーンスナック	不明	12.0	2.1	2.5
	コーンスナック	不明	56.3	8.9	11.9
	コーンスナック	不明	100.0	32.1	20.6
	コーンスナック	不明	46.0	16.9	8.8
	コーンスナック	不明	40.6	7.3	7.9
	コーンスナック	不明	28.6	4.4	5.2
	コーンスナック	不明	45.1	6.6	6.9
	コーンスナック	不明	49.9	12.3	7.6
	コーンスナック	不明	50.8	17.9	8.7
	コーンスナック	不明	ND	ND	ND
	コーンスナック	不明	8.8	2.5	ND
	コーンスナック	不明	32.7	5.7	7.0
	コーンスナック	不明	25.3	14.7	7.2
	コーンスナック	不明	29.3	6.9	4.6
	コーンスナック	不明	36.5	6.4	7.1
	コーンスナック	不明	8.7	2.3	ND
	コーンスナック	不明	18.3	3.1	3.4
	コーンスナック	不明	ND	ND	ND
	コーンスナック	不明	ND	ND	ND
	コーンスナック	不明	101.4	21.8	14.5

μg/kg	FB1	FB2	FB3
定量限界	2	2	2
回収率 (%)			
10 μg/kg	86.8±0.6	81.3±1.2	79.9±1.1
B1, B2: 1000 μg/kg B3: 100 μg/kg	70.4±3.7	70.3±1.4	74.3±2.5

フモニンシン 汚染実態調査結果

米	原産国/加工地	測定値 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)		
		フモニンシンB1 (FB1)	フモニンシンB2 (FB2)	フモニンシンB3 (FB3)
10検体	茨城県下妻市	< 0.6	< 0.6	< 0.6
精米	宮城	< 0.6	< 0.6	< 0.6
精米	秋田	< 0.6	< 0.6	< 0.6
精米	栃木	< 0.6	< 0.6	< 0.6
精米	福島	< 0.6	< 0.6	< 0.6
精米	千葉	< 0.6	< 0.6	< 0.6
精米	新潟	< 0.6	< 0.6	< 0.6
精米	宮城	< 0.6	< 0.6	< 0.6
精米	山形	(0.6)	< 0.6	< 0.6
精米	山形	< 0.6	< 0.6	< 0.6

採取量10g a-アミラーゼにより処理後、抽出液20mLをSAXIに負荷

雑穀米	原産国/加工地	測定値 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)		
		フモニンシンB1 (FB1)	フモニンシンB2 (FB2)	フモニンシンB3 (FB3)
12検体	一部中国	2.6	< 0.6	< 0.6
炊飯用穀類	一部日本	(1.8)	< 0.6	< 0.6
炊飯用穀類	不明	31.7	8.5	11.6
炊飯用穀類	日本	29.6	4.9	5.7
穀物	不明	13.9	(1.1)	(1.7)
炊飯用穀類	不明	6.1	(0.8)	(1.5)
炊飯用穀類	不明	< 0.6	< 0.6	< 0.6
雑穀ブレンド	不明	2.2	< 0.6	< 0.6
炊飯用穀類	一部日本	2.4	< 0.6	< 0.6
炊飯用穀類	不明	2.0	< 0.6	< 0.6
雑穀ブレンド	不明	2.1	< 0.6	< 0.6
穀物ブレンド	日本	11.3	(1.2)	(1.4)

SAXIに負荷前にpHを6.0~6.5に調整

フモニンシ 汚染実態調査結果

フモニンシB1	測定値 (μg/kg)		
	(FB1)	(FB2)	(FB3)
ビール	5.4	ND	tr (1.2)
20検体	3.5	ND	ND
ビール	ND	ND	ND
発泡酒	tr (1.5)	ND	ND
新ジャンル	ND	ND	ND
ビール	7.0	ND	ND
ビール	74.9	tr (1.2)	ND
ビール	2.8	tr (1.2)	ND
発泡酒	6.0	ND	tr (1.1)
発泡酒	3.6	ND	ND
ビール	ND	ND	ND
ビール	ND	ND	ND
ビール	4.9	ND	ND
ビール	ND	ND	ND
ビール	77.0	5.2	6.9
発泡酒	3.3	ND	ND
ビール	3.1	ND	ND
リキュール(発泡性)	ND	ND	ND
ビール	ND	ND	ND
発泡酒	10.4	ND	ND

