論 文 Regular article 日本食品化学学会誌、Vol. 26(3), 132-140(2019)
Japanese Journal of Food Chemistry and Safety (JJFCS)

## 蛍光検出器付 HPLC を用いた鶏卵および卵加工食品中の 5 種類のアフラトキシン一斉分析法の検討

(2019年7月26日受付) (2019年11月19日受理)

櫻井 光<sup>a)</sup>、菅谷なえ子<sup>a)</sup>、髙橋美津子<sup>a)</sup>、桜井克巳<sup>a)</sup>、斉藤貢一<sup>b)</sup>

- a) 横浜市衛生研究所
- b) 星薬科大学薬品分析化学研究室

## Simultaneous analytical method for five aflatoxins in egg and processed egg samples by HPLC-FLD

(Received July 26, 2019) (Accepted November 19, 2019)

Hikaru Sakurai <sup>a)</sup>, Naeko Sugaya <sup>a)</sup>, Mitsuko Takahashi <sup>a)</sup>, Katsumi Sakurai <sup>a)</sup>, Koichi Saito <sup>b)</sup>

- a) Yokohama City Institute of Public Health
- b) Department of Analytical Chemistry, Faculty of Pharmaceutical Sciences, Hoshi University

## Abstract

We examined the optimum extraction solvent and conditions for fluorescence derivatization for a simultaneous analytical method that uses HPLC-FLD to measure five aflatoxins (AFB<sub>1</sub>, AFB<sub>2</sub>, AFG<sub>1</sub>, AFG<sub>2</sub>, and AFM<sub>1</sub>) in egg and processed egg samples. An egg sample and a processed egg sample were extracted under weakly acidic conditions using 0.1% formic acid in acetonitrile / water (9:1), cleaned up with an immunoaffinity column, and derivatized to fluoresce using trifluoroacetic acid (TFA) and *n*-hexane under warming conditions. The method was validated by replicate analysis of egg samples and granulated whole egg powder samples spiked with each AFB<sub>1</sub>, AFB<sub>2</sub>, AFG<sub>1</sub>, AFG<sub>2</sub>, and AFM<sub>1</sub> at 0.1, 0.5 and 5.0  $\mu$ g/kg. The recoveries of the egg samples and the granulated whole egg powder samples were 85.1-93.2% and 82.7-88.9%, respectively. The relative standard deviation (RSD) of repeatability and intermediate precision were  $\leq$  5.7% and  $\leq$  7.8%, respectively, all samples. The method detection limit (MDL) and the method quantification limit (MQL) were 0.004-0.010  $\mu$ g/kg and 0.014-0.035  $\mu$ g/kg, respectively, and MQL of the proposed method was lower than LOQ of official method in Japan. The proposed method was applied to four commercial egg samples and 19 processed egg samples, and no AFs were detected.

Keywords: アフラトキシン、鶏卵、卵加工品、HPLC-FLD、一斉分析法 aflatoxin, egg, processed egg food, HPLC-FLD, simultaneous analytical method

## I 緒言

マイコトキシンは真菌が産生する二次代謝産物であり、現在数百種類あることが知られている<sup>1)</sup>。マイコトキシンの中には発がん性、変異原性、催奇形性などを有するものがあり、その健康リスクの大きさからコーデックス委員会ではアフラトキシン類 (AFs)、デオキシニバレノール (DON)、パツリン (PAT)、フモニシンおよびオクラトキシンAの5種類  $^{2)}$  について、食品中の規制値が定められており、日本ではこれらのうち  $AFs^{3,4)}$ 、 $DON^{5)}$  および  $PAT^{6)}$  の3種類について規制値が定められている。

マイコトキシンのうち汚染頻度が高く、リスク管理が世界的に問題となっているのは AFs (Fig. 1) である。AFs は複数種類の関連物質が知られているが、AFs による汚染を受けやすい穀類、ナッツ類などの食品から検出される主な物質は AFB<sub>1</sub>、AFB<sub>2</sub>、AFG<sub>1</sub> および AFG<sub>2</sub> の 4 種類である。他方、AFs 汚染飼料を介した牛のマイコトキシン中毒の発生報告<sup>7)</sup>があることから、家畜、家禽への汚染も懸念される。牛が AFB<sub>1</sub> 汚染飼料を摂取すると、代謝を受けて AFM<sub>1</sub> として乳中に移行することが報告されており  $^{8,9}$ 、日本では乳中の AFM<sub>1</sub> に規制値が設定されている  $^{4}$ 。

同様に、鶏がAFB1汚染飼料を摂取すると、鶏卵中に