

内閣府食品安全委員会
平成 17 年度食品安全確保総合調査

食品中に含まれるカビ毒
(オクラトキシン, アフラトキシン, ゼアラレノン)
の汚染実態調査報告書

平成 18 年 3 月

財団法人 日本食品分析センター

目 次

1 調査の目的	1
2 調査実施場所	1
3 調査内容	1
4 検体	2
5 試験方法	9
I オクラトキシン A	10
II アフラトキシン B ₁ , B ₂ , G ₁ , G ₂ 及び M ₁	20
III ゼアラレノン及びゼアラレノール	32
6 実態調査の結果	44
7 文献調査	52
8 まとめ	52

添付資料 収集した文献のリスト

食品中に含まれるカビ毒(オクラトキシンA, アフラトキシン, ゼアラレノン)の 汚染実態調査報告書

1 調査の目的

オクラトキシンA, アフラトキシン及びゼアラレノンについて分析法を検討し, 我が国において汚染実態調査がほとんど実施されていない食品を中心に汚染実態調査を実施する。

2 調査実施場所

財団法人 日本食品分析センター 大阪支所

大阪府吹田市豊津町3番1号

財団法人 日本食品分析センター 名古屋支所

愛知県名古屋市中区大須4丁目5番13号

財団法人 日本食品分析センター 多摩研究所

東京都多摩市永山6丁目11番10号

3 調査内容

3.1 分析法の確立

食品中のオクラトキシンA, アフラトキシンB₁, B₂, G₁, G₂ (但し, 乳製品はアフラトキシンM₁) 及びゼアラレノン (動物性食品はゼアラレノールを含む) の分析法を確立し, その妥当性評価を実施する。

3.2 流通食品等の汚染実態調査

表-1に示す食品群について調査を実施し, 我が国のこれらカビ毒の汚染実態を把握する。

表-1 汚染実態調査を実施する食品

食品	調査するカビ毒
オリーブ	オクラトキシンA, アフラトキシン
ひまわり種子	オクラトキシンA, アフラトキシン
輸入養殖エビ	オクラトキシンA, アフラトキシン, ゼアラレノン
養殖魚	オクラトキシンA, アフラトキシン, ゼアラレノン
健康食品	オクラトキシンA, アフラトキシン, ゼアラレノン
食肉製品 (生)	オクラトキシンA, アフラトキシン, ゼアラレノン
食肉製品 (加工品)	オクラトキシンA, アフラトキシン, ゼアラレノン
乳製品 (牛乳)	オクラトキシンA, ゼアラレノン
乳製品 (加工品)	オクラトキシンA, アフラトキシン, ゼアラレノン
卵 (生)	オクラトキシンA, ゼアラレノン
卵 (加工品)	オクラトキシンA, ゼアラレノン
血液及び内臓 (生)	オクラトキシンA, アフラトキシン, ゼアラレノン
血液及び内臓 (加工品)	オクラトキシンA, アフラトキシン, ゼアラレノン
サトウキビ及び黒砂糖	アフラトキシン
ハーブ類	オクラトキシンA, アフラトキシン, ゼアラレノン
飲料	オクラトキシンA, アフラトキシン, ゼアラレノン
シリアル	オクラトキシンA, アフラトキシン, ゼアラレノン

3.3 文献調査

諸外国におけるオクラトキシンA，アフラトキシンおよびゼアラレノンに関する報告書，規制情報，汚染実態調査データを収集して整理する。

4 検体

3.2で調査した検体の一覧を表-2～18に示した。

表-2 オリーブ製品の一覧

試料番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
1	OV-1	商品名	日本	東京都町田市
2	OV-2		シリア	川崎市麻生区
3	OV-3		スペイン	川崎市麻生区
4	OV-4		日本	インターネット
5	OV-5		日本	インターネット
6	OV-6		スペイン	名古屋市中区
7	OV-7		アメリカ	名古屋市中区
8	OV-8		日本	インターネット
9	OV-9		日本	インターネット
10	OV-10		日本	インターネット

表-3 ひまわり種子製品の一覧

試料番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
11	SS-1	商品名	中国	大阪市北区
12	SS-2		アメリカ	大阪府泉佐野市
13	SS-3		アメリカ	神奈川県相模原市
14	SS-4		中国	東京都多摩市
15	SS-5		アメリカ	東京都町田市
16	SS-6		日本	東京都町田市
17	SS-7		アメリカ	川崎市麻生区
18	SS-8		アメリカ	名古屋市中区
19	SS-9		アルゼンチン	大阪府吹田市
20	SS-10		中国	名古屋市中区

*1 品名及び生産国は同じだが同一製品ではない

表-4 輸入養殖エビの一覧

試料番号	試料番号	品名	生産国	購入地域
21	CS-1	商品名	インドネシア	名古屋市中区
22	CS-2		ベトナム	大阪府吹田市
23	CS-3		サウジアラビア	大阪府吹田市
24	CS-4		インドネシア	東京都多摩市
25	CS-5		タイ	名古屋市中区
26	CS-6		ベトナム	名古屋市中区
27	CS-7		中国	名古屋市中区
28	CS-8		タイ	東京都多摩市
29	CS-9		サウジアラビア	東京都町田市
30	CS-10		ベトナム	東京都町田市
31	CS-11		カナダ	東京都多摩市
32	CS-12		ベトナム	名古屋市中区
33	CS-13		中国	東京都町田市
34	CS-14		スリランカ	大阪府吹田市
35	CS-15		ベトナム	大阪府吹田市
36	CS-16		インド	大阪府吹田市
37	CS-17		インドネシア	大阪府吹田市
38	CS-18		マダガスカル	大阪府吹田市
39	CS-19		フィリピン	名古屋市中区
40	CS-20		インドネシア	神奈川県相模原市

表-5 養殖魚の一覧

試料番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
41	CF-1	商品名	日本(高知県)	名古屋市中区
42	CF-2		チリ	名古屋市中区
43	CF-3		日本(徳島県)	大阪府吹田市
44	CF-4		ノルウェー	大阪府吹田市
45	CF-5		日本(愛媛県)	大阪府吹田市
46	CF-6		日本(熊本県)	東京都多摩市
47	CF-7		中国	神奈川県相模原市
48	CF-8		日本(静岡県)	東京都町田市
49	CF-9		日本(愛媛県)	東京都多摩市
50	CF-10		チリ	東京都多摩市
51	CF-11		日本(愛媛県)	名古屋市中区
52	CF-12		日本(山梨県)	大阪府吹田市
53	CF-13		日本(福岡県)	名古屋市中区
54	CF-14		スペイン	名古屋市中区
55	CF-15		日本(鹿児島県)	大阪府吹田市
56	CF-16		日本(長野県)	愛知県春日井市
57	CF-17		日本(静岡県)	愛知県春日井市
58	CF-18		日本(愛知県)	愛知県春日井市
59	CF-19		日本(山梨県)	東京都町田市
60	CF-20		日本(高知県)	神奈川県相模原市

*2 品名は同じだが同一製品ではない

表-6 健康食品の一覧

試料番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
61	HF-1	商品名	日本	名古屋市中区
62	HF-2		日本	愛知県春日井市
63	HF-3		日本	愛知県春日井市
64	HF-4		日本	愛知県春日井市
65	HF-5		日本	愛知県春日井市
66	HF-6		日本	インターネット
67	HF-7		日本	愛知県春日井市
68	HF-8		日本	名古屋市中区
69	HF-9		日本	インターネット
70	HF-10		日本	インターネット
71	HF-11		中国	インターネット
72	HF-12		日本	インターネット
73	HF-13		日本	インターネット
74	HF-14		日本	インターネット
75	HF-15		日本	インターネット
76	HF-16		中国	インターネット
77	HF-17		日本	インターネット
78	HF-18		日本	インターネット
79	HF-19		日本	インターネット
80	HF-20		中国	インターネット
81	HF-21		中国	インターネット
82	HF-22		中国	インターネット
83	HF-23		日本	インターネット
84	HF-24		日本	インターネット
85	HF-25		日本	インターネット

表-7-1 食肉製品（生）の一覧

試料番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
86	RM-1	商品名	オーストラリア	名古屋市中区
87	RM-2		アメリカ	名古屋市中区
88	RM-3		日本(宮崎県)	名古屋市中区
89	RM-4		日本(愛知県)	名古屋市中区
90	RM-5		日本(宮崎県)	大阪府吹田市
91	RM-6		日本(兵庫県)	大阪府吹田市
92	RM-7		日本(兵庫県)	大阪府吹田市
93	RM-8		オーストラリア	大阪府吹田市
94	RM-9		日本(群馬県)	東京都多摩市
95	RM-10		日本(栃木県)	神奈川県相模原市
96	RM-11		オーストラリア	東京都多摩市
97	RM-12		アメリカ	東京都多摩市
98	RM-13		日本(鹿児島県)	東京都多摩市
99	RM-14		ブラジル	名古屋市中区
100	RM-15		オーストラリア	名古屋市中区
101	RM-16		日本(山梨県)	東京都多摩市

表-7-2 食肉製品（生）の一覧

試料番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
102	RM-17	商品名	オーストラリア	大阪府吹田市
103	RM-18		日本(鹿児島県)	大阪府吹田市
104	RM-19		日本(兵庫県)	大阪府吹田市
105	RM-20		ブラジル	神奈川県相模原市
106	RM-21		日本	大阪府箕面市
107	RM-22		オーストラリア	神奈川県大和市
108	RM-23		オーストラリア	神奈川県大和市
109	RM-24		日本	名古屋市中区
110	RM-25		日本(山形県)	神奈川県相模原市

表-8 食肉製品（加工品）の一覧

試料番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
111	PM-1	商品名	日本	名古屋市中区
112	PM-2		日本	名古屋市中区
113	PM-3		日本	東京都多摩市
114	PM-4		日本	東京都多摩市
115	PM-5		日本	東京都多摩市
116	PM-6		日本	東京都多摩市
117	PM-7		日本	名古屋市中区
118	PM-8		日本	大阪府吹田市
119	PM-9		日本	東京都町田市
120	PM-10		日本	大阪府吹田市
121	PM-11		日本	大阪府吹田市
122	PM-12		日本	大阪府吹田市
123	PM-13		日本	大阪府吹田市
124	PM-14		日本	大阪府吹田市
125	PM-15		日本	大阪府吹田市

表-9-1 乳製品（牛乳）の一覧

試料番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
126	RMK-1	商品名	日本	名古屋市中区
127	RMK-2		日本	名古屋市中区
128	RMK-3		日本	名古屋市中区
129	RMK-4		日本	名古屋市中区
130	RMK-5		日本	名古屋市中区
131	RMK-6		日本	名古屋市中区
132	RMK-7		日本	東京都町田市
133	RMK-8		日本	東京都町田市
134	RMK-9		日本	大阪府吹田市
135	RMK-10		日本	大阪府吹田市
136	RMK-11		日本	大阪府吹田市
137	RMK-12		日本	大阪府吹田市

*3 同一製品だが製造ロット番号が異なる

表-9-2 乳製品（牛乳）の一覧

試料 番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
138	RMK-13	商品名	日本	大阪府吹田市
139	RMK-14		日本	大阪府吹田市
140	RMK-15		日本	大阪府吹田市
141	RMK-16		日本	東京都多摩市
142	RMK-17		日本	東京都多摩市
143	RMK-18		日本	川崎市麻生区
144	RMK-19		日本	神奈川県相模原市
145	RMK-20		日本	東京都多摩市

表-10 乳製品（加工品）の一覧

試料 番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
146	PMK-1	商品名	日本	名古屋市中区
147	PMK-2		日本	東京都多摩市
148	PMK-3		日本	東京都多摩市
149	PMK-4		日本	東京都多摩市
150	PMK-5		日本	名古屋市中区
151	PMK-6		日本	名古屋市中区
152	PMK-7		日本	大阪府吹田市
153	PMK-8		日本	大阪府吹田市
154	PMK-9		日本	大阪府吹田市
155	PMK-10		イギリス	大阪府吹田市
156	PMK-11		日本	大阪府箕面市
157	PMK-12		フランス	神奈川県大和市
158	PMK-13		オーストラリア	名古屋市中区
159	PMK-14		日本	名古屋市中区
160	PMK-15		日本	神奈川県大和市

表-11-1 卵（生）の一覧

試料 番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
161	RE-1	商品名	日本（愛知県）	名古屋市中区
162	RE-2		日本（三重県）	名古屋市中区
163	RE-3		日本（愛知県）	名古屋市中区
164	RE-4		日本（千葉県）	東京都多摩市
165	RE-5		日本（兵庫県）	東京都多摩市
166	RE-6		日本（神奈川県）	東京都多摩市
167	RE-7		日本（茨城県）	東京都多摩市
168	RE-8		日本（福島県）	東京都多摩市
169	RE-9		日本（新潟県）	名古屋市中区
170	RE-10		日本（茨城県）	神奈川県相模原市
171	RE-11		日本（香川県）	大阪府吹田市
172	RE-12		日本（香川県）	大阪府吹田市

表-11-2 卵（生）の一覧

試料番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
173	RE-13	商品名	日本(愛知県)	大阪府吹田市
174	RE-14		日本(福岡県)	大阪府吹田市
175	RE-15		日本(愛知県)	大阪府吹田市
176	RE-16		日本(愛知県)	大阪府吹田市
177	RE-17		日本(埼玉県)	神奈川県相模原市
178	RE-18		日本(愛知県)	大阪府豊中市
179	RE-19		日本(愛知県)	名古屋市中区
180	RE-20		日本(愛知県)	名古屋市中区

表-12 卵（加工品）の一覧

試料番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
181	PE-1	商品名	日本	名古屋市中区
182	PE-2		日本	名古屋市中区
183	PE-3		日本	名古屋市中区
184	PE-4		日本	名古屋市中区
185	PE-5		日本	名古屋市中区

表-13-1 血液及び内臓（生）の一覧

試料番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
186	RVM-1	商品名	日本	名古屋市中区
187	RVM-2		日本(宮崎県)	名古屋市中区
188	RVM-3		日本(宮崎県)	大阪府吹田市
189	RVM-4		オーストラリア, ニュージーランド	大阪府吹田市
190	RVM-5		日本(青森県)	東京都多摩市
191	RVM-6		日本(岐阜県)	名古屋市中区
192	RVM-7		日本(宮崎県)	名古屋市中区
193	RVM-8		日本(宮崎県)	名古屋市中区
194	RVM-9		日本(鹿児島県)	大阪府吹田市
195	RVM-10		日本(鹿児島県)	大阪府吹田市
196	RVM-11		オーストラリア	神奈川県相模原市
197	RVM-12		日本(群馬県)	神奈川県相模原市
198	RVM-13		日本(岩手県)	神奈川県相模原市
199	RVM-14		デンマーク	大阪府吹田市
200	RVM-15		アメリカ	大阪府吹田市
201	RVM-16		日本	大阪府箕面市
202	RVM-17		日本	大阪府箕面市
203	RVM-18		日本	大阪府箕面市
204	RVM-19		日本	大阪府箕面市
205	RVM-20		オーストラリア	神奈川県相模原市