μg/kg	FB1	FB2	FB3
検出限界	1	1	1
定量限界	2	2	2
回収率 (%)	FB1	FB2	FB3
2 μg/kg	93.1±12.7	86.4±12.5	93.8±7.7
100 μg/kg	118.4±1.9	113.2±1.4	117.9±2.1

カビ毒を含む食品の安全性に関する調査研究
分析法のバリデーション等に関する研究

研究分担者 田中 敏嗣 神戸市環境保健研究所

研究要旨 カビ毒は自然界に生息するカビによって産生され、しばしば農産物や食品を汚染し、ヒトおよび家畜等に健康被害を引き起こす。今後健康被害が予測されるカビ毒に対して基準値設定をして、カビ毒摂取を最小限に抑えることが重要となる。基準値には、その分析値を担保するため、分析法の妥当性を評価することが必要になる。そのため、本研究において今後策定されるカビ毒分析法が、国際的に充分通用する分析法であるかを評価するための「カビ毒試験法評価委員会」を設立し、コラボラティブスタディを実施し、その結果を基に分析法の妥当性の有無を評価した。

消化器系および免疫系障害等の毒性があり、穀類に複合汚染するカビ毒、デオキシニバレノールおよびニバレノールについて、通知法による一斉分析法をHPLC・UVおよびLC・MSを用いコラボラティブスタディを実施することによってその妥当性を委員会で評価した。室内併行性、室間併行性等を評価した結果、本分析法の妥当性が認められると判定した。

A.研究目的

カビ毒は自然界に生息するカビによって産生され、しばしば農産物や食品を汚染し、ヒトおよび家畜等に健康被害を引き起こす。自然毒であるカビ毒の食品への汚染を防止することや食品から除去することは極めて困難であるといわれている。そのため、ヒトへのカビ毒による健康被害を防ぐには、生産国では農業規範を守り、カビ毒の汚染しやすい環境をつくらないこと、輸入国では基準値設定をして、カビ毒摂取を最小限に抑えることが最も効果的な方法となる。輸入食品への依存度の高いわが国としては、積極的に今後健康被害が予測されるカビ毒に対しての基準値策定

などが望まれる。

法律規制が伴う基準値には、その分析値を担保するため、分析法の妥当性を評価することが必要になる。また、国際的な動きとして、実態調査を行う場合もバリデーションのとれた分析法が必要となってきた。

そのため、本研究において今後策定されるカビ毒分析法が、国際的に充分通用する分析法であるかを評価するための「カビ毒試験法評価委員会」を設立した。

消化器系および免疫系障害等の毒性があるカビ毒、デオキシニバレノール(DON)及びニバレノール(NIV)は、植物病原性がある*Fusarium*

graminearum、*F. culmorum*などのカビの侵害により小麦および大麦等の穀類を汚染する。圃場で汚染されることからDON、NIVの複合汚染がしばしば報告¹⁰⁾されており、継続的な汚染調査が必要となるカビ毒である。我が国においても、DONおよびNIVの両汚染が頻度高く報告されていることから、DONおよびNIVの一斉分析法による測定が有効であると思われる。

したがって、DONとNIVの一斉分析法について、現通知法を用い、DONとNIVの一斉分析法を紫外分光光度型検出器付き高速液体クロマトグラフ（HPLC・UV検出法）および液体クロマトグラフ・質量分析計を用いる方法（LC・MSまたLC・MS/MS法）で検討し、コラボラティブスタディを実施することによってその妥当性を評価した。

B. 研究方法

1. カビ毒試験法評価委員会での評価方法

この委員会で用いる評価方法は、2005年に設立した「食品からの微生物検査標準法検討委員会」（会長：国立医薬品食品衛生微生物部食品衛生管理部 山本茂貴部長 <http://www.nihs.go.jp/fhm/kennsahou-index.html>）で培った方法を踏襲している。食品からの微生物検査標準法検討委員会は食品の細菌検査に関係する専門家を集め、食品の微生物検査法はどうあるべきかを議論し、その基礎となる標準検査法作成のガイドラインを作成し、今後の食品の細菌検査の方向性を示すための委員会ですが、本委員会は、食品のカビ毒分析および統計解析の専門家を集め、将来我が国で基準値が設定された場合に通知法となりうる方法または実態調査に用いられるカビ毒試験法の妥当性を科学的にオーソライズする委員会とした。

