

## 4. カビ毒調査報告(3) (輸入食品の安全性に関する調査)

### 1. 目的

平成5年度のカビ毒調査で、トリコテセン系カビ毒の一種であるデオキシニバレノール（以下「DON」という。）及びニバレノール（以下「NIV」という。）の穀類（特に小麦）に対する汚染が広範囲に認められた。しかし、検討した試験方法は、パン、めん類等の加工食品のNIVの添加回収率が低く、トリメチルシリル化（以下「TMS化」という。）によるガスクロマトグラフ（以下「GC」という。）測定では検出器を汚染する、という問題点が残され、今後の汚染実態調査の支障となるものと思われた。そこで、平成6年度はこれらの残存する問題点について検討し、さらに穀類及びその加工食品のDON、NIV汚染の実態調査を実施した。

### 2. 前処理方法の検討

NIVはDONよりOH基が1個多く、極性がさらに高いため、クロロホルムには難溶性である。このため、精製の段階でフロリジルカラムに負荷する際に、ロスがあったものと思われたため、負荷の方法について検討を行った。その結果、活性炭混合カラム処理後、溶媒を留去し、残留物を0.5mlのメタノールに超音波処理で十分に溶解させた後に4.5mlのクロロホルムを少量ずつ混和し、沈殿物が生じた場合はさらに超音波処理した後に負荷することで精製段階での回収ロスを最小限にとどめることができた。

### 3. TMS化以外のDON、NIVの検出方法の検討

#### (1) フルオロアセチル化によるGC-ECD測定

アセチル化剤としてヘプタフルオロブチリルイミダゾールを用い、DON、NIVのフルオロアセチル化条件について検討した。本反応条件では、TMS化時に起こるような検出器の汚染は認められず、再現性のよい安定した測定が可能であった。しかし、食パンのような加熱加工食品では多量の夾雑物による妨害がしばしば認められ、GC条件等をさらに検討する必要がある。

#### (2) 高速液体クロマトグラフィーによるDON、NIVの検出方法の検討

DON、NIVは紫外部に特徴的な吸収スペクトルを持ち、極大波長は222nmである。そこで、UV検出器を用いる高速液体クロマトグラフィーによる測定条件について検討した。その結果、極大波長222nmでは妨害が多く、実試料の測定は困難であった。しかし、感度はやや低下するが、測定波長を245nmに変更することにより、小麦粉、生めん等妨害の少ない試料では定量下限として0.05ppmが、その他の食品でも定量下限として0.1ppmが得られた。これは、諸外国におけるDONの基準値1.0ppmの1/10であり、通常の実態調査を行ううえでの試験法としては充分活用できる測定感度と思われた。

#### (3) 薄層クロマトグラフィーによるDON、NIVの検出方法の検討

DON、NIVを薄層クロマトグラフィーで分離し、アルキル化して蛍光強度を高め、スポットの検出をメルク社製HPTLCを用いて試みた。その結果、標準溶液のみでの最小検出量は0.1ng程度で、定量精度等を勘案すると試料中0.5ppmが確認できた。この検査法は、操作の迅速性、簡便性等から、簡易試験法としての有用性が認められた。

### 4. DON、NIV汚染実態調査

穀類として玄米、小麦等の穀類4種32検体、穀類加工品として小麦粉15検体、食パン20検体、めん類38検体の計73検体、総計105検体を用い、DON、NIV汚染実態調査を実施した。前報同様NIVはほとんど検出されなかったが、DONに関しては幅広い汚染実態が明らかになり、特に小麦では19検体中1検体から1ppmを超えるDONが検出された。しかし、穀類加工品のDON濃度は不検出～0.2ppm程度と低かった。