表-13-2 血液及び内臓（生）の一覧

試料 番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
206	RVM-21	商品名	日本	神奈川県相模原市
207	RVM-22		日本	名古屋市中区
208	RVM-23		日本	名古屋市中区
209	RVM-24		日本	名古屋市中区
210	RVM-25		オーストラリア	名古屋市中区
211	RVM-26		オーストラリア	名古屋市中区
212	RVM-27		日本(鹿児島県)	神奈川県相模原市
213	RVM-28		日本	神奈川県相模原市
214	RVM-29		オーストラリア	神奈川県相模原市
215	RVM-30		日本	神奈川県相模原市

表-14 血液及び内臓（加工品）の一覧

試料 番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
216	PVM-1	商品名	日本	東京都町田市
217	PVM-2		日本	東京都町田市
218	PVM-3		フランス	東京都町田市
219	PVM-4		日本	東京都町田市
220	PVM-5		日本	東京都町田市
221	PVM-6		フランス	大阪市東淀川区
222	PVM-7		日本	名古屋市中区
223	PVM-8		日本	名古屋市中区
224	PVM-9		ドイツ	名古屋市中区
225	PVM-10		日本	名古屋市中区
226	PVM-11		日本	名古屋市中区
227	PVM-12		アメリカ	名古屋市中区
228	PVM-13		日本	インターネット
229	PVM-14		日本	インターネット
230	PVM-15		日本	インターネット

*1 品名及び生産国は同じだが同一製品ではない *3 同一製品だが製造ロット番号が異なる

表-15 サトウキビ及び黒砂糖の一覧

試料 番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
231	SG-1	商品名	日本	川崎市麻生区
232	SG-2		日本	東京都多摩市
233	SG-3		日本	東京都多摩市
234	SG-4		日本	大阪府泉佐野市
235	SG-5		日本	大阪府泉佐野市
236	SG-6		日本	大阪府泉佐野市
237	SG-7		日本	沖縄県
238	SG-8		日本	沖縄県
239	SG-9		日本	インターネット
240	SG-10		日本	大阪府泉佐野市

*1 品名及び生産国は同じだが同一製品ではない

表-16 ハーブ類の一覧

試料 番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
241	IIB-1	商品名	ハンガリー	大阪府吹田市
242	HB-2		アメリカ	大阪府吹田市
243	HB-3		アメリカ	大阪府吹田市
244	HB-4		フランス	神奈川県相模原市
245	HB-5		日本	神奈川県相模原市
246	HB-6		トルコ	神奈川県相模原市
247	HB-7		トルコ	名古屋市中区
248	HB-8		日本	東京都町田市
249	HB-9		フランス	名古屋市中区
250	HB-10		ドイツ	名古屋市中区

表-17 飲料の一覧

試料 番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
251	DK-1	商品名	中国	東京都町田市
252	DK-2		中国	大阪府吹田市
253	DK-3		中国	川崎市麻生区
254	DK-4		フランス	川崎市麻生区
255	DK-5		オランダ	大阪府箕面市

表-18 シリアルの一覧

試料 番号	識別番号	品名	生産国	購入地域
256	SR-1	商品名	イギリス	東京都町田市
257	SR-2		日本	東京都町田市
258	SR-3		イギリス	大阪府吹田市
259	SR-4		日本	大阪府吹田市
260	SR-5		オーストラリア	名古屋市中区

5 試験方法

以下の分析法により調査を行った。

I オクラトキシンA(OTA)

1) 器具及び装置

遠心管(50 ml容, 100 ml容, 250 ml容)
メスフラスコ(50 ml容, 100 ml容, 200 ml容)
ナスフラスコ(200 ml容, 300 ml容)
分液ロート(200 ml容, 500 ml容)
ガラスロート
ピペット類
メスシリンダー
リザーバーおよびジョイント
ろ紙(No. 5A)[ADVANTEC社]
ガラス繊維ろ紙(GF/C)[Whatman社]
ヒスコトロン型ホモジナイザー
振とう機
遠心分離機
吸引マニュホールド
汎用天秤
ロータリーエバポレーター
高速液体クロマトグラフ(蛍光検出器付)
液体クロマトグラフ-質量分析計

2) 試薬及び試液

OTA 標準品[Sigma-Aldrich]
水
メタノール(残留農薬・PCB 試験用, 高速液体クロマトグラフ用(以下「HPLC 用」)
[和光純薬工業株式会社]
アセトニトリル(残留農薬・PCB 試験用, HPLC 用)[和光純薬工業株式会社]
ヘキサン(残留農薬・PCB 試験用)[和光純薬工業株式会社]
アセトン(残留農薬・PCB 試験用)[和光純薬工業株式会社]
トルエン(試薬特級)[小宗化学薬品株式会社]
炭酸水素ナトリウム(試薬特級)[和光純薬工業株式会社]
塩化ナトリウム(試薬特級)[関東化学株式会社]
りん酸水素二ナトリウム(試薬特級)[小宗化学薬品株式会社]
りん酸二水素カリウム(試薬特級)[小宗化学薬品株式会社]
塩化カリウム(試薬特級)[和光純薬工業株式会社]
硫酸アンモニウム(試薬特級)[和光純薬工業株式会社]
酢酸アンモニウム(試薬特級)[関東化学株式会社]
りん酸(試薬特級)[小宗化学薬品株式会社]
塩酸(試薬特級)[小宗化学薬品株式会社]

トリフルオロ酢酸(試薬特級)[和光純薬工業株式会社]

酢酸(試薬特級)[小宗化学薬品株式会社]

Bond Elut DEA カートリッジカラム(500 mg, 3 ml)[VARIAN 社]

イムノアフィニティーカラム(OchraTestWB)[VICAM 社]

メタノール及び 1 %炭酸水素ナトリウム溶液の混液(7:3) : メタノール 700 ml と 1 %炭酸水素ナトリウム溶液(炭酸水素ナトリウム 3 g を水に溶解し, 300 ml にしたもの)300 ml を混合する。

アセトニトリル, 水及び塩酸の混液(8:1:1) : アセトニトリル 800 ml, 水 100 ml 及び塩酸 100 ml を混合する。

PBS(phosphate buffer saline) : 塩化ナトリウム 8 g, リン酸水素二ナトリウム 1.2 g, リン酸二水素カリウム 0.2 g 及び塩化カリウム 0.2 g を水 1 L に溶解する。

0.01 mol/L 酢酸アンモニウム溶液 : 酢酸アンモニウム 0.38 g を水 500 ml に溶解する。

メタノール及び酢酸の混液(99:1) : メタノール 99 ml と酢酸 1 ml を混合する。

アセトン及びアセトニトリルの混液(1:1) : アセトン 100 ml とアセトニトリル 100 ml を混合する。

80 %メタノール : メタノール 400 ml と水 100 ml を混合する。

80 %メタノール及び酢酸の混液(99:1) : 80 %メタノール 99 ml と酢酸 1 ml を混合する。

80 %メタノール及びトリフルオロ酢酸の混液(99:1) : 80 %メタノール 99 ml とトリフルオロ酢酸 1 ml を混合する。

水, メタノール及び酢酸の混液(70:30:1) : 水 700 ml, メタノール(HPLC 用) 300 ml 及び酢酸 10 ml を混合する。

水, アセトニトリル及び酢酸の混液(510:480:10) : 水 510 ml, アセトニトリル(HPLC 用)480 ml 及び酢酸 10 ml を混合する。

0.1 %りん酸溶液及びアセトニトリルの混液(53:47) : 0.1 %りん酸(水 1 L にりん酸 1 ml 添加したもの)530 ml とアセトニトリル(HPLC 用)470 ml を混合する。

メタノール及び 0.1 %りん酸の混液(6:4) : メタノール(HPLC 用)600 ml と 0.1 %りん酸(水 1 L にりん酸 1 ml 添加したもの)400 ml を混合する。

トルエン及び酢酸の混液(99:1) : トルエン 99 ml 及び酢酸 1 ml を混合する。

3) 試験溶液の調製

①茶葉, オリーブオイル以外の試料

試料約 2.5~10 g を 250 ml 容遠心管に採取し, メタノール及び 1 %炭酸水素ナトリウム溶液の混液(7:3)100 ml を正確に加える。試料が粉末または透明液体の場合は, 30 分間振とう抽出し, 試料が粗い磨砕物や生体試料, 混濁した液体の場合はホモジナイザーを用いて約 1 分間撹はん抽出を行う^{注 1)}。抽出液を 2,500 r/min で 5 分間遠心分離し, 上澄み液をろ紙でろ過する。ろ液 2.5~10 ml を正確に分取し^{注 2)},

40℃で減圧濃縮乾固し、残渣をメタノール約 2 ml に溶解する。これを PBS で希釈し正確に 50 ml とした後、ガラス繊維ろ紙でろ過する。

イムノアフィニティーカラムの内液をからさないように注意して吸引マニュホールドに連結し、リザーバーを取り付ける。先のろ液を 40 ml 分取し、イムノアフィニティーカラムに負荷する。流速は毎秒 1,2 滴になるように調整し、カラムは乾燥させないようにする。続いて 0.01 mol/L 酢酸アンモニウム溶液 5 ml でカラムを洗浄し、メタノール及び酢酸の混液(99:1)5 ml で溶出する。この溶出液を 40℃で減圧濃縮乾固し、残渣を水、メタノール及び酢酸の混液(70:30:1)1 ml(ハーブティー以外のハーブ類のみ 0.5 ml)に溶解して試験溶液とする。

注1) ひまわりオイルの抽出について

試料約 2.5 g を 250 ml 容遠心管に採取し、メタノール及び 1 %炭酸水素ナトリウム溶液の混液(7:3)50 ml を加える。次にヘキサンを 25 ml 加え、ホモジナイザーを用いて約 1 分間撹はん抽出を行う。抽出液を 200 ml 容分液ロートに移してしばらく静置した後、下層を分取して、さらにメタノール及び 1 %炭酸水素ナトリウム溶液の混液(7:3)を加えて正確に 100 ml とする。希釈液 10 ml を正確に分取し、40℃で減圧濃縮乾固し、残渣をメタノール約 2 ml に溶解する。これを PBS で希釈し正確に 50 ml とした後、ガラス繊維ろ紙でろ過する。これ以降の操作はイムノアフィニティーカラム以降の操作と同様に行う。

注2) 分取量は試料当たり 0.25 g 相当(ハーブティー以外のハーブ類のみ 0.125 g 相当)とする。

②オリーブオイル

試料約 2.5 g を 250 ml 容遠心管に採取し、メタノール及び 1 %炭酸水素ナトリウム溶液の混液(7:3)60 ml を加えた後、ホモジナイザーを用いて約 1 分間撹はん抽出を行う。抽出液を 2,500 r/min で 5 分間遠心分離し、上澄み液を綿栓ろ過後、メタノール及び 1 %炭酸水素ナトリウム溶液の混液(7:3)を加えて正確に 100 ml とする。希釈液 10 ml を 500 ml 容分液ロートに正確に分取する。これに PBS 150 ml, 塩化ナトリウム 10 g 及びヘキサン 80 ml を加えて、5 分間振とうする。しばらく静置した後下層を分取し、PBS を加え正確に 200 ml とし、これをガラス繊維ろ紙でろ過する。

イムノアフィニティーカラムの内液をからさないように注意して吸引マニュホールドに連結し、リザーバーを取り付ける。先のろ液を 80 ml 分取し、イムノアフィニティーカラムに負荷する。流速は毎秒 1,2 滴になるように調整し、カラムは乾燥させないようにする。続いて 0.01 mol/L 酢酸アンモニウム溶液 5 ml でカラムを洗浄し、メタノール及び酢酸の混液(99:1)5 ml で溶出する。この溶出液を 40℃で減圧濃縮乾固し、残渣を水、メタノール及び酢酸の混液(70:30:1) 0.5 ml に溶解して試験溶液とする。

③茶葉

試料約 2.5 g を 250 ml 容遠心管に採取し、アセトニトリル、水及び塩酸の混液 (8:1:1)100 ml を正確に加えて 30 分間振とう抽出後、2,500 r/min で 5 分間遠心分離する。上澄み液 2.5 ml を正確に分取し、アセトニトリル、水及び塩酸の混液 (8:1:1)7.5 ml、硫酸アンモニウム 2 g を加えて 5 分間振とうする。2,500 r/min で 5 分間遠心分離した後、上層(アセトニトリル層)を分取する。

予め水 10 ml、メタノール 10 ml 及びアセトニトリル 10 ml で予備洗浄した Bond Elut DEA カートリッジカラムに先の分取液を負荷する。アセトン及びアセトニトリルの混液 (1:1)10 ml、80 %メタノール及び酢酸の混液 (99:1)10 ml でカラムを洗浄し、80 %メタノール及びトリフルオロ酢酸の混液 (99:1)10 ml で溶出する。この溶出液を 40 °C で減圧濃縮乾固し、残渣をメタノール約 2 ml に溶解する。これを PBS で希釈し正確に 50 ml とした後、ガラス繊維ろ紙でろ過する。

イムノアフィニティーカラムの内液をからさないように注意して吸引マニュホールドに連結し、リザーバーを取り付ける。先のろ液を 40 ml 分取し、イムノアフィニティーカラムに負荷する。流速は毎秒 1,2 滴になるように調整し、カラムは乾燥させないようにする。続いて 0.01 mol/L 酢酸アンモニウム溶液 5 ml でカラムを洗浄し、メタノール及び酢酸の混液 (99:1)5 ml で溶出する。この溶出液を 40 °C で減圧濃縮乾固し、残渣を水、メタノール及び酢酸の混液 (70:30:1) 0.5 ml に溶解して試験溶液とする。

4) 高速液体クロマトグラフ操作条件

ポンプ：NANOSPACE SI-2 [株式会社 資生堂]

検出器：分光蛍光検出器 NANOSPACE SI-2 [株式会社 資生堂]

カラム：ZORBAX Eclipse XDB-C18 (内径4.6 mm, 長さ150 mm, 粒径5 μ m)
[Agilent Technologies]

カラム温度：40 °C

移動相：水、アセトニトリル及び酢酸の混液 (510:480:10)

流量：0.8 ml/min

測定波長：Ex 333 nm Em 460 nm

注入量：40 又は 50 μ l

5) 標準溶液の調製

OTA標準品5 mgにメタノールを加えて溶解し、50 mlに定容して100 μ g/mlの標準原液を調製する。この原液1 mlを正確に分取し、濃縮乾固したものに、トルエン及び酢酸の混液 (99:1)を10 ml加え超音波処理を行ってよく溶解し、10 μ g/mlの溶液を調製する。この溶液について、分光光度計[U-2000形 株式会社 日立製作所]および1 cm石英セルを用い、トルエン及び酢酸の混液 (99:1)を対照として333 nmにおける吸光度を測定し、得られた値を用い、次式からファクターを算出する。更に標準原液を適宜水、メタノール及び酢酸の混液 (70:30:1)で希釈し、検量線用標準溶液 (0.05～5 ng/ml)を調製する。

$$\text{OTA 標準原液のファクター} = \frac{A \times \text{MW} \times 1000}{\epsilon \times 10}$$

