

マガキ中の下痢性貝毒分析における前処理法の簡易化とその妥当性評価

(2018年1月29日受付)

(2018年4月3日受理)

藤井優寿^{a)}、宮地夏海^{b)}、常松順子^{a)}、中牟田啓子^{a)}

a) 福岡市保健環境研究所

b) 福岡市中央区保健福祉センター

Simplification of preprocessing method for analysis of diarrhetic shellfish poisoning toxins in oyster, and its validation study

(Received January 29, 2018)

(Accepted April 3, 2018)

Masatoshi Fujii^{a)}, Natsumi Miyachi^{b)}, Junko Tsunematsu^{a)}, Keiko Nakamura^{a)}

a) Fukuoka City Institute of Health and Environment

b) Fukuoka City Chuo Ward Office Health and Welfare Center

Abstract

A method for analysis of okadaic acid (OA), dinophysistoxin-1 (DTX1) and dinophysistoxin-2 (DTX2) using deproteinization cartridge filter was developed. This is a simple method because it does not require complicated operations such as conditioning and washing of the column. The shellfish poisons in oyster were extracted with methanol and methanol/water (9:1), and were hydrolyzed with 2.5 mol/L sodium hydroxide solution. The crude extracts were defatted by liquid-liquid partition using n-hexane, and were passed through a deproteinization cartridge filter. Measurement was performed by liquid chromatography tandem mass spectrometry. As a result of the validation study using the matrix calibration curve method, the trueness, repeatability and within-laboratory reproducibility were 92-98, 1.0-3.0 and 2.0-4.0%, respectively, and met the target values of notification of Ministry of Health, Labour and Welfare of Japan.

Keywords: 下痢性貝毒、オカダ酸、ジノフィシトキシン、マガキ、妥当性評価

diarrhetic shellfish poisoning toxins, okadaic acid, dinophysistoxin, oyster, validation study

I 緒言

貝類は、有毒プランクトンを餌として取り込むことにより毒化することが知られている¹⁾。人が毒化した貝類を摂食すると食中毒を引き起こすことがあり、その症状により下痢性貝毒や麻痺性貝毒等と呼ばれている。下痢性貝毒の検査はマウス毒性試験法により実施されてきた。マウス毒性試験法で対象となる毒性成分は、オカダ酸群(オカダ酸(以下、OA)、ジノフィシトキシン-1(以下、DTX1)およびジノフィシトキシン-2(以下、DTX2)ならびにそれらのエステル化合物)、ペクテノキシン群およびイェットキシン群等である。オカダ酸群は人への下痢原性が確認されているが、ペクテノキシン群およびイェットキシン群は人への下痢原性は認められておらず²⁾、マウス毒性試験法は特異性や結果のばらつきなどの問題点があった。さらに、動物愛護上の観点か

らも、高精度で高感度に検出が可能な機器分析法の導入が検討されてきた³⁾。

平成27年3月6日、厚生労働省より通知された「麻痺性貝毒等により毒化した貝類の取り扱いについて」⁴⁾により、オカダ酸群に対して0.16 mgOA 当量/kgの規制値が定められ、下痢性貝毒の検査に機器分析法が導入されることとなった。また、同日通知された「下痢性貝毒(オカダ酸群)の検査について」⁵⁾(以下、通知)では、分析法が満たすべき性能基準、妥当性評価の確認方法および液体クロマトグラフ・タンデム型質量分析計を用いた分析操作例(以下、分析操作例)が示された。分析操作例では、精製用の固相カラムとして逆相系のオクタデシルシリル化シリカゲルミニカラムが示されており、他の精製方法としてポリマーベースのカラムを用いた方法が報告されている⁶⁾。しかし、いずれの精製方法も事前に有機溶媒および水でのコンディショニングが必要であり、さら