

国産麦類のかび毒の含有実態調査の結果について

(令和4年度～令和6年度)

I 調査の背景と目的

日本の気候は温暖で湿潤であり、麦類の品質や収量が低下する原因となる麦類赤かび病が発生しやすい環境です。赤かび病の原因菌であるフザリウム属のかびは、フザリウム毒素といわれるかび毒（デオキシニバレノール（DON）やニバレノール（NIV）等）を作ります。赤かび病の防除技術が現在ほど進んでいなかった昭和30年代には、赤かび病の被害を受けた米麦を食べたことによる集団食中毒が国内で複数報告されました。これらの中毒の原因は、DONやNIVであったと考察されています。

農林水産省は、国産麦類の赤かび病の発生を防止し、かび毒の濃度を低減するため、「麦類のデオキシニバレノール、ニバレノール汚染の予防及び低減のための指針」を公表し、都道府県と協力して生産者への普及に努めています。

併せて、国産の小麦及び大麦のかび毒の含有実態を把握するために、「食品の安全性に関する有害化学物質のサーベイランス・モニタリング中期計画」等に基づいて、国産の小麦及び大麦を汚染する可能性があるかび毒を調査してきました。赤かび病の発生やかび毒の産生は生産年ごとの気象状況等に大きく影響を受けることが知られていることから、継続的に調査を行っています。また、気象状況等により麦類赤かび病の発生が多く、かび毒の濃度が高くなると予想される地域があった際には、当該地域を対象により詳細に実態を把握するための追加調査も行っています。

今般、令和4年度から令和6年度までに実施した調査結果をまとめました。

II 調査の内容と結果

(1) 調査方法

① 対象農産物

令和4年度から令和6年度に国内で生産された小麦玄麦及び大麦玄麦

② 調査点数

令和4年度、令和5年度は、各年度において小麦120点、大麦100点を、令和6年度は小麦119点、大麦100点を調査しました。調査点数は、都道府県の収穫量に応じて配分しました。

また、追加調査として令和6年度には小麦14点と大麦12点を調査しました。

③ 試料の採取、調製

麦類の乾燥調製施設等において、乾燥調製済みの出荷段階の玄麦を採取しました。採取に当たっては、ロットの大きさに応じた数の一次試料を採取し、これを混合、縮分、調製した約1kgの全量を試験室試料としました。

分析機関において、試験室試料の全量を 0.5 mm 以下に粉砕し、均質になるまで混合し、分析用試料としました。

④ 分析項目

デオキシニバレノール (DON)、3-アセチル DON (3-Ac-DON)、15-アセチル DON (15-Ac-DON)、DON-3 グルコシド (DON-3-Glc)、ニバレノール (NIV)、4-アセチル NIV (4-Ac-NIV)、T-2 トキシシン (T2)、HT-2 トキシシン (HT2)、ジアセトキシシシルペノール (DAS) 及びゼアラレノン (ZEN) を分析しました。

⑤ 試料の分析

農林水産消費安全技術センター (FAMIC) が開発し、妥当性を確認した小麦及び大麦のフザリウム毒素の一斉分析法¹により分析を行いました。用いた分析法の概要及び妥当性確認の結果 (添加回収率、室内再現精度) は別添に示しました。

⑥ 定量下限及び検出下限

各かび毒の検出下限 (LOD)²及び定量下限 (LOQ)³は表 1 のとおりです。

表 1 分析対象かび毒ごとの LOD 及び LOQ

分析対象	LOD (mg/kg)	LOQ (mg/kg)
DON	0.002	0.006
3-Ac-DON	0.002	0.006
15-Ac-DON	0.002	0.006
DON-3-Glc	0.002	0.006
NIV	0.002	0.006
4-Ac-NIV	0.002	0.006
T2	0.0003	0.0010
HT2	0.0004	0.0010
DAS	0.002	0.004
ZEN	0.0004	0.0010

¹ [有害化学物質の分析法・独立行政法人農林水産消費安全技術センター \(FAMIC\)](http://www.famic.go.jp/technical_information/food_contaminants_analysis/)

http://www.famic.go.jp/technical_information/food_contaminants_analysis/

² 分析対象とする化学物質について、合理的な確かさをもって検出することが可能な最低の濃度。

³ 分析対象とする化学物質について、適切な精確さをもって定量することが可能な (具体的な濃度が決められる) 最低の濃度。

(2) 結果

① 含有濃度（小麦）

今回の調査結果を表 2～11 に示しました。また、検出頻度や濃度が比較的高かった DON 及び NIV の度数分布を図 1 及び 2 に示しました（追加調査分を除く。）。