A : 吸光度

MW : 分子量 = 403

ϵ : トルエン及び酢酸の混液 (99:1) におけるモル吸光係数 = 5440

6) 検量線の作成

標準溶液 40 または 50 μl を高速液体クロマトグラフに注入し、得られた OTA のピーク高さと標準溶液の OTA の濃度から検量線を作成する。

7) 高速液体クロマトグラフ法による測定

試験溶液 40 または 50 μl を高速液体クロマトグラフに注入し、得られた OTA のピーク高さと 6) の検量線から試験溶液中の OTA 濃度を求め、試料中の濃度を算出する。

8) 検出下限及び定量限界の設定

ひまわり種子及び豚肉に試料中の OTA 濃度が 0.5 ng/g になるように添加し、7 回の測定を実施した結果を表-19 に示した。検出下限は標準偏差の 3 倍、定量限界は 10 倍とすると、設定予定の定量限界 0.5 ng/g の定量が可能であると判断された。

表-19 検出限界及び定量限界の確認

	(ng/g)	
	ひまわり種子	豚肉
1	0.323	0.447
2	0.402	0.442
3	0.380	0.442
4	0.442	0.419
5	0.402	0.447
6	0.429	0.451
7	0.345	0.456
平均	0.389	0.443
標準偏差 (σ)	0.043	0.012
3 σ	0.13	0.04
10 σ	0.43	0.12

9) 添加回収試験 (1)

ひまわり種子及び豚肉に試料中の OTA 濃度が 5 ng/g 及び 0.5 ng/g になるように添加し、本分析法の操作にしたがって、添加回収試験 (繰り返し 7 回) を実施して標

標準偏差(ばらつき)を求めた(表-20 参照)。

表-20 添加回収試験の結果

(%)

	ひまわり種子		豚 肉	
添加濃度 (ng/g)	5	0.5	5	0.5
1	90.2	103.3	90.2	105.1
2	85.0	101.5	84.6	103.5
3	88.0	107.1	95.0	107.7
4	88.6	100.7	92.4	101.9
5	84.8	104.1	92.8	105.9
6	94.6	103.8	86.8	104.1
7	97.4	103.3	93.4	102.6
平均	89.8	103.4	90.7	104.4
標準偏差 (σ)	4.7	2.1	3.8	2.0

10) 添加回収試験(2)

各試料に試料中のOTA濃度が5 ng/gになるように添加し、回収試験を実施した(表-21参照)。

表-21 添加回収試験の結果

(%)

食 品	回収率
オリーブオイル	81.4
オリーブ塩漬け	81.6
オリーブマヨネーズ	72.7
ひまわり種子	72.4
ひまわりオイル	76.3
養殖エビ	68.8
養殖魚(鰻蒲焼)	73.8
健康食品(酵素)	92.4
健康食品(ウコン)	88.2
牛肉	68.7
フランクフルト	78.5
牛乳	90.0
粉ミルク	68.2
鶏卵	65.1
卵豆腐	82.6
豚肝臓	86.6
スモークレバー	54.1
乾燥パセリ	71.3
ウーロン茶	75.2
ココア	83.1
シリアル(ミューズリー)	83.1

11) 妨害物質の有無(特異性)

添加回収試験で用いた試料からは、OTAの測定を妨げるピークは認められなかった。

12) 確認方法

OTAが検出された場合又は妨害ピークが認められた場合には、試験溶液で以下の条件で高速液体クロマトグラフ(操作条件①または②)または液体クロマトグラフ-質量分析計による測定を行い、確認試験とした。

<高速液体クロマトグラフ操作条件①>

ポンプ：NANOSPACE SI-2 [株式会社 資生堂]

検出器：分光蛍光検出器 NANOSPACE SI-2 [株式会社 資生堂]

カラム：Inertsil ODS2 (内径4.6 mm, 長さ250 mm, 粒径5 μ m)
[ジーエルサイエンス株式会社]

カラム温度：40 $^{\circ}$ C

移動相：0.1 %りん酸及びアセトニトリルの混液(53:47)

流量：0.8 ml/min

測定波長：Ex 333 nm Em 460 nm

注入量：50 μ l

<高速液体クロマトグラフ操作条件②>

ポンプ：NANOSPACE SI-2 [株式会社 資生堂]

検出器：分光蛍光検出器 NANOSPACE SI-2 [株式会社 資生堂]

カラム：Mightysil RP-18 GP (内径4.6 mm, 長さ250 mm, 粒径5 μ m)
[関東化学株式会社]

カラム温度：40 $^{\circ}$ C

移動相：メタノール及び0.1 %りん酸の混液(6:4)

流量：1.0 ml/min

測定波長：Ex 333 nm Em 460 nm

注入量：50 μ l

<液体クロマトグラフ-質量分析計操作条件>

機種：1100 Series[Agilent Technologies]

検出器：質量分析計 G1956B[Agilent Technologies]

カラム：Mightysil RP-18 GP(内径2.0 mm, 長さ150 mm, 粒径5 μ m)
[関東化学株式会社]

カラム温度：40 $^{\circ}$ C

移動相：A液；0.01 mol/L酢酸アンモニウム溶液 B液；アセトニトリル
グラジェント溶出条件：(B液の割合) 30 % $\rightarrow$ 90 %(20分間)

流 量： 0.2 ml/min
注 入 量： 20 μ l
設定質量数： m/z 404
イオン化法： ESI 正イオンモード
フラグメンタ電圧： 140 V
ネブライザガス： 窒素 60 psi
乾燥ガス： 窒素 10 L/min, 350 $^{\circ}$ C
キャピラリー電圧： 4,000 V

13) 添付資料

① 検量線の一例

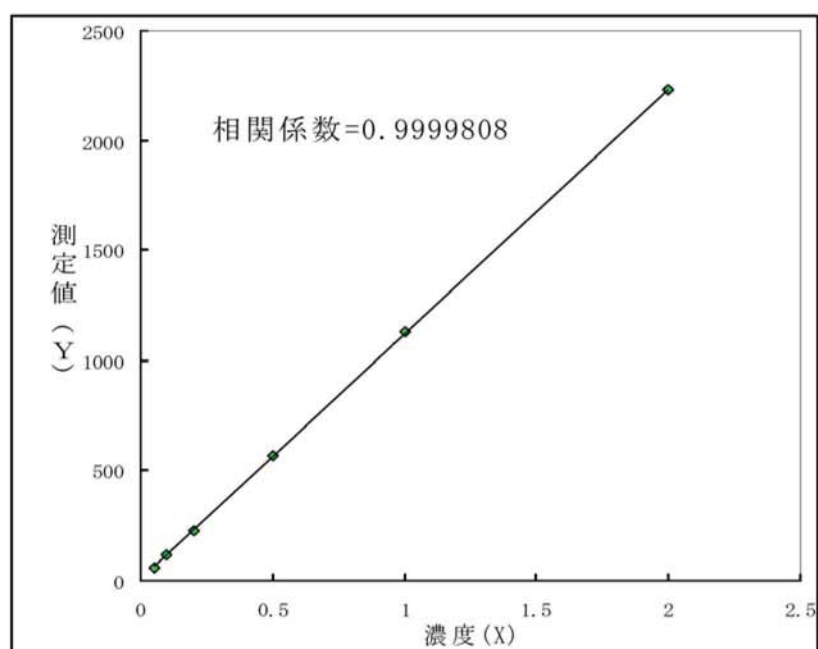


図-1 OTA の検量線の一例

② 標準溶液のクロマトグラム

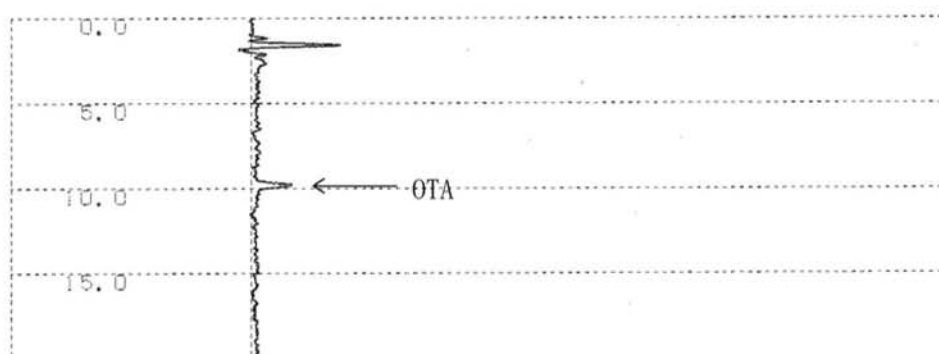


図-2 OTA 標準溶液 0.1 ng/ml

③ 添加回収試験のクロマトグラム(ひまわり種子及び豚肉)

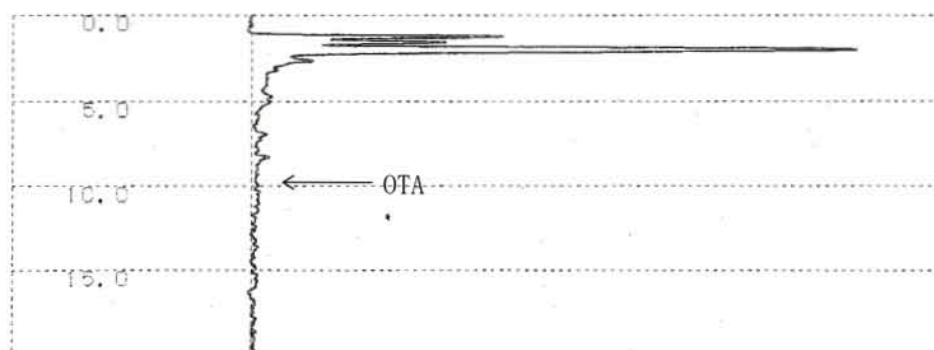


図-3 試料：ひまわり種子(無添加)

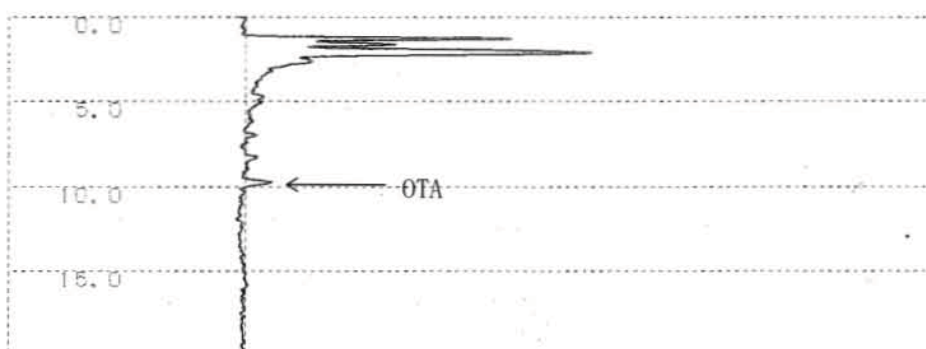


図-4 試料：ひまわり種子(0.5 ng/g 相当添加)

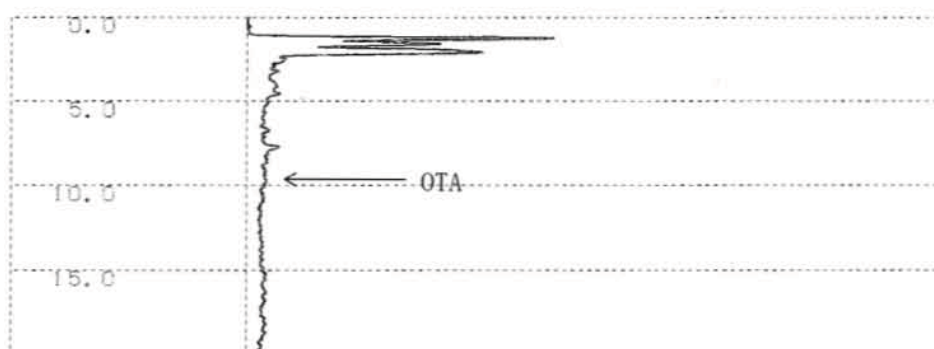


図-5 試料：豚肉(無添加)

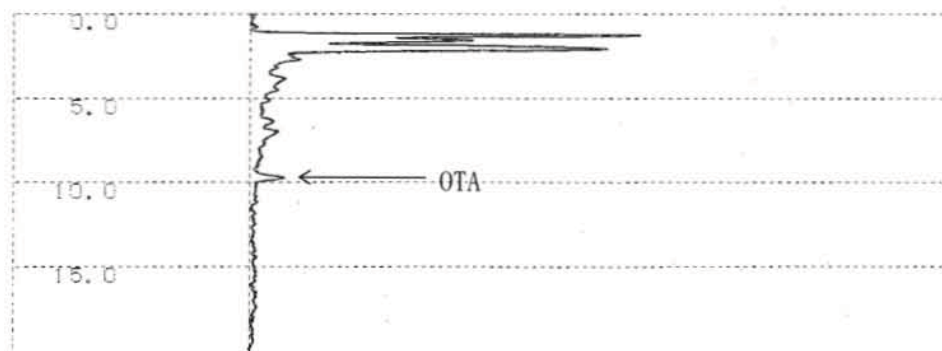


図-6 試料：豚肉 (0.5 ng/g 相当添加)

II アフラトキシン B₁, B₂, G₁, G₂ 及び M₁ (AF B₁, B₂, G₁, G₂ 及び M₁)

1) 器具及び装置

遠心管 (250 ml 容)
桐山ロート
ろ紙 (No. 704) [日本理化学機器株式会社]
ヒスコトロン型ホモジナイザー
吸引鐘
アスピレーター
ガラスロート
ピペット類
メスシリンダー
メスフラスコ
振とう機
分液ロート (300 ml 容)
ナス形フラスコ (100 ml 容, 300 ml 容)
汎用天秤
ロータリーエバポレーター
高速液体クロマトグラフ (蛍光検出器付)

2) 試薬及び試液

AF 標準品: B₁, B₂, G₁, G₂ 及び M₁ [Sigma-Aldrich]
水
ジクロロメタン (試薬特級) [関東化学株式会社]
アセトン (試薬特級) [関東化学株式会社]
エタノール (試薬特級) [関東化学株式会社]
無水硫酸ナトリウム (試薬特級) [関東化学株式会社]
塩化ナトリウム (試薬特級) [関東化学株式会社]
水酸化カリウム (試薬特級) [関東化学株式会社]
ヘキサン (残留農薬・PCB 試験用) [和光純薬工業株式会社]
メタノール (残留農薬・PCB 試験用) [和光純薬工業株式会社]
アセトニトリル (残留農薬・PCB 試験用) [和光純薬工業株式会社]
ハイフロスーパーセル [Sigma-Aldrich]
Sep-Pak Plus Florisil [Waters Corporation]
多機能カラム (クリーンアップ用カートリッジカラム):
Mycosep #226 [Romer Labs, Inc]
1 %塩化ナトリウム溶液及びメタノールの混液 (45:55): 塩化ナトリウム 36 g を溶解した水 3,600 ml 及びメタノール 4,400 ml を混合する。
0.02 mol/L 水酸化カリウム溶液: 水酸化カリウム 1.1 g に水 1 L を加え溶解する。