2. カビ毒試験法評価委員会組織

- 1) 委員長：
田中敏嗣（神戸市環境保健研究所）
- 2) 実務委員：
石黒瑛一（（財）日本食品分析センター）
伊藤嘉典（国立医薬品食品衛生研究所食品衛生管理部）
永山敏廣（東京都健康安全研究センター）
中島正博（名古屋市衛生研究所）
- 3) 統計学的評価委員：
山本勝彦（名古屋学芸大学短期大学部）
内藤成弘（（独）農業・食品産業技術総合研究機構食品総合研究所）
- 4) 事務局（作業部会）：
小西良子（国立医薬品食品衛生研究所衛生微生物部）
鎌田洋一（国立医薬品食品衛生研究所衛生微生物部）
大西貴弘（国立医薬品食品衛生研究所衛生微生物部）

各委員の任期は1年間で、評価対象のカビ毒によって臨時委員を設けることがある。

なお、事務局は作業部会も兼ねており、分析法のプロトコールの作成、コラボラティブスタディに用いる試薬の調製、配布、データの収集などを行う。事務局は評価には関与しない。

3. 評価委員会による試験法の評価までの流れ

- 1) 委員会に属する作業部会委員がプロトコール（案）を作成し、委員会に提出する。
- 2) 委員会はプロトコールのプレビューし、必要な修正を申し出でる。
- 3) 作業部会は修正し国立医薬品食品衛生研究所のHPに掲載し、一般からのパブリックコメントを求める。
- 4) パブリックコメントを委員会が検討し、さら

に必要であれば適切な修正を申し入れる。

5) これらの修正がなされたプロトコルを最終的なコラボラティブスタディ用プロトコルとして HP に掲載し、同時に一般からのコラボラティブスタディ参加機関 (11-12 機関) を募る。

6) 作業部会が試料等を作成し、コラボラティブスタディを実施する。

7) 結果を作業部会がまとめ、委員会に提出する。

8) 委員会は、その結果を基に分析法の妥当性の有無を評価する。

9) 妥当性があると評価された方法は HP に公開する。

4. デオキシニバレノールおよびニバレノールの一斉分析法妥当性確認のためのコラボラティブスタディ

1) 試験試料

本試験に用いた非汚染および汚染小麦の試験試料は、(独) 農業・食品産業技術総合研究機構九州沖縄農業研究センター赤かび病研究チーム長中島隆博士より提供して頂いた。LC/MS/MS で測定した結果、ブランク試料は $< 0.005 \text{ mg/kg}$ 、汚染試料は DON $0.96 \text{ } \mu\text{g/kg}$ と NIV $1.03 \text{ } \mu\text{g/kg}$ であった。

2) 試験方法

(1) 前処理法

小麦試料の前処理は、通知法「小麦のデオキシニバレノールに係る暫定的な基準値の設定について」(平成 15 年 7 月 17 日食安発第 0717001 号) に基づいて行った。前処理カラムとして、ローマ社製 MultiSep # 227Trich+ および昭和電工 (株) 社製 MFT-1500 の 2 種類の多機能カラムを用いた。

(2) 添加回収試験

小麦ブランク試料を用いて、DON および NIV それぞれにおいて 1.0 mg/kg 、 0.5 mg/kg 、 0.1 mg/kg の 3 濃度の添加回収試験を行った。

(3) 分析方法

HPLC の条件は、上記の通知法「小麦のデオキシニバレノールに係る暫定的な基準値の設定について」(平成 15 年 7 月 17 日食安発第 0717001 号) と同一の方法で行った。