DON は多くの試料に定量可能な濃度で含まれており、調査年度によって分布に違いがありましたが、約 8 割以上の試料でいずれの年も 0.1 mg/kg 以下でした。同一の調査年度でも分布が広く、比較的高い濃度の試料もありましたが、いずれの試料も食品衛生法に基づく小麦の DON 濃度の基準値（1.0 mg/kg）を超えたものではありませんでした。

DON-3-Glc 及び NIV も多くの試料に定量可能な濃度で含まれており、DON 濃度が高い年には高くなる傾向がありました。

なお、各年度の DON 及び NIV の平均値と中央値は、それぞれこれまでの調査結果の平均値、中央値の変動の範囲内でした。

3-Ac-DON、15-Ac-DON、4-Ac-NIV、T2、HT2 及び ZEN は、いずれの年もほとんどの試料で LOQ 未満であり、定量された場合でも LOQ に近い低い濃度でした。

DAS は、いずれの試料からも定量可能な濃度で検出されませんでした。

表 2 令和 4 年～令和 6 年度 小麦中の DON の調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	DON 濃度 (mg/kg)			
				中央値※1	平均値 (LB)※2	平均値 (UB)※3	最大値
令和 4 年度	120	0.006	2	0.037	0.076	0.076	0.84
令和 5 年度	120	0.006	7	0.033	0.064	0.064	0.47
令和 6 年度	119	0.006	12	0.038	0.078	0.079	0.98
(追加調査)	14	0.006	0	0.073	0.143	0.143	0.91

※1 複数のデータを、数値が小さい方から順番に並べたときにちょうど中央にくる値。

※2 複数の試料の分析結果の算術平均のうち、定量下限未満の濃度をゼロとして算出したもの。

※3 複数の試料の分析結果の算術平均のうち、定量下限未満の濃度を定量下限値として算出したもの。

表 3 令和 4 年～令和 6 年度 小麦中の 3-Ac-DON の調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	3-Ac-DON 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和 4 年度	120	0.006	109	－	0.001	0.006	0.019
令和 5 年度	120	0.006	114	－	0.001	0.006	0.027
令和 6 年度	119	0.006	109	－	0.002	0.007	0.091
(追加調査)	14	0.006	12	－	0.002	0.007	0.022

表4 令和4年～令和6年度 小麦中の15-Ac-DONの調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	15-Ac-DON 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和4年度	120	0.006	120	－	0	0.006	－
令和5年度	120	0.006	119	－	0.00005	0.006	0.006
令和6年度	119	0.006	117	－	0.0002	0.006	0.014
(追加調査)	14	0.006	12	－	0.001	0.006	0.009

表5 令和4年～令和6年度 小麦中のDON-3-Glcの調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	DON-3-Glc 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和4年度	120	0.006	44	0.009	0.020	0.022	0.19
令和5年度	120	0.006	48	0.010	0.025	0.028	0.26
令和6年度	119	0.006	38	0.015	0.039	0.041	0.42
(追加調査)	14	0.006	0	0.035	0.076	0.076	0.49

表6 令和4年～令和6年度 小麦中のNIVの調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	NIV 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和4年度	120	0.006	34	0.016	0.045	0.047	0.33
令和5年度	120	0.006	37	0.015	0.031	0.033	0.41
令和6年度	119	0.006	27	0.023	0.058	0.059	0.58
(追加調査)	14	0.006	0	0.047	0.082	0.082	0.30

表7 令和4年～令和6年度 小麦中の4-Ac-NIVの調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	4-Ac-NIV 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和4年度	120	0.006	120	－	0	0.006	－
令和5年度	120	0.006	120	－	0	0.006	－
令和6年度	119	0.006	118	－	0.00007	0.006	0.008
(追加調査)	14	0.006	14	－	0	0.006	－

表 8 令和 4 年～令和 6 年度 小麦中の T2 の調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	T2 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和 4 年度	120	0.0010	113	－	0.0001	0.0010	0.0018
令和 5 年度	120	0.0010	112	－	0.0001	0.0011	0.0047
令和 6 年度	119	0.0010	105	－	0.0003	0.0012	0.0088
(追加調査)	14	0.0010	14	－	0	0.0010	－