ジクロロメタン及びメタノールの混液(9:1):ジクロロメタン 900 ml 及びメタノール 100 ml を混合する。

アセトン及び水の混液(97:3):アセトン 970 ml 及び水 30 ml を混合する。

アセトニトリル及び水の混液(9:1):アセトニトリル 900 ml 及び水 100 ml を混合する。

水及びメタノールの混液(6:4):水 1,800 ml 及びメタノール(HPLC 用)1,200 ml を混合する。

3) 試験溶液の調製

① 健康食品以外の試料

試料約 10 g を 250 ml 容遠心管に採取し、1 %塩化ナトリウム溶液及びメタノールの混液(45:55)100 ml を正確に加える。試料が粉末または液体の場合は 30 分間振とうし、試料が粗い磨砕物や生体試料、混濁した液体の場合はホモジナイザーを用いて約 2 分間攪はん抽出を行う。抽出液を吸引ろ過し、ろ液にヘキサン 100 ml を加えて 10 分間振とうする。下層にジクロロメタン 100 ml を加え 5 分間振とう後、下層を別の分液ロートに分取し、上層に再びジクロロメタン 50 ml を加え 5 分間振とうし、下層を合わせる。これに 0.02 mol/L 水酸化カリウム溶液 25 ml 及び精製水 100 ml を加えて洗浄後、無水硫酸ナトリウムで脱水ろ過し、40 °C で減圧濃縮乾固する。残渣をジクロロメタン 20 ml に溶解した後、Sep-Pak Plus Florisil に負荷し、ジクロロメタン及びメタノールの混液(9:1)20 ml で洗浄後、アセトン及び水の混液(97:3)30 ml で溶出する。溶出液に少量のエタノールを加え、40 °C で減圧濃縮乾固後、残渣をアセトニトリル 1 ml に溶解して試験溶液とする。

なお、クロマトグラム上に妨害物質が認められる場合は、試験溶液を適宜希釈し、②に記載されている多機能カラムを用いて追加精製を行う。

② 健康食品

試料約 10 g を 250 ml 容遠心管に採取し、1 %塩化ナトリウム溶液及びメタノールの混液(45:55)100 ml を加える。30 分間振とう後、吸引ろ過を行い、ろ液にヘキサン 100 ml を加え、10 分間振とうする。下層にジクロロメタン 100 ml を加え 5 分間振とう後、下層を別の分液ロートに分取し、上層に再びジクロロメタン 50 ml を加え 5 分間振とうし、下層を合わせる。これに 0.02 mol/L 水酸化カリウム溶液 25 ml 及び精製水 100 ml を加えて洗浄後、無水硫酸ナトリウムで脱水ろ過し、40 °C で減圧濃縮乾固する。残渣をジクロロメタン 20 ml で溶解した後、Sep-Pak Plus Florisil に負荷し、ジクロロメタン及びメタノールの混液(9:1)20 ml で洗浄後、アセトン及び水の混液(97:3)30 ml で溶出する。溶出液に少量のエタノールを加え、40 °C で減圧濃縮乾固する。残渣をアセトニトリル及び水の混液(9:1)5 ml に溶解し、多機能カラム Mycosep #226 に負荷し、1 分間に 1 ml の流速で流出する。最初に溶出される流出液約 1 ml を試験溶液とする。

なお、クロマトグラム上に妨害物質が認められる場合は、適宜希釈を行う。

③ 乳製品(加工品)

試料約 10 g を 250 ml 容遠心管に採取し、1 %塩化ナトリウム溶液及びメタノールの混液(45:55)100 ml を加える。30 分間振とう後、吸引ろ過を行い、ろ液にヘキサン 100 ml を加え、10 分間振とうする。下層にジクロロメタン 100 ml を加え 5 分間振とう後、下層を別の分液ロートに分取し、上層に再びジクロロメタン 50 ml を加え 5 分間振とうし、下層を合わせる。これに 0.02 mol/L 水酸化カリウム溶液 25 ml 及び精製水 100 ml を加えて洗浄後、無水硫酸ナトリウムで脱水ろ過し、40 °C で減圧濃縮乾固する。残渣をアセトニトリル 5 ml に溶解し、試験溶液とする。

4) 高速液体クロマトグラフ操作条件

機 種：LC-10AS[株式会社 島津製作所] (PHRED フォトケミカルリアクター装着)

検出器：蛍光検出器 RF-10AXL[株式会社 島津製作所]

カラム：Mightysil RP-18 GP(内径 4.6 mm, 長さ 250 mm, 粒径 5 μ m)[関東化学株式会社]

カラム温度：40 °C

移動相：水及びメタノールの混液(6:4)

測定波長：Ex 365 nm Em 450 nm

流量：0.7 ml/min

注入量：10 μ l

5) 標準溶液の調製

AF B₁, B₂, G₁及びG₂の各標準品1 mgにそれぞれアセトニトリルを加えて溶解し、200 ml に定容して5 μ g/mlの標準原液を調製する。この原液を混合し、アセトニトリルで適宜希釈し、AF検量線用混合標準溶液(0.5~20 ng/ml)を調製する。また、AF M₁の標準品0.01 mgにアセトニトリルを加えて溶解し、100 mlに定容して100 ng/mlの標準原液を調製する。この標準原液をアセトニトリルで適宜希釈し、AF M₁検量線用標準溶液(0.5~20 ng/ml)を調製する。

6) 検量線の作成

AF 混合標準溶液及び AF M₁ 標準溶液 10 μ l を高速液体クロマトグラフに注入し、得られた目的対象物質のピーク高さと標準溶液の目的対象物質の濃度から検量線を作成する。

7) 高速液体クロマトグラフ法による測定

試験溶液 10 μ l を高速液体クロマトグラフに注入し、得られた目的対象物質のピーク高さと 6) の検量線から、試験溶液中の目的対象物質の濃度を求め、試料中の濃度を算出する。

8) 検出下限及び定量下限の設定

養殖鮭に試料中の AF B₁, B₂, G₁ 及び G₂ の濃度が 0.1 ng/g になるように添加し, 7 回の測定を実施した結果を表-22 に示した。検出下限は標準偏差の 3 倍以上, 定量下限は 10 倍以上とし, それぞれ試料中の濃度として 0.03 ng/g 及び 0.1 ng/g とした。また, ウコンに試料中の AF B₁, B₂, G₁ 及び G₂ の濃度が 0.5 ng/g になるように添加し, 7 回の測定を実施した結果を表-23 に示した。検出下限は標準偏差の 3 倍, 定量下限は 10 倍とすると, 設定予定の健康食品(ウコン)で定量限界 0.5 ng/g, その他食品で定量限界 0.1 ng/g の定量が可能であると判断された。

また, ヨーグルトに試料中の AF M₁ の濃度が 0.5 ng/g になるように添加し, 7 回の測定を実施した結果を表-24 に示した。検出下限は標準偏差の 3 倍, 定量下限は 10 倍とすると, 定量限界 0.5 ng/g 程度の定量が可能であると判断された。

表-22 検出下限及び定量下限の確認(養殖鮭)

(ng/g)

	AF			
	B ₁	B ₂	G ₁	G ₂
1	0.077	0.077	0.088	0.090
2	0.069	0.074	0.080	0.079
3	0.079	0.084	0.096	0.095
4	0.072	0.076	0.091	0.091
5	0.079	0.080	0.093	0.093
6	0.073	0.073	0.088	0.087
7	0.071	0.073	0.083	0.085
平均	0.074	0.076	0.088	0.088
標準偏差(σ)	0.0040	0.0040	0.0055	0.0054
3σ	0.01	0.01	0.02	0.02
10σ	0.04	0.04	0.06	0.05

表-23 検出下限及び定量下限の確認(ウコン)

(ng/g)

	AF			
	B ₁	B ₂	G ₁	G ₂
1	0.342	0.416	0.323	0.364
2	0.332	0.412	0.291	0.348
3	0.341	0.402	0.309	0.338
4	0.260	0.364	0.310	0.366
5	0.296	0.382	0.308	0.373
6	0.290	0.360	0.292	0.359
7	0.320	0.381	0.332	0.384
平均	0.311	0.388	0.309	0.361
標準偏差(σ)	0.030	0.022	0.014	0.015
3σ	0.09	0.07	0.04	0.05
10σ	0.30	0.22	0.14	0.15

表-24 検出下限及び定量下限の確認(ヨーグルト)

(ng/g)

	AF M ₁
1	0.484
2	0.507
3	0.500
4	0.463
5	0.489
6	0.477
7	0.449
平均	0.481
標準偏差(σ)	0.020
3 σ	0.06
10 σ	0.20

9) 添加回収試験(1)

養殖鮭に AF B₁, B₂, G₁ 及び G₂ 濃度が 0.1 ng/g 及び 1 ng/g になるように標準溶液を添加し、本分析法の操作にしたがって、添加回収試験(繰り返し 7 回)を実施して標準偏差(ばらつき)を求めた(表-25 参照)。同様にして、ウコンに濃度が 0.5 ng/g 及び 5 ng/g になるように添加し、添加回収試験を実施して標準偏差(ばらつき)を求めた(表-26 参照)。

更に AF M₁ についても同様に、ヨーグルトに濃度が 0.5 ng/g 及び 5 ng/g になるように添加し、添加回収試験を実施して標準偏差(ばらつき)を求めた(表-27 参照)。

表-25 添加回収試験の結果(養殖鮭)

(%)

添加濃度(ng/g)	0.1				1			
AF	B ₁	B ₂	G ₁	G ₂	B ₁	B ₂	G ₁	G ₂
1	77.3	77.6	89.2	90.3	73.9	78.1	76.7	79.5
2	73.5	78.3	85.0	83.8	76.8	82.8	80.3	84.9
3	80.2	85.3	97.5	96.4	78.4	82.7	77.7	83.7
4	72.3	77.0	91.9	91.3	75.2	77.3	75.8	78.4
5	79.6	80.9	93.3	93.2	76.2	78.0	81.0	82.7
6	75.8	76.7	92.3	90.9	80.6	83.1	86.0	89.3
7	75.5	77.3	87.4	89.3	70.4	72.6	76.0	78.4
平均	76.3	79.0	90.9	90.7	75.9	79.2	79.0	82.4
標準偏差(σ)	2.9	3.1	4.1	3.8	3.3	3.9	3.7	4.0

表-26 添加回収試験の結果(ウコン)

(%)

添加濃度 (ng/g)	0.5				5			
AF	B ₁	B ₂	G ₁	G ₂	B ₁	B ₂	G ₁	G ₂
1	69.2	84.4	65.5	73.7	74.9	79.8	74.5	79.7
2	66.8	83.0	58.6	70.2	68.9	73.1	66.5	72.3
3	68.6	80.9	62.2	68.0	72.4	76.4	67.8	73.7
4	52.1	73.1	62.2	73.5	72.1	76.7	72.5	76.3
5	59.3	76.5	61.9	74.7	64.0	65.4	67.1	73.4
6	58.4	72.6	59.0	72.3	67.2	68.4	71.8	78.1
7	64.4	76.6	66.9	77.3	62.7	64.1	68.9	73.7
平均	62.6	78.1	62.3	72.8	68.8	71.9	69.8	75.3
標準偏差 (σ)	6.3	4.7	3.1	3.0	4.5	6.1	3.1	2.8

表-27 添加回収試験の結果(ヨーグルト)

(%)

添加濃度 (ng/g)	0.5	5
AF	M ₁	
1	97.2	91.8
2	102	90.8
3	100	89.8
4	93.3	80.0
5	98.5	85.5
6	95.9	88.3
7	90.3	89.9
平均	96.7	88.0
標準偏差 (σ)	4.0	4.1

10) 添加回収試験(2)

試料にAF B₁, B₂, G₁, G₂及びM₁の試料中の濃度が検出限界の10倍になるように添加し, 回収試験を実施した(表-28参照)。

表-28 添加回収試験の結果

食品	回収率(%)				
	B ₁	B ₂	G ₁	G ₂	M ₁
オリーブ	66.5	66.5	45.1	47.7	
ひまわり種子	59.3	58.4	41.8	45.4	
養殖エビ	62.4	66.0	61.5	69.8	
養殖魚(鮭)	70.2	73.4	72.0	77.1	
健康食品(アガリクス)	65.5	65.8	63.5	69.3	
牛肉	71.0	78.9	76.5	84.7	
ハム	57.5	61.4	50.9	60.7	
ヨーグルト					85.2
豚肝臓	50.8	52.8	53.4	68.0	
さとうきび	78.5	82.3	77.0	84.1	
ハラミ	56.8	60.6	41.8	49.8	
ハーブ類	53.5	57.6	48.6	56.9	
シリアル(コーンフレーク)	67.4	68.1	54.2	58.2	

11) 妨害物質の有無(特異性)