LC/MS(LC/MS/MS)法はそれぞれの分析機関が持っている機種に合った方法を用いた。

(4) コラボラティブスタディ結果の評価

本コラボラティブスタディの結果の信頼性および分析法の妥当性に関して、「カビ毒試験法評価委員会」で評価した。

C. 研究結果および考察

1. カビ毒試験法評価委員会議事録

1) 第 1 回議事録

平成 20 年 6 月 17 日 (火) 名古屋市衛生研究所で、各委員および吉田英治氏 ((株) プラクティカル) を参考人として招き開催。

内容: (1) カビ毒試験法評価委員会と委員について、カビ毒試験法評価委員会の設立趣旨と委員の紹介およびその役割について田中委員長から説明があった。

(2) カビ毒試験法評価委員会の概要についてまず国際的な分析法バリデーションの機関である AOAC INTERNATIONAL の仕組みについて吉田氏から解説がされた。そのあと、本委員会をどのように組織するかを審議し、以下のように委員を次の 2 つのグループに分けた。①実務担当 (プロトコルの適正、実行性などの評価を担当)、②統計学的評価委員担当 (試料の均一性、コラボスタディ後の結果を評価) 各委員の任期は 1 年間であり、評価対象のカビ毒によって臨時委員を設けることもある。なお、事務局は作業部会も兼ねており、分析法のプロトコルの作成、コラボラティブスタディに用いる試

料の調製、配布、データーの収集などをおこなう。事務局は評価には関与しない。コラボラティブスタディに関しては IUPAC/ISO/AOAC の international harmonized protocol を参考に評価を行うことで合意された。今年度計画と分担について：今年度はトータルアフラトキシシン試験法のコラボラティブスタディを行うこと。ピーナッツ、ヘーゼルナッツ、ピスタチオ、アーモンドを対象に行うことが承認された。試験法は現在の通知法である多機能カラムでの前処理法とイムノアフィニティーカラムでの前処理法を検討する予定である。分析法は高速液体クロマトグラフィー蛍光検出法と高速液体クロマトグラフィー質量分析法の2方法を検討する。タイムスケジュールとしては、9月までに最終プロトコル(案)を提出させる。9月中旬に第2回会議を開催し、プロトコルの最終結論を出し、10月中旬からHPに掲載しパブリックコメントを求める。11月中旬にコラボプロトコルをHPに掲載し、コラボレータを募集する。翌年1月から2月にかけてコラボスタディを実施し、3月末までに評価を終了する。なお、昨年度行ったコラボラティブスタディ「小麦のデオキシニバレノールおよびニバレノール同時試験法」について、妥当性評価のためのクライテリアを IUPAC/ISO/AOAC の international harmonized protocol や EC のクライテリアを参考に設定し、それに従ってその妥当性の評価を行う(9月をめどに)。その他各役割委員のコミュニケーションの手段は eメール会議であり、最終的には全委員があつまって評価の結論を出す方式をとる。

2) 第2回議事録

平成20年7月14日(月)東京都健康安全研究センターで開催。

内容：(1) 統計学的評価委員からの説明

(独)農研機構 食品総合研究所 内藤成弘委員が新たに加わったことから、内藤委員から農水省でのコラボラティブスタディの取り組みに関して説明があった。農水省は、JAS法、一般成分が主なコラボスタディの対象食品である。添加濃度等は、基準値を挟んでその上の濃度と下の濃度を必ず設定する。規制値があるものはその1/10量を担保するようにする。回収率は 平均値と標準偏差で結果をだす。基本的に添加濃度は、小数点以下2桁、結果は出せるところまで。SDは小数点以下2桁まで出す。センターラボが行う部分とコラボスタディで行う部分を明確にする必要がある(別表参照)。

(2) コラボラティブスタディ「小麦のデオキシニバレノールおよびニバレノール同時試験法」の妥当性評価

作業部会から出されたデータを評価し、試料の均一性に関するデーターを補足で提出することを前提に、以下の結論を得た。DONおよびNI Vそれぞれの濃度が0.1mg/kgから1.0mg/kgまでの範囲であれば本試験法は妥当性がある。なお補足データーとしてセンターラボでNI Vの linearity をしらべておくこと(DONはすでに行っている⁴⁾)

(3) トータルアフラトキシシン試験法のコラボラティブスタディに関する作業部会からの説明

<方法案>

IAC および多機能カラムを用いてトータルアフラトキシシンを分析する。

分析法は HPLC (TFAでもPRでも可) と LC/MS(MS)

添加濃度は トータルアフラトキシシンとして 15, 10, 1 ng/g (B1は1/1.8を目安)

<配付試料>