表 9 令和 4 年～令和 6 年度 小麦中の HT2 の調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	HT2 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和 4 年度	120	0.0010	88	－	0.0017	0.0024	0.022
令和 5 年度	120	0.0010	90	－	0.0016	0.0023	0.023
令和 6 年度	119	0.0010	114	－	0.0005	0.0015	0.019
(追加調査)	14	0.0010	14	－	0	0.0010	－

表 10 令和 4 年～令和 6 年度 小麦中の DAS の調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	DAS 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和 4 年度	120	0.004	120	－	0	0.004	－
令和 5 年度	120	0.004	120	－	0	0.004	－
令和 6 年度	119	0.004	119	－	0	0.004	－
(追加調査)	14	0.004	14	－	0	0.004	－

表 11 令和 4 年～令和 6 年度 小麦中の ZEN の調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	ZEN 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和 4 年度	120	0.0010	96	－	0.0010	0.0018	0.024
令和 5 年度	120	0.0010	79	－	0.0026	0.0033	0.063
令和 6 年度	119	0.0010	82	－	0.0019	0.0026	0.028
(追加調査)	14	0.0010	7	－	0.0036	0.0041	0.012

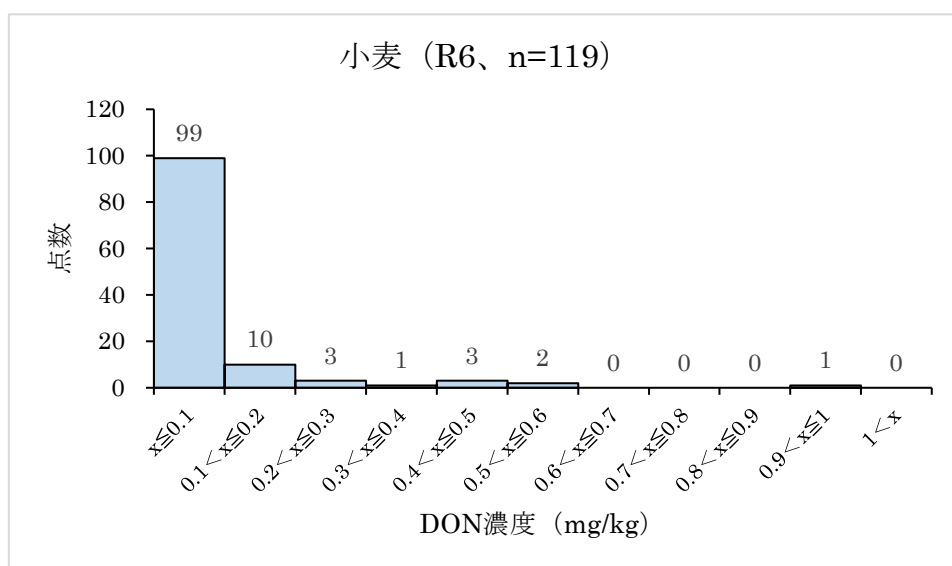
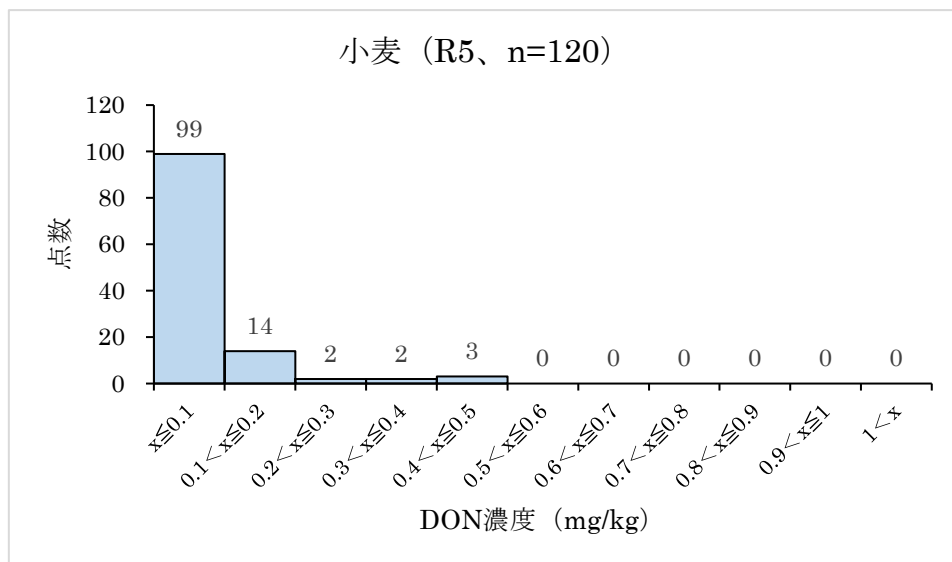
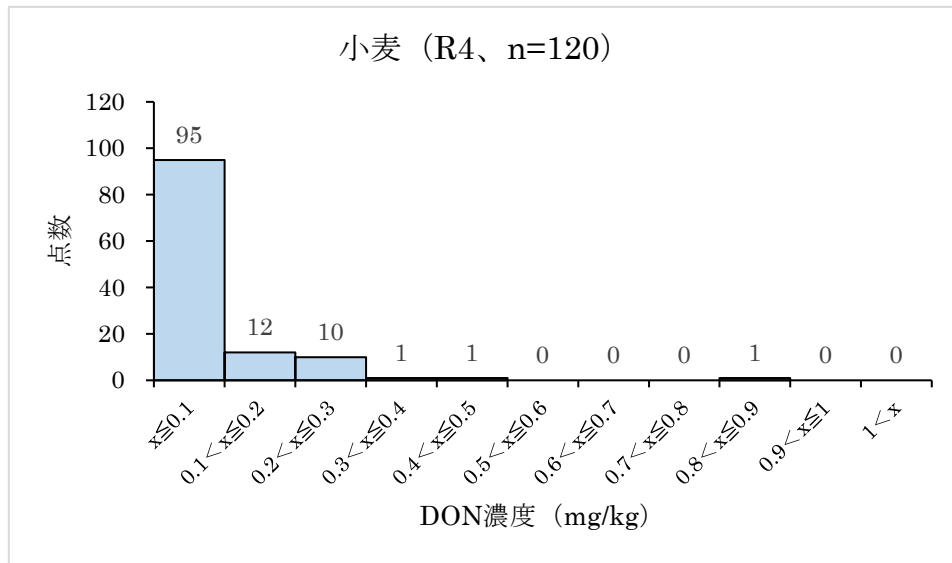