添加回収試験で用いた試料からは、AF B₁、B₂、G₁、G₂及びM₁の測定を妨げるピークは認められなかった。

12) クロマトグラム上に妨害物質が見られる場合の処置

3)①及び②の試験方法で実施した際に、クロマトグラム上に妨害物質が見られる場合は、試験溶液を適宜希釈し、多機能カラムによる追加精製を行った。

13) 添付資料

① 検量線の一例

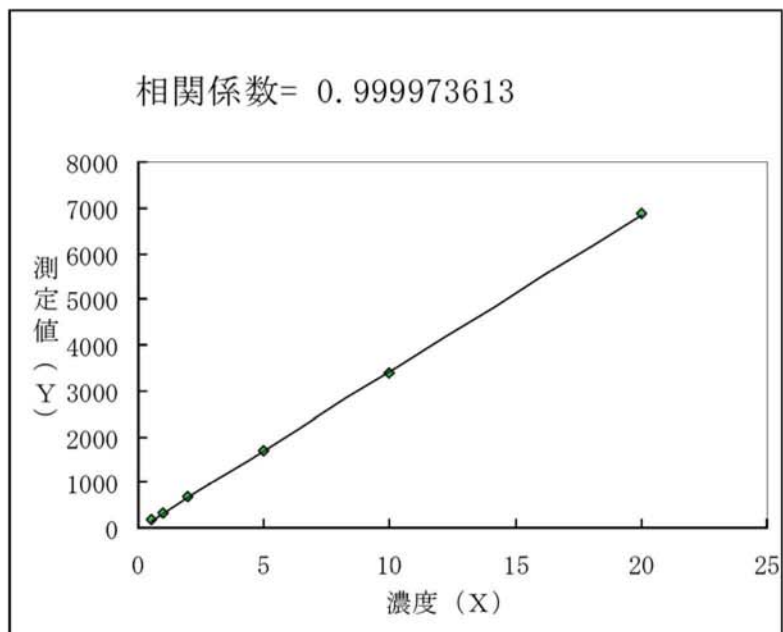


図-7 AF B₁ の検量線の一例

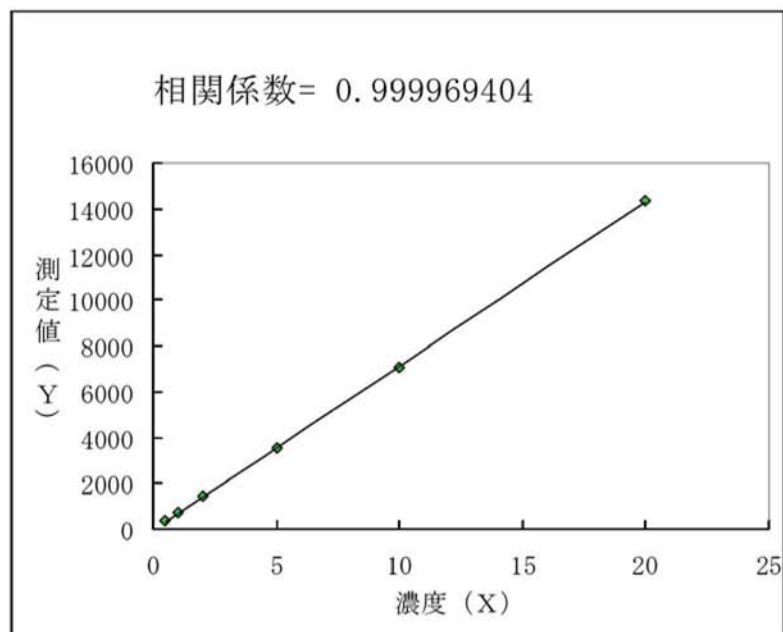


図-8 AF B₂ の検量線の一例

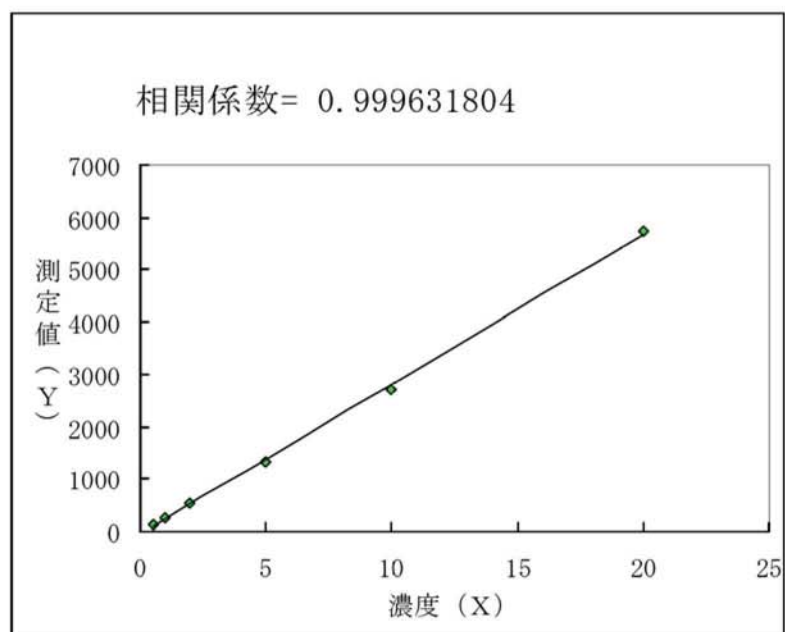


図-9 AF G_1 の検量線の一例

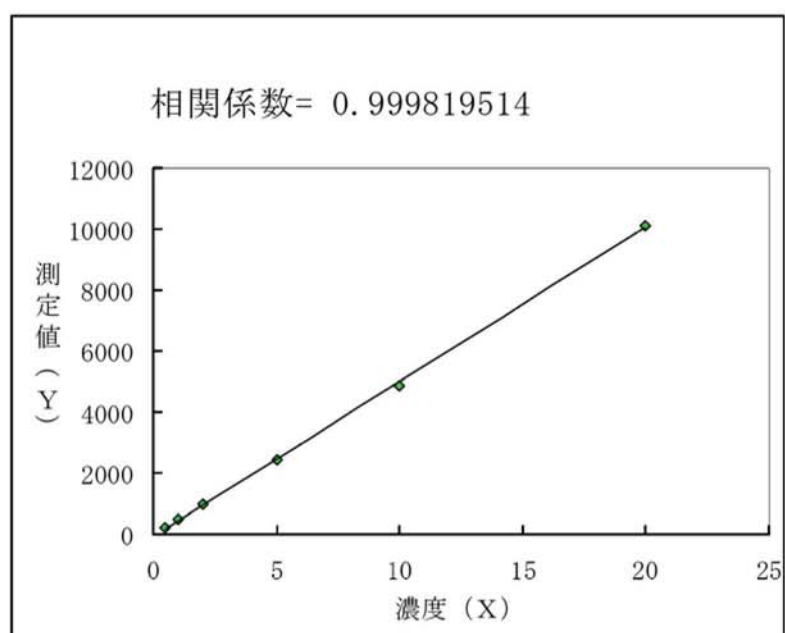


図-10 AF G_2 の検量線の一例

② 標準溶液のクロマトグラム

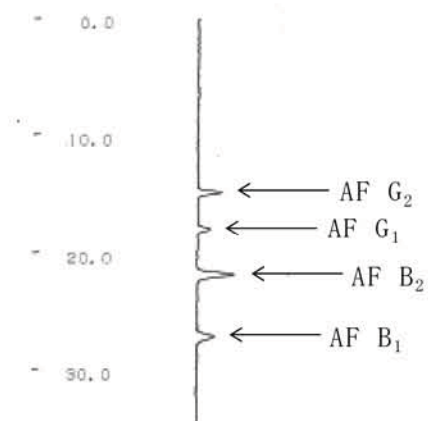


図-11 AF 混合標準溶液 1 ng/ml

③ 添加回収試験のクロマトグラム(養殖鮭及びウコン)

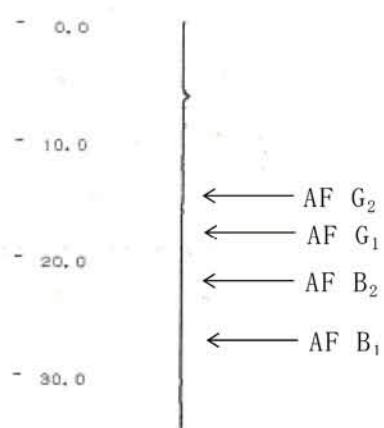


図-12 試料：養殖鮭(無添加)

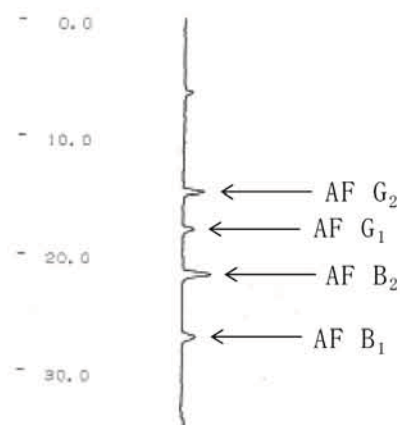


図-13 試料：養殖鮭(0.1 ng/g 相当添加)

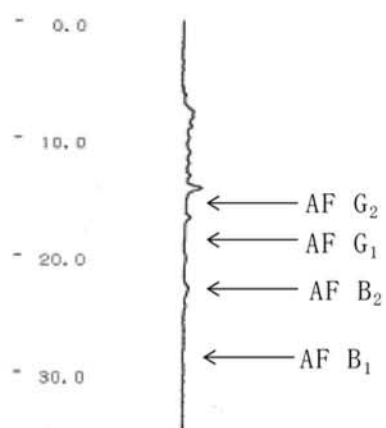


図-14 試料：ウコン(無添加)

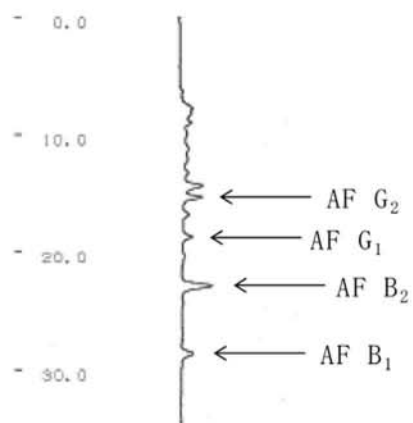


図-15 試料：ウコン(0.5 ng/g 相当添加)

④ AF M₁ 検量線の一例

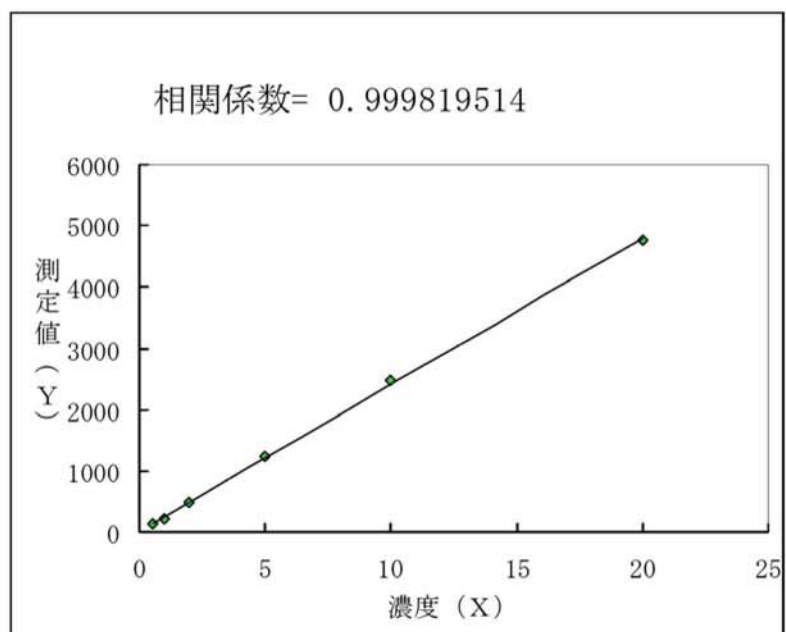


図-16 AF M₁ の検量線の一例

⑤ 標準溶液のクロマトグラム

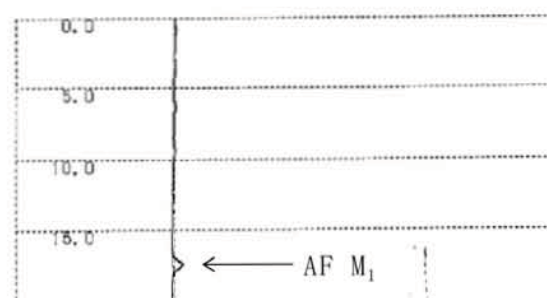


図-17 AF M₁標準溶液 1 ng/ml

⑥ 添加回収試験のクロマトグラム(ヨーグルト)

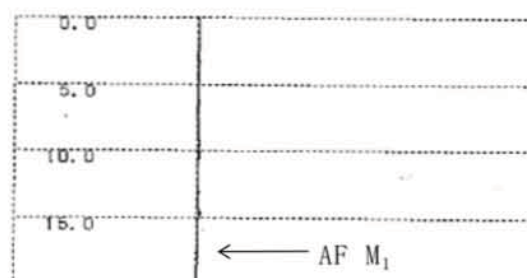


図-18 試料：ヨーグルト(無添加)

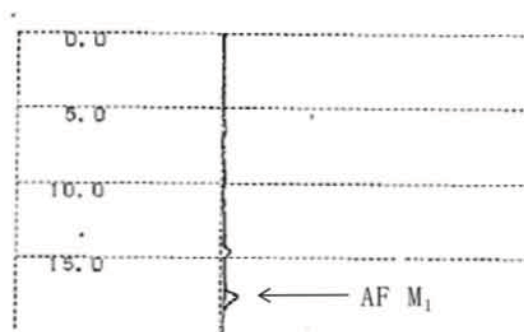


図-19 試料：ヨーグルト(0.5 ng/g相当添加)

Ⅲ ゼアラレノン(ZEN)及びゼアラレノール(Zel)

1) 器具及び装置

遠心管(250 ml容)
分液ロート(200 ml容)
ナス形フラスコ(50, 300 ml容)
ガラス管カラム(内径15 mm, 長さ350 mm)
ガラスロート
ピペット類
メスシリンダー
リザーバー及びジョイント
ろ紙(No. 5A)[東洋濾紙株式会社]
ガラス繊維ろ紙(GA55)[東洋濾紙株式会社]
メンブランフィルター(Millex-LG, 孔径0.2 μ m)[Millipore Corporation]
ポリトロン型ホモジナイザー
化学天秤
汎用天秤
振とう機
遠心分離機
ロータリーエバポレーター
pH メーター
高速液体クロマトグラフ(蛍光検出器付)
液体クロマトグラフ-質量分析計

2) 試薬及び試液

ZEN 標準品[Sigma-Aldrich]
 α -Zel 標準品[Sigma-Aldrich]
 β -Zel 標準品[Sigma-Aldrich]
水
アセトニトリル(試薬特級)[和光純薬工業株式会社]
アセトニトリル(HPLC 用)[関東化学株式会社]
メタノール(試薬特級及び HPLC 用)[関東化学株式会社]
ヘキサン(試薬特級)[関東化学株式会社]
1-プロパノール(試薬特級)[和光純薬工業株式会社]
りん酸水素二ナトリウム(試薬特級)[和光純薬工業株式会社]
りん酸二水素ナトリウム二水和物(試薬特級)[和光純薬工業株式会社]
りん酸二水素カリウム(試薬特級)[和光純薬工業株式会社]
酢酸アンモニウム(試薬特級)[和光純薬工業株式会社]
りん酸(試薬特級)[和光純薬工業株式会社]
フロリジール PR[和光純薬工業株式会社]

Sep-Pak Plus C18[Waters Corporation]

イムノアフィニティーカラム (ZearalaTest) [VICAM]

0.02 mol/L リン酸緩衝液 (pH5.0) : 0.02 mol/L リン酸二水素ナトリウム溶液 (水 1 L にリン酸二水素ナトリウム二水和物 3.12 g を溶解したもの) に 0.02 mol/L リン酸水素二ナトリウム溶液 (水 1 L にリン酸水素二ナトリウム 2.83 g を溶解したもの) を加えて pH を 5.0 に調整する。

0.02 mol/L リン酸緩衝液 (pH5.0) 及び水の混液 (4 : 6) : 0.02 mol/L リン酸緩衝液 (pH5.0) 40 ml と水 60 ml を混合する。

0.1 mol/L リン酸二水素カリウム溶液 (pH3.5) : リン酸二水素カリウム 6.80 g を水 500 ml に溶解し、リン酸を加えて pH を 3.5 に調整する。

水及びメタノールの混液 (6 : 4) : 水 60 ml 及びメタノール 40 ml を混合する。

水及びメタノールの混液 (3 : 7) : 水 30 ml 及びメタノール 70 ml を混合する。

水及びメタノールの混液 (1 : 9) : 水 100 ml 及びメタノール 900 ml を混合する。

水及びアセトニトリルの混液 (1 : 1) : 水 50 ml 及びアセトニトリル (HPLC 用) 50 ml を混合する。

水及びアセトニトリルの混液 (16 : 84) : 水 160 ml 及びアセトニトリル 840 ml を混合する。

0.1 mol/L リン酸二水素カリウム溶液 (pH3.5), メタノール及びアセトニトリルの混液 (10 : 1 : 9) : 0.1 mol/L リン酸二水素カリウム溶液 (pH3.5) 500 ml, メタノール (HPLC 用) 50 ml 及びアセトニトリル (HPLC 用) 450 ml を混合する。

0.1 mol/L リン酸二水素カリウム溶液 (pH3.5), メタノール及びアセトニトリルの混液 (11 : 1 : 8) : 0.1 mol/L リン酸二水素カリウム溶液 (pH3.5) 550 ml, メタノール (HPLC 用) 50 ml 及びアセトニトリル (HPLC 用) 400 ml を混合する。

0.01 mol/L 酢酸アンモニウム溶液, アセトニトリル及びメタノールの混液 (55 : 20 : 35) : 0.01 mol/L 酢酸アンモニウム溶液 550 ml, アセトニトリル (HPLC 用) 20 ml 及びメタノール (HPLC 用) 350 ml を混合する。

3) 試験溶液の調製

① 植物原料の食品及び粉ミルク以外

試料約 5 g を 250 ml 容遠心管に採取し、アセトニトリル 30 ml (脂肪分が多い場合はアセトニトリル 60 ml 及びヘキサン 60 ml) を加えてホモジナイザーを用いて約 3 分間攪はんした後、3,500 r/min で 5 分間遠心分離する。上澄み液を綿栓ろ過し、残留物に再度アセトニトリル 30 ml を加えて 1 分間振とうした後、3,500 r/min で 5 分間遠心分離する。上澄み液を綿栓ろ過して先のろ液と合わせ、ヘキサン 60 ml を加えて 5 分間振とうする。下層を分取し、再度ヘキサン 30 ml (脂肪分が多い場合は 60 ml) を加えて 5 分間振とうする。下層を分取し、あらかじめアセトニトリルによりガラス管カラムに充てんしアセトニトリル 100 ml で洗浄したフロリジール PR (8 g) に負荷する。アセトニトリル 30 ml を続けて流し、先の通過液と合わせて 40 °C で減圧濃縮乾固する。残留物に 0.02 mol/L リン

酸緩衝液 (pH5.0) 及び水の混液 (4 : 6) 10 ml を加えて溶解し、あらかじめメタノール 10 ml, 水 10 ml 及び 0.02 mol/L リン酸緩衝液 (pH5.0) 2 ml で洗浄した Sep-Pak Plus C18 に負荷する。0.02 mol/L リン酸緩衝液 (pH5.0) 5 ml 及び水及びメタノールの混液 (6 : 4) 10 ml で洗浄後、水及びメタノールの混液 (3 : 7) 10 ml を通し、ゼアラレノンを出す。溶出液に水 15 ml を加え、イムノアフィニティーカラムに負荷する。水 5 ml で洗浄後、メタノール 5 ml を通し、ゼアラレノンを出す。溶出液を 40 °C で減圧濃縮乾固後、アセトニトリル及び水の混液 (1:1) 1 ml に溶解し、メンブランフィルターに通して試験溶液とする。

② 植物原料の食品 (健康食品、ハーブ類、飲料及びシリアル)

試料約 10 g を 250 ml 容遠心管に採取し、水及びメタノールの混液 (1 : 9) 50 ml を加えて 30 分間振とうする。3,500 r/min で 5 分間遠心分離した後、ガラス繊維ろ紙でろ過し、ろ液 5 ml を分取してメタノール 15 ml を加えた後、さらに水を加えて正確に 50 ml とする。再度ガラス繊維ろ紙でろ過し、ろ液 25 ml をイムノアフィニティーカラムに負荷する。水 10 ml 洗浄後、メタノール 5 ml を通し、ゼアラレノンを出す。溶出液を 40 °C で減圧濃縮乾固後、アセトニトリル及び水の混液 (1:1) 0.5 ml に溶解し、メンブランフィルターに通して試験溶液とする。

③ 粉ミルク

試料約 10 g を 250 ml 容遠心管に採取し、水及びアセトニトリルの混液 (16 : 84) 100 ml 及びヘキサン 50 ml を加えてホモジナイザーを用いて約 3 分間攪はんした後、3,500 r/min で 5 分間遠心分離する。下層を分取して、ろ紙でろ過し、ろ液 50 ml に 1-プロパノール 10 ml を加えて 40 °C で減圧濃縮乾固する。残留物に 0.02 mol/L リン酸緩衝液 (pH5.0) 及び水の混液 (4 : 6) 10 ml を加えて溶解し、あらかじめメタノール 10 ml, 水 10 ml 及び 0.02 mol/L リン酸緩衝液 (pH5.0) 2 ml で洗浄した Sep-Pak Plus C18 に負荷する。0.02 mol/L リン酸緩衝液 (pH5.0) 5 ml 及び水及びメタノールの混液 (6 : 4) 10 ml で洗浄後、水及びメタノールの混液 (3 : 7) 10 ml を通し、ゼアラレノンを出す。溶出液に水 15 ml を加え、イムノアフィニティーカラムに負荷する。水 5 ml で洗浄後、メタノール 5 ml を通し、ゼアラレノンを出す。溶出液を 40 °C で減圧濃縮乾固後、アセトニトリル及び水の混液 (1:1) 1 ml に溶解し、メンブランフィルターに通して試験溶液とする。

4) 高速液体クロマトグラフ操作条件

ポンプ : PU-2080 [日本分光株式会社]

検出器 : FP-2020 [日本分光株式会社]

カラム : YMC-PACK ODS-A A-312 (内径 6.0 mm, 長さ 150 mm, 粒径 5 µm)
[株式会社ワイエムシー]

カラム温度 : 40 °C

移動相： 0.1 mol/Lりん酸二水素カリウム溶液(pH3.5)，メタノール及びアセトニトリルの混液(10:1:9)

流量： 1.0 ml/min

測定波長： Ex 274 nm Em 440 nm

注入量： 50 μ l

5) 標準溶液の調製

① ZEN

ZEN標準品25 mgにメタノールを加えて溶解し，100 mlに定容して250 μ g/ml の標準原液を調製する。この原液1 mlを正確に分取し，メタノールで10 mLに定容して25 μ g/ml の溶液を調製する。この溶液について，分光光度計[UV-1600 株式会社 島津製作所]および1 cm石英セルを用い，メタノールを対照として314 nmにおける吸光度を測定し，得られた値を用い，次式からファクターを算出する。更に，標準原液を適宜アセトニトリル及び水の混液(1:1)で希釈し，検量線用標準溶液(0.005～0.1 μ g/ml)を調製する。

$$\text{ZEN 標準原液のファクター} = \frac{A \times MW \times 1000}{\epsilon \times 25}$$

A：吸光度

MW：分子量=318

ϵ ：トルエン及び酢酸の混液(99:1)におけるモル吸光係数=6000

② α -Zel

α -Zel標準品5 mgにアセトニトリルを加えて溶解し，20 mlに定容して250 μ g/ml の標準原液を調製する。この原液を適宜アセトニトリル及び水の混液(1:1)で希釈し，検量線用標準溶液(0.005～0.1 μ g/ml)を調製する。

③ β -Zel

β -Zel標準品5 mgにアセトニトリルを加えて溶解し，20 mlに定容して250 μ g/ml の標準原液を調製する。この原液を適宜アセトニトリル及び水の混液(1:1)で希釈し，検量線用標準溶液(0.025～0.5 μ g/ml)を調製する。

6) 検量線の作成

標準溶液 50 μ l を高速液体クロマトグラフに注入し，得られた目的対象物質のピーク高さと標準溶液の目的対象物質の濃度から検量線を作成する。

7) 高速液体クロマトグラフ法による測定

試験溶液 50 μ l を高速液体クロマトグラフに注入し、得られた目的対象物質のピーク高さと 6) の検量線から試験溶液中の目的対象物質の濃度を求め、試料中の濃度を算出する。

8) 検出下限及び定量下限の設定

① ZEN

大麦若葉及び豚肝臓に試料中の ZEN 濃度がそれぞれ 5 ng/g 及び 1 ng/g になるように添加し、7 回の測定を実施した結果を表-29 に示した。検出下限は標準偏差の 3 倍、定量下限は 10 倍とすると、大麦若葉(健康食品)で定量下限 5 ng/g、その他食品^{注 3)}で定量下限 1 ng/g の定量が可能であると判断された。

注 3) ただし植物が原料であるハーブ類、飲料及びシリアルは、定量下限を健康食品と同様の 5 ng/g に設定とした。

表-29 検出限界及び定量限界の確認
(ng/g)

	大麦若葉	豚肝臓
1	5.37	1.29
2	5.91	1.13
3	5.50	1.12
4	5.81	1.19
5	5.12	1.18
6	5.66	1.06
7	5.24	1.19
平均	5.52	1.17
標準偏差(σ)	0.29	0.07
3 σ	0.87	0.21
10 σ	2.90	0.70

② Zel

豚肝臓に試料中の α -Zel 濃度が 1 ng/g、 β -Zel 濃度が 5 ng/g になるように標準溶液を添加し、7 回の測定を実施した結果を表-30 に示した。検出限界は標準偏差の 3 倍、定量限界は 10 倍とすると、 α -Zel は 1 ng/g 程度、 β -Zel は 5 ng/g 程度までの定量が可能であると判断された。

表-30 検出限界及び定量限界の確認

(ng/g)

	α -Zel	β -Zel
1	1.03	4.15
2	1.07	4.10
3	1.06	4.18
4	1.16	4.52
5	1.17	4.53
6	1.12	4.85
7	1.24	4.38
平均	1.12	4.39
標準偏差(σ)	0.07	0.27
3 σ	0.21	0.81
10 σ	0.70	2.70

9) 添加回収試験(1)

① ZEN

大麦若葉に試料中の ZEN 濃度がそれぞれ 5 ng/g 及び 50 ng/g になるように、また豚肝臓に試料中の ZEN 濃度がそれぞれ 1 ng/g 及び 10 ng/g になるように標準溶液を添加し、本分析法の操作にしたがって、添加回収試験(繰り返し 7 回)を実施して標準偏差(ばらつき)を求めた(表-31 参照)。

表-31 添加回収試験の結果

(%)

添加濃度 (ng/g)	大麦若葉		豚肝臓	
	5	50	1	10
1	107.5	101.3	128.7	97.6
2	118.1	102.9	112.8	99.7
3	110.1	96.7	111.6	96.6
4	116.2	104.0	119.3	100.4
5	102.5	101.2	118.2	93.5
6	113.2	105.9	106.0	89.0
7	104.8	102.6	119.1	102.1
平均	110.3	102.1	116.5	97.0
標準偏差(σ)	5.8	2.9	7.2	4.5

② Zel

豚肝臓に試料中の α -Zel 濃度がそれぞれ 1 ng/g 及び 10 ng/g になるように、 β -Zel 濃度がそれぞれ 5 ng/g 及び 50 ng/g になるように標準溶液を添加し、本分析法の操作にしたがって、添加回収試験(繰り返し 7 回)を実施して標準偏差(ばらつき)を求めた(表-32 参照)。

表-32 添加回収試験の結果

(%)

添加濃度 (ng/g)	α -Zel		β -Zel	
	1	10	5	50
1	103.4	97.8	82.9	94.9
2	107.6	101.5	81.9	97.6
3	106.4	98.3	83.6	96.7
4	116.1	100.9	90.3	97.5
5	116.9	97.1	90.6	97.1
6	111.9	92.0	96.9	93.9
7	124.1	103.1	87.7	99.9
平均	112.3	98.7	87.7	96.8
標準偏差 (σ)	7.2	3.7	5.4	2.0

10) 添加回収試験(2)

試料に ZEN もしくは α -Zel の場合は、試料中の濃度が 10 ng/g(健康食品, ハーブ類, ココア及びシリアル)の ZEN は 50 ng/g)になるように, β -Zel の場合は、試料中の濃度が 50 ng/g になるように添加し, 回収試験を実施した(表-33 参照)。

表-33 添加回収試験の結果

(%)

食品	回収率		
	ZEN	α -Zel	β -Zel
養殖エビ	88.8	89.7	81.3
養殖魚(ぶり)	87.0	89.9	91.1
健康食品(大麦若葉)	101.3	—	—
豚肉	90.1	92.6	92.4
フランクフルト	83.5	85.3	81.1
牛乳	80.2	83.6	82.5
粉ミルク	69.1	76.4	54.8
ヨーグルト	86.8	89.4	83.7
鶏卵	91.8	93.9	95.8
卵豆腐	80.2	85.0	84.3
豚肝臓	97.6	97.8	94.9
レバーソーセージ	91.8	94.9	94.4
ハーブ類(オレガノ)	67.1	—	—
ココア	93.5	—	—
シリアル(ミューズリー)	88.5	—	—

11) 妨害物質の有無(特異性)

添加回収試験で用いた試料からは, ZEN, α -Zel及び β -Zelの測定を妨げるピークは認められなかった。

12) 確認方法

ZEN, α -Zel及び β -Zelが検出された場合又は妨害ピークが認められた場合には試験溶液で以下の条件で高速液体クロマトグラフまたは液体クロマトグラフー質量分析計による測定を行い、確認試験とした。

<高速液体クロマトグラフ操作条件>

ポンプ：PU-2080 [日本分光株式会社]

検出器：FP-2020 [日本分光株式会社]

カラム：YMC-PACK ODS-A A-312 (内径6.0 mm, 長さ150 mm, 粒径5 μ m)
[株式会社ワイエムシー]

カラム温度：40 $^{\circ}$ C

移動相：0.1 mol/Lりん酸二水素カリウム溶液(pH3.5), メタノール及びアセトニトリルの混液(11:1:8)

流量：1.0 ml/min

測定波長：Ex 274 nm Em 440 nm

注入量：50 μ l

<液体クロマトグラフー質量分析計操作条件>

機種：1100 Series[Agilent Technologies]

検出器：質量分析計 G1956B[Agilent Technologies]

カラム：TSK-gel Super ODS (内径2.0 mm, 長さ100 mm, 粒径2 μ m)
[東ソー株式会社]

カラム温度：40 $^{\circ}$ C

移動相：0.01 mol/L 酢酸アンモニウム溶液, アセトニトリル及びメタノールの混液(55:20:35)