図1 小麦中のDONの度数分布

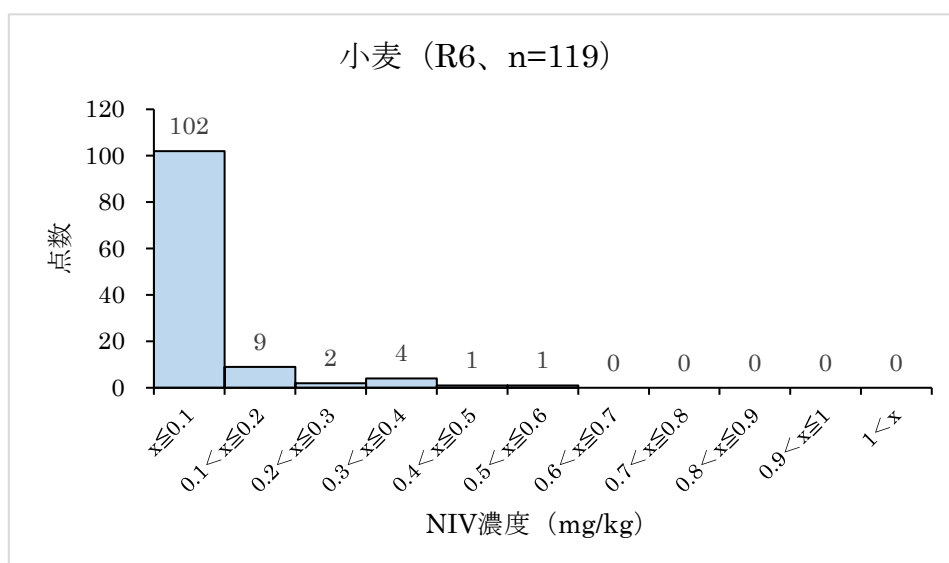
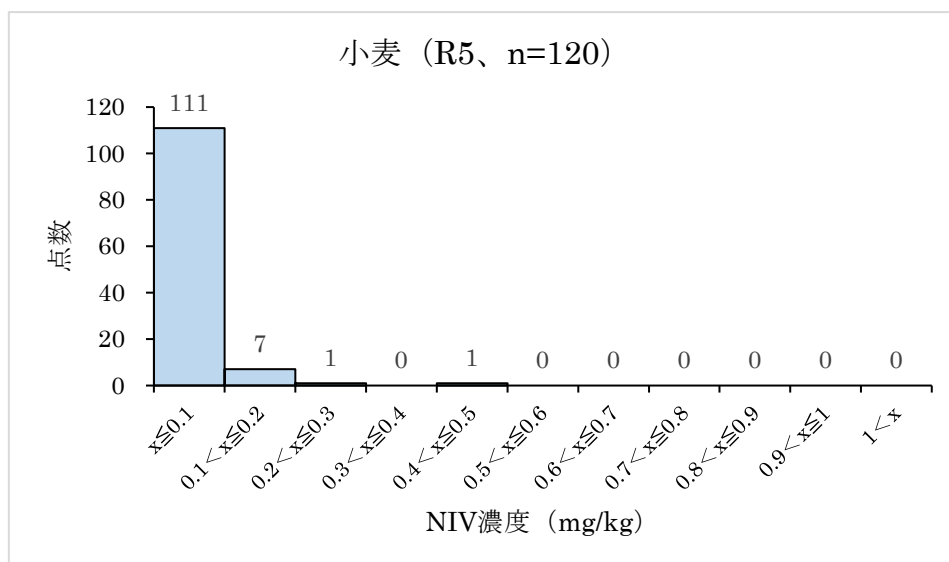
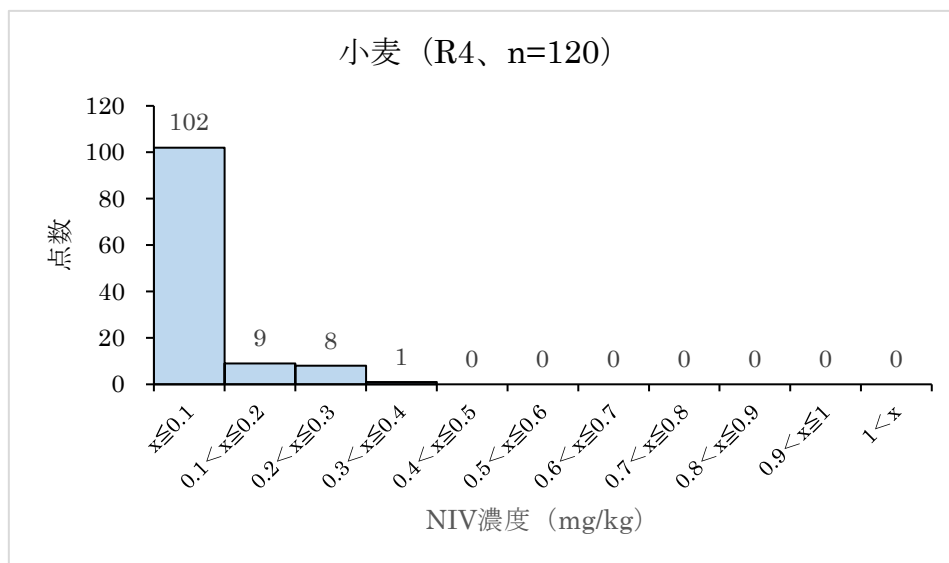


図2 小麦中のNIVの度数分布

② 含有濃度（大麦）

今回の調査結果を表 12～21 に示しました。また、検出頻度や濃度が比較的高かった DON 及び NIV の度数分布を図 3 及び 4 に示しました（追加調査分を除く。）。

DON は多くの試料に定量可能な濃度で含まれており、調査年度によって分布や中央値に違いがありました。比較的高い濃度の試料もありましたが、同一の調査年度でも分布が広く、いずれの年も約 7～8 割以上の試料で 0.1 mg/kg 以下でした。