流速：0.2 ml/min

注入量：2 μ l

設定質量数：m/z ZEN ; 317, α -Zel及び β -Zel ; 319

イオン化法：ESI 負イオンモード

フラグメンタ電圧：150 V

ネブライザガス：窒素 35 psi

乾燥ガス：窒素 12 L/min, 350 $^{\circ}$ C

キャピラリー電圧：3,000 V

13) 添付資料

① 検量線の一例

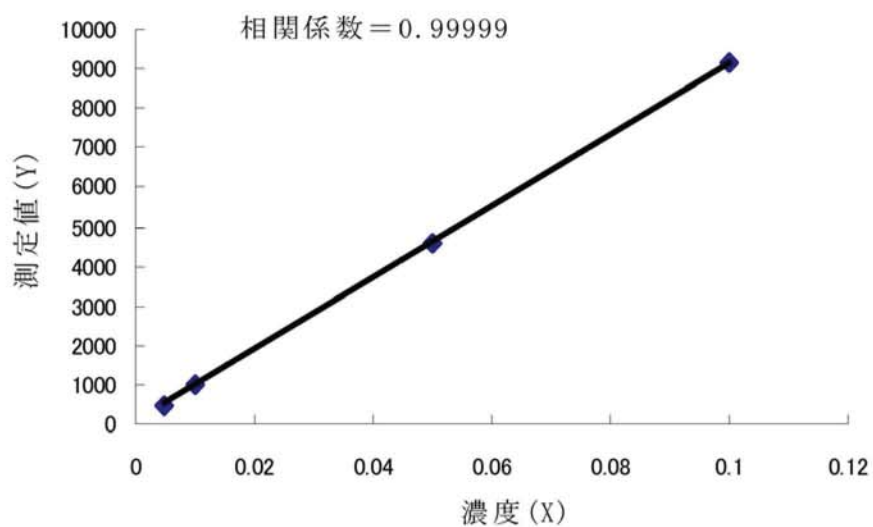


図-20 ZENの検量線の一例

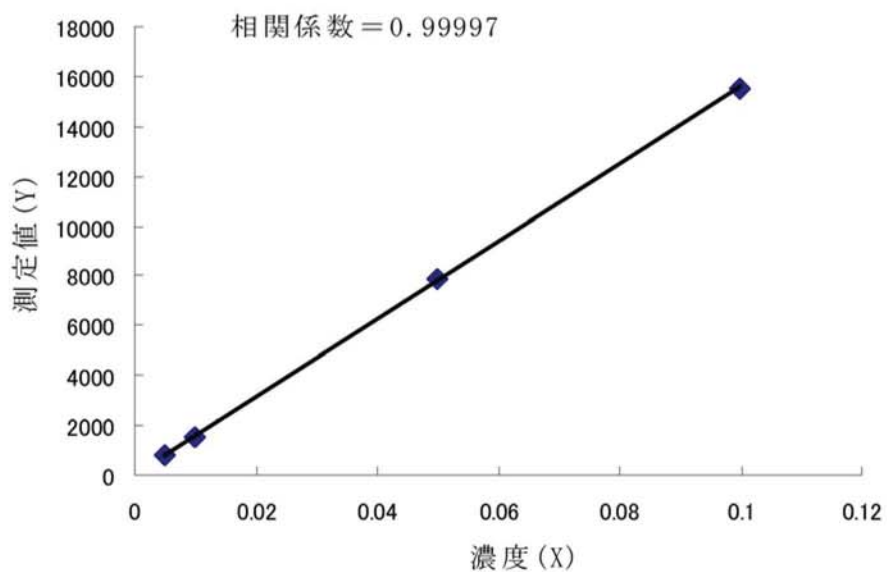


図-21 α -Ze1の検量線の一例

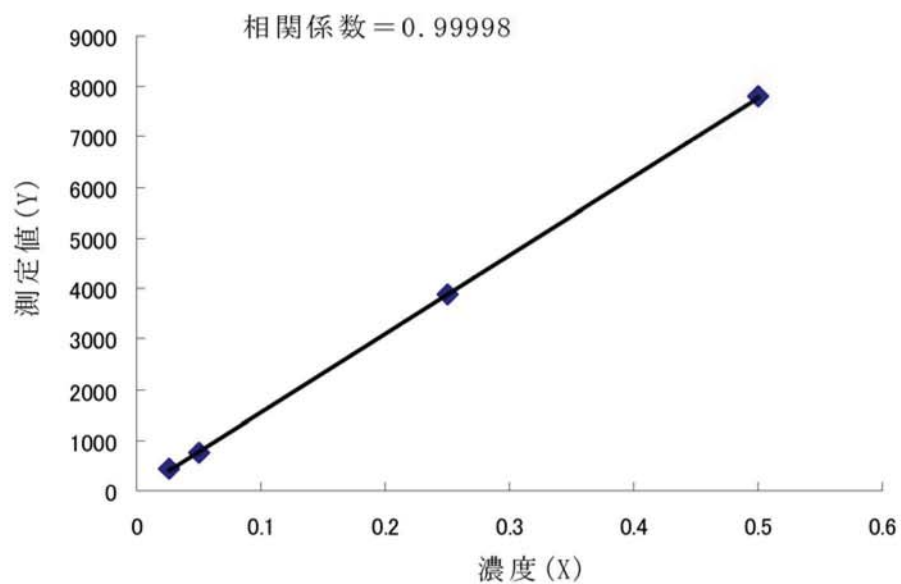


図-22 β -Ze1の検量線の一例

② 標準溶液のクロマトグラム

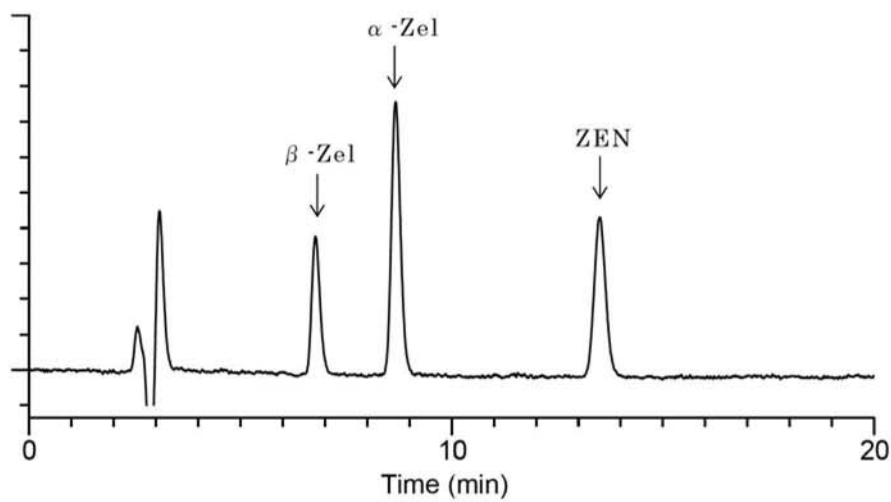


図-23 ZEN及び α -Ze1標準溶液 0.05 μ g/ml, β -Ze1標準溶液 0.25 μ g/ml

③ 添加回収試験のクロマトグラム(大麦若葉及び豚肝臓)

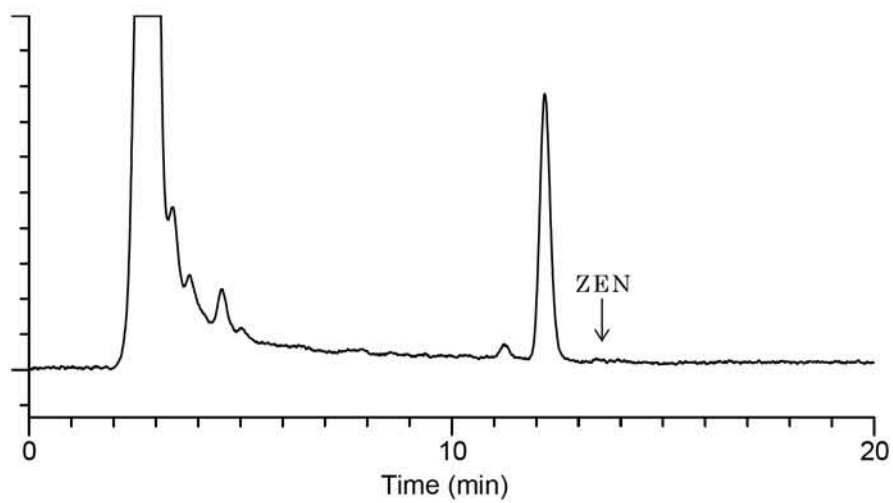


図-24 試料：大麦若葉(無添加)

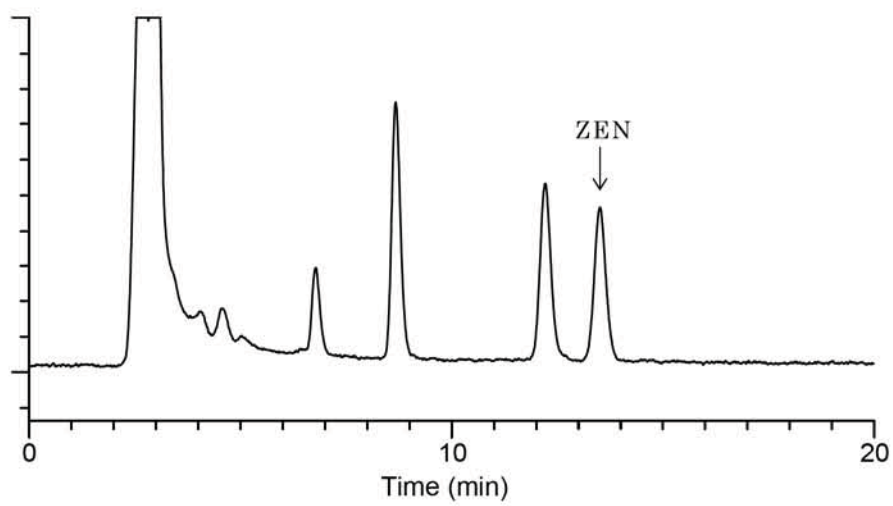


図-25 試料：大麦若葉(ZEN 50 ng/g相当添加)

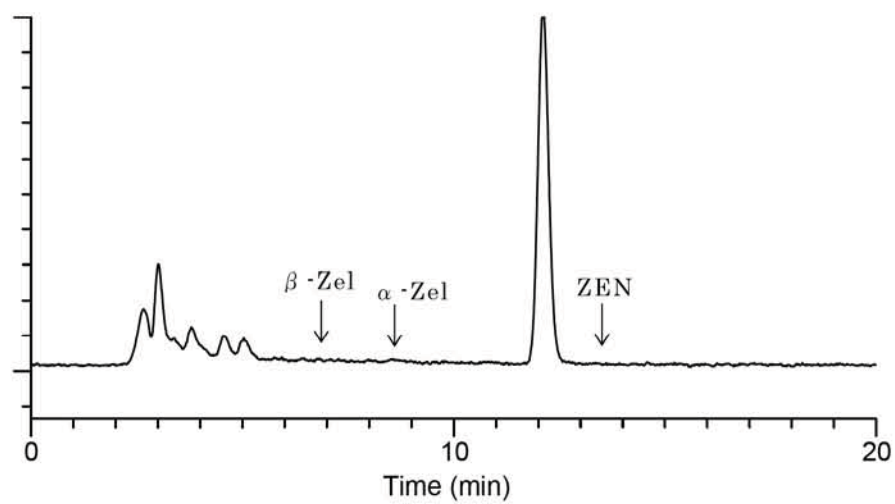


図-26 試料：豚肝臓(無添加)

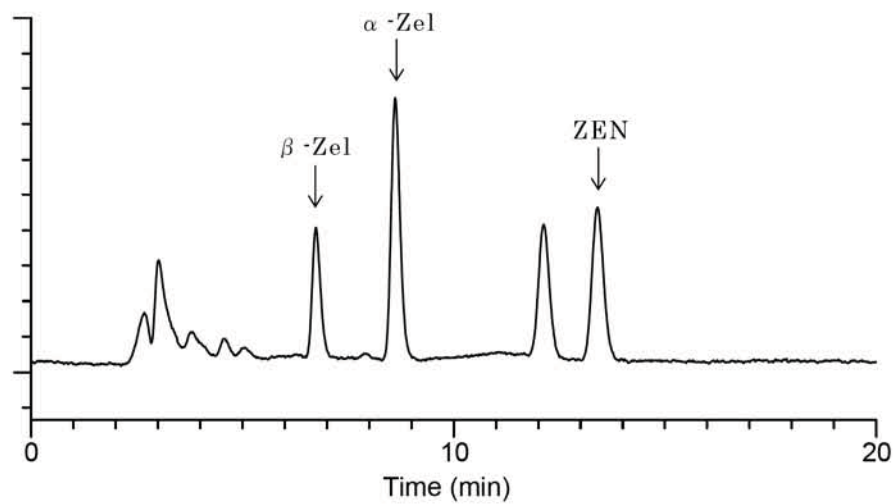


図-27 試料：豚肝臓(ZEN及び α -Zel 10 ng/g, β -Zel 50 ng/g相当添加)

6 実態調査の結果

実態調査の結果を表-34～50に示した。測定を実施していないものについては表中「－」で示した。

調査した検体のうち、飲料1検体からオクラトキシンAが、健康食品4検体および血液及び内臓(加工品)1検体からゼアラレノンが検出された。

表-34 オリーブ製品の結果

(ng/g)

試料 番号	識別番号	OTA	AF			
			B ₁	B ₂	G ₁	G ₂
1	OV-1	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
2	OV-2	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
3	OV-3	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
4	OV-4	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
5	OV-5	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
6	OV-6	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
7	OV-7	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
8	OV-8	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
9	OV-9	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5
10	OV-10	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5

表-35 ひまわり種子の結果

(ng/g)

試料 番号	識別番号	OTA	AF			
			B ₁	B ₂	G ₁	G ₂
11	SS-1	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5
12	SS-2	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5
13	SS-3	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5
14	SS-4	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
15	SS-5	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
16	SS-6	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
17	SS-7	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
18	SS-8	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5
19	SS-9	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5
20	SS-10	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1

表-36 輸入養殖エビの結果

(ng/g)

試料 番号	試料 番号	OTA	AF				ZEN		
			B ₁	B ₂	G ₁	G ₂	ZEN	α -Zel	β -Zel
21	CS-1	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	—	—	—
22	CS-2	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
23	CS-3	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
24	CS-4	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
25	CS-5	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
26	CS-6	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
27	CS-7	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
28	CS-8	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
29	CS-9	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
30	CS-10	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	—	—	—
31	CS-11	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
32	CS-12	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	—	—	—
33	CS-13	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	—	—	—
34	CS-14	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	—	—	—
35	CS-15	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	—	—	—
36	CS-16	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	—	—	—
37	CS-17	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	—	—	—
38	CS-18	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	—	—	—
39	CS-19	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
40	CS-20	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	—	—	—

表-37 養殖魚の結果

(ng/g)

試料 番号	試料 番号	OTA	AF				ZEN		
			B ₁	B ₂	G ₁	G ₂	ZEN	α -Zel	β -Zel
41	CF-1	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
42	CF-2	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
43	CF-3	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
44	CF-4	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
45	CF-5	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
46	CF-6	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
47	CF-7	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
48	CF-8	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
49	CF-9	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
50	CF-10	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
51	CF-11	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
52	CF-12	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
53	CF-13	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
54	CF-14	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
55	CF-15	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
56	CF-16	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
57	CF-17	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
58	CF-18	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
59	CF-19	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
60	CF-20	—	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5

表-38 健康食品の結果

(ng/g)

試料 番号	識別番号	OTA	AF				ZEN
			B ₁	B ₂	G ₁	G ₂	
61	HF-1	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
62	HF-2	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
63	HF-3	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
64	HF-4	< 0.5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5
65	HF-5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
66	HF-6	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	8
67	HF-7	< 0.5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5
68	HF-8	< 0.5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5
69	HF-9	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
70	HF-10	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
71	HF-11	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
72	HF-12	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
73	HF-13	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	9
74	HF-14	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
75	HF-15	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	7
76	HF-16	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
77	HF-17	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
78	HF-18	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
79	HF-19	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
80	HF-20	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
81	HF-21	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
82	HF-22	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
83	HF-23	< 0.5	< 25	< 25	< 25	< 25	< 5
84	HF-24	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	5
85	HF-25	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5

表-39 食肉製品（生）の結果

(ng/g)

試料 番号	識別番 号	OTA	AF				ZEN		
			B ₁	B ₂	G ₁	G ₂	ZEN	α-Zel	β-Zel
86	RM-1	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
87	RM-2	< 0.5	—	—	—	—	< 1	< 1	< 5
88	RM-3	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
89	RM-4	< 0.5	—	—	—	—	< 1	< 1	< 5
90	RM-5	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
91	RM-6	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
92	RM-7	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
93	RM-8	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
94	RM-9	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
95	RM-10	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
96	RM-11	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
97	RM-12	< 0.5	—	—	—	—	< 1	< 1	< 5
98	RM-13	< 0.5	—	—	—	—	< 1	< 1	< 5
99	RM-14	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
100	RM-15	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
101	RM-16	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
102	RM-17	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	—	—	—
103	RM-18	< 0.5	—	—	—	—	< 1	< 1	< 5
104	RM-19	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
105	RM-20	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
106	RM-21	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
107	RM-22	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	—	—	—
108	RM-23	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	—	—	—
109	RM-24	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	—	—	—
110	RM-25	—	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	—	—	—

表-40 食肉製品（加工品）の結果

(ng/g)

試料 番号	識別番 号	OTA	AF				ZEN		
			B ₁	B ₂	G ₁	G ₂	ZEN	α-Zel	β-Zel
111	PM-1	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
112	PM-2	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
113	PM-3	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
114	PM-4	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
115	PM-5	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
116	PM-6	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
117	PM-7	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
118	PM-8	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
119	PM-9	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
120	PM-10	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
121	PM-11	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
122	PM-12	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
123	PM-13	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
124	PM-14	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
125	PM-15	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5

表-41 乳製品（牛乳）の結果 (ng/g)

試料 番号	識別番号	OTA	ZEN		
			ZEN	α -Zel	β -Zel
126	RMK-1	< 0.5	< 1	< 1	< 5
127	RMK-2	< 0.5	< 1	< 1	< 5
128	RMK-3	< 0.5	< 1	< 1	< 5
129	RMK-4	< 0.5	< 1	< 1	< 5
130	RMK-5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
131	RMK-6	< 0.5	< 1	< 1	< 5
132	RMK-7	< 0.5	< 1	< 1	< 5
133	RMK-8	< 0.5	< 1	< 1	< 5
134	RMK-9	< 0.5	< 1	< 1	< 5
135	RMK-10	< 0.5	< 1	< 1	< 5
136	RMK-11	< 0.5	< 1	< 1	< 5
137	RMK-12	< 0.5	< 1	< 1	< 5
138	RMK-13	< 0.5	< 1	< 1	< 5
139	RMK-14	< 0.5	< 1	< 1	< 5
140	RMK-15	< 0.5	< 1	< 1	< 5
141	RMK-16	< 0.5	< 1	< 1	< 5
142	RMK-17	< 0.5	< 1	< 1	< 5
143	RMK-18	< 0.5	< 1	< 1	< 5
144	RMK-19	< 0.5	< 1	< 1	< 5
145	RMK-20	< 0.5	< 1	< 1	< 5

表-42 乳製品（加工品）の結果 (ng/g)

試料 番号	識別番号	OTA	AF M ₁	ZEN		
				ZEN	α -Zel	β -Zel
146	PMK-1	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
147	PMK-2	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
148	PMK-3	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
149	PMK-4	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
150	PMK-5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
151	PMK-6	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
152	PMK-7	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
153	PMK-8	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
154	PMK-9	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
155	PMK-10	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
156	PMK-11	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
157	PMK-12	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
158	PMK-13	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
159	PMK-14	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
160	PMK-15	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5

表-43 卵（生）の結果 (ng/g)

試料 番号	識別番号	OTA	ZEN		
			ZEN	α -Zel	β -Zel
161	RE-1	< 0.5	< 1	< 1	< 5
162	RE-2	< 0.5	< 1	< 1	< 5
163	RE-3	< 0.5	< 1	< 1	< 5
164	RE-4	< 0.5	< 1	< 1	< 5
165	RE-5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
166	RE-6	< 0.5	< 1	< 1	< 5
167	RE-7	< 0.5	< 1	< 1	< 5
168	RE-8	< 0.5	< 1	< 1	< 5
169	RE-9	< 0.5	< 1	< 1	< 5
170	RE-10	< 0.5	< 1	< 1	< 5
171	RE-11	< 0.5	< 1	< 1	< 5
172	RE-12	< 0.5	< 1	< 1	< 5
173	RE-13	< 0.5	< 1	< 1	< 5
174	RE-14	< 0.5	< 1	< 1	< 5
175	RE-15	< 0.5	< 1	< 1	< 5
176	RE-16	< 0.5	< 1	< 1	< 5
177	RE-17	< 0.5	< 1	< 1	< 5
178	RE-18	< 0.5	< 1	< 1	< 5
179	RE-19	< 0.5	< 1	< 1	< 5
180	RE-20	< 0.5	< 1	< 1	< 5

表-44 卵（加工品）の結果 (ng/g)

試料 番号	識別番号	OTA	ZEN		
			ZEN	α -Zel	β -Zel
181	PE-1	< 0.5	< 1	< 1	< 5
182	PE-2	< 0.5	< 1	< 1	< 5
183	PE-3	< 0.5	< 1	< 1	< 5
184	PE-4	< 0.5	< 1	< 1	< 5
185	PE-5	< 0.5	< 1	< 1	< 5

表-45 血液及び内臓（生）の結果

(ng/g)

試料 番号	識別番 号	OTA	AF				ZEN		
			B ₁	B ₂	G ₁	G ₂	ZEN	α -Zel	β -Zel
186	RVM-1	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
187	RVM-2	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
188	RVM-3	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
189	RVM-4	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
190	RVM-5	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
191	RVM-6	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
192	RVM-7	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
193	RVM-8	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
194	RVM-9	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
195	RVM-10	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
196	RVM-11	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
197	RVM-12	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
198	RVM-13	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
199	RVM-14	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
200	RVM-15	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
201	RVM-16	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
202	RVM-17	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
203	RVM-18	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
204	RVM-19	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
205	RVM-20	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
206	RVM-21	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
207	RVM-22	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
208	RVM-23	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
209	RVM-24	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
210	RVM-25	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
211	RVM-26	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
212	RVM-27	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
213	RVM-28	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
214	RVM-29	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
215	RVM-30	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5

表-46 血液及び内臓（加工品）の結果 (ng/g)

試料 番号	識別番 号	OTA	AF				ZEN		
			B ₁	B ₂	G ₁	G ₂	ZEN	α-Zel	β-Zel
216	PVM-1	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
217	PVM-2	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
218	PVM-3	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
219	PVM-4	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
220	PVM-5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
221	PVM-6	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
222	PVM-7	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
223	PVM-8	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
224	PVM-9	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
225	PVM-10	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
226	PVM-11	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 1	< 1	< 5
227	PVM-12	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	1	< 1	< 5
228	PVM-13	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
229	PVM-14	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5
230	PVM-15	< 0.5	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 1	< 1	< 5

表-47 サトウキビ及び黒砂糖の結果 (ng/g)

試料 番号	識別番 号	AF			
		B ₁	B ₂	G ₁	G ₂
231	SG-1	< 5	< 5	< 5	< 5
232	SG-2	< 5	< 5	< 5	< 5
233	SG-3	< 5	< 5	< 5	< 5
234	SG-4	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5
235	SG-5	< 5	< 5	< 5	< 5
236	SG-6	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5
237	SG-7	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
238	SG-8	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
239	SG-9	< 0.1	< 0.1	< 0.1	< 0.1
240	SG-10	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5

表-48 ハーブ類の結果 (ng/g)

試料 番号	識別番 号	OTA	AF				ZEN
			B ₁	B ₂	G ₁	G ₂	
241	HB-1	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
242	HB-2	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
243	HB-3	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
244	HB-4	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
245	HB-5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
246	HB-6	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
247	HB-7	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
248	HB-8	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
249	HB-9	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
250	HB-10	< 0.5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5

表-49 飲料の結果

(ng/g)

試料 番号	識別番号	OTA	AF				ZEN
			B ₁	B ₂	G ₁	G ₂	
251	DK-1	< 0.5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5
252	DK-2	< 0.5	< 5	< 5	< 5	< 5	< 5
253	DK-3	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
254	DK-4	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
255	DK-5	0.7	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5

表-50 シリアルの結果

(ng/g)

試料 番号	識別番号	OTA	AF				ZEN
			B ₁	B ₂	G ₁	G ₂	
256	SR-1	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
257	SR-2	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
258	SR-3	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
259	SR-4	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5
260	SR-5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 0.5	< 5

7 文献調査

収集した文献のリストを添付資料にて示した。

8 まとめ

- ① 食品中のオクラトキシンAの分析法を確立した。ひまわり種子及び豚肉を用いて、7回の繰り返し試験で求めた添加回収率の平均は、5 ng/g添加で89.8 % (ひまわり種子) 及び 90.7 % (豚肉)、0.5 ng/g添加で103.4 % (ひまわり種子) 及び104.4 % (豚肉) であった。また、標準偏差は5 ng/g添加で4.7 (ひまわり種子) 及び3.8 (豚肉)、0.5 ng/g添加で2.1 (ひまわり種子) 及び2.0 (豚肉) であった。

ひまわり種子及び豚肉を用いて検出限界及び定量限界を繰り返し試験から算出した結果、定量限界を 0.5 ng/gに設定した。

- ② 食品中のアフラトキシンB₁、B₂、G₁及びG₂の分析法を確立した。養殖鮭及びウコンを用いて、7回の繰り返し試験で求めた添加回収率の平均は、養殖鮭の1 ng/g添加でB₁は75.9 %、B₂は79.2 %、G₁は79.0 %、G₂は82.4 %、0.1 ng/g添加でB₁は76.3 %、B₂は79.0 %、G₁は90.9 %、G₂は90.7 %であった。また、ウコンの5 ng/g添加でB₁は68.8 %、B₂は71.9 %、G₁は69.8 %、G₂は75.3 %、0.5 ng/g添加でB₁は62.6 %、B₂は78.1 %、G₁は62.3 %、G₂は72.8 %であった。また、標準偏差は養殖鮭の1 ng/g添加でB₁は3.3、B₂は3.9、G₁は3.7、G₂は4.0、0.1 ng/g添加でB₁は2.9、B₂は3.1、G₁は4.1、G₂は3.8、ウコンの5 ng/g添加でB₁は4.5、B₂は6.1、G₁は3.1、G₂は2.8、0.5 ng/g添加でB₁は6.3、B₂は4.7、G₁は3.1、G₂は3.0であった。

養殖魚及び健康食品を用いて検出限界及び定量限界を繰り返し試験から算出した結果、

定量限界は健康食品については0.5 ng/g、健康食品以外については0.1 ng/gに設定したが、検体によっては妨害物質の影響により定量限界が変更となったものもあった。

同様に乳加工品中のアフラトキシンM₁の分析法を確立した。ヨーグルトを用いて7回の繰り返し試験で求めた添加回収率の平均は5 ng/g添加で88.0 %、0.5 ng/g添加で96.7 %、標準偏差は5 ng/g添加で4.1、0.5 ng/g添加で4.0であった。

ヨーグルトを用いて検出限界及び定量限界を繰り返し試験から算出した結果、定量限界は0.5 ng/gに設定した。

- ③ 食品中のゼアラレノン(動物性食品ではゼアラレノン及びゼアラレノール)の分析法を確立した。大麦若葉を用いて、7回の繰り返し試験で求めた添加回収率の平均は、ゼアラレノンの5 ng/g及び50 ng/g添加でそれぞれ110.3 %及び102.1 %であった。豚肝臓においては、ゼアラレノンの1 ng/g及び10 ng/g添加でそれぞれ116.5 %及び97.0 %、 α -ゼアラレノールの1 ng/g及び10 ng/g添加でそれぞれ112.3 %及び98.7 %、 β -ゼアラレノールの5 ng/g及び50 ng/g添加でそれぞれ87.7 %及び96.8 %であった。また、標準偏差は大麦若葉のゼアラレノン5 ng/g及び50 ng/g添加でそれぞれ5.8及び2.9であった。豚肝臓のゼアラレノン1 ng/g及び10 ng/g添加でそれぞれ7.2及び4.5、 α -ゼアラレノール1 ng/g及び10 ng/g添加でそれぞれ7.2及び3.7、 β -ゼアラレノールの5 ng/g及び50 ng/g添加でそれぞれ5.4及び2.0であった。

豚肝臓及び健康食品を用いてゼアラレノンの検出限界及び定量限界を繰り返し試験から算出した結果、定量限界は植物原料食品(健康食品等)及びそれ以外の食品においてそれぞれ 5 ng/g及び1 ng/gに設定した。また、豚肝臓を用いて α -ゼアラレノール及び β -ゼアラレノールの検出限界及び定量限界を繰り返し試験から算出した結果、定量限界はそれぞれ1 ng/g及び5 ng/gに設定した。

- ④ 市場に流通している食品(表-51参照)を購入し、オクラトキシンAについては225検体、アフラトキシン(乳加工品はアフラトキシンM₁を分析)については210検体、ゼアラレノン(動物性食品については α -ゼアラレノール及び β -ゼアラレノールも分析)については215検体の食品について汚染実態調査を実施した。

表-51 検体の概要

検体(食品)	調査したカビ毒		
	オクラトキシンA	アフラトキシン	ゼアラレノン
オリーブ	10	10	0
ひまわり種子	10	10	0
輸入養殖エビ	10	20	10
養殖魚	10	20	20
健康食品	25	25	25
食肉製品(生)	20	20	20
食肉製品(加工品)	15	15	15
乳製品(牛乳)	20	0	20
乳製品(加工品)	15	15	15
卵(生)	20	0	20
卵(加工品)	5	0	5
血液及び内臓(生)	30	30	30
血液及び内臓(加工品)	15	15	15
サトウキビ及び黒砂糖	0	10	0
ハーブ類	10	10	10
飲料	5	5	5
シリアル	5	5	5
合計	225	210	215

調査の結果、アフラトキシンはいずれの食品からも検出されなかったが、オクラトキシンAが飲料1検体(ココア)から0.7 ng/g検出された。また、ゼアラレノンが健康食品4検体から5~9 ng/g、血液及び内臓(加工品)1検体(レバーペースト)から1 ng/gの濃度で検出された。

- ⑤ カビ毒に関する文献168篇を収集した。このうちオクラトキシンAについての記載のある文献は96篇、アフラトキシンの文献は54篇、ゼアラレノン文献は62篇であった。

以 上