大麦には食品衛生法に基づく DON の規格基準は設定されていませんが、DON の摂取により急性毒性を有することが知られています。そこで、今回の調査結果を用い、大麦による短期経口摂取量を推計（※）しました。麦類は混合されるため、短期経口摂取量を推計する際には、通常は調査結果の中央値を用いて計算をしますが、今回の推計ではワーストシナリオを想定し、今回の調査で得られた大麦の DON の最大値（令和 6 年度の追加調査の値）を用いました。その結果、一般（1 歳以上）で 2.1 µg/kg bw/日、幼小児（1～6 歳）で 1.7 µg/kg bw/日でした。これらは、FAO/WHO 合同食品添加物専門家会議（JECFA）が設定した DON の急性参照用量（ARfD）⁴（8 µg/kg bw/日）よりも低い値であったため、今回の調査で最も濃度の高い大麦を短期間に大量に食べると仮定したとしても、健康への悪影響が生じる可能性は低いと考えられます。

DON-3-Glc 及び NIV も多くの試料に定量可能な濃度で含まれており、DON 濃度が高い年には高くなる傾向がありました。

なお、各年度の DON 及び NIV の平均値と中央値は、それぞれこれまでの調査結果の平均値、中央値の変動の範囲内でした。

3-Ac-DON、15-Ac-DON、4-Ac-NIV、T2、HT2 及び ZEN はいずれの年も多くの試料で LOQ 未満であり、定量された場合でも LOQ に近い低い濃度でした。

DAS は、いずれの試料からも定量可能な濃度で検出されませんでした。

※短期経口摂取量の推計方法

麦からの DON の短期経口摂取量を、農林水産省が作成した、「化学物質の経口摂取量推定に関するガイドライン」に従い、試算しました。

具体的には、令和 4～6 年度の調査で得られた大麦の DON 濃度の最大値（2.5 mg/kg）と平成 17～19 年度の食品摂取頻度・摂取量調査及び平成 19～24 年度の厚生労働科学研究の結果をもとにとりまとめられた大麦の一日最大摂取量（97.5 パーセントイル値）（一般：45.3 g、幼小児：12.0 g）を乗じて摂取者の平均体重（一般：52.8 kg、幼小児：17.2 kg）で割り、大麦を通して摂取する DON の一日、体重 1 kg あたりの最大摂取量を推定しました。

⁴ 短期間（通常 24 時間）に摂取しても、健康への悪影響が生じないと推定される体重 1 kg あたりの一日摂取量。

表 12 令和 4 年～令和 6 年度 大麦中の DON の調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	DON 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和 4 年度	100	0.006	3	0.052	0.089	0.089	1.3
令和 5 年度	100	0.006	14	0.027	0.046	0.047	0.29
令和 6 年度	100	0.006	8	0.044	0.134	0.134	2.4
(追加調査)	12	0.006	1	0.265	0.470	0.471	2.5

表 13 令和 4 年～令和 6 年度 大麦中の 3-Ac-DON の調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	3-Ac-DON 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和 4 年度	100	0.006	61	－	0.006	0.009	0.097
令和 5 年度	100	0.006	79	－	0.002	0.007	0.024
令和 6 年度	100	0.006	52	－	0.013	0.016	0.17
(追加調査)	12	0.006	2	0.024	0.065	0.066	0.40

表 14 令和 4 年～令和 6 年度 大麦中の 15-Ac-DON の調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	15-Ac-DON 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和 4 年度	100	0.006	99	－	0.00006	0.006	0.006
令和 5 年度	100	0.006	99	－	0.00006	0.006	0.006
令和 6 年度	100	0.006	99	－	0.0001	0.006	0.012
(追加調査)	12	0.006	9	－	0.003	0.007	0.014

表 15 令和 4 年～令和 6 年度 大麦中の DON-3-Glc の調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	DON-3-Glc 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和 4 年度	100	0.006	22	0.026	0.047	0.048	0.89
令和 5 年度	100	0.006	33	0.015	0.026	0.028	0.22
令和 6 年度	100	0.006	19	0.043	0.112	0.113	1.6
(追加調査)	12	0.006	1	0.230	0.337	0.337	1.5

表 16 令和 4 年～令和 6 年度 大麦中の NIV の調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	NIV 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和 4 年度	100	0.006	0	0.053	0.121	0.121	0.74
令和 5 年度	100	0.006	8	0.031	0.058	0.059	0.44
令和 6 年度	100	0.006	2	0.083	0.183	0.183	5.1
(追加調査)	12	0.006	0	0.350	0.370	0.370	0.94

表 17 令和 4 年～令和 6 年度 大麦中の 4-Ac-NIV の調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	4-Ac-NIV 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和 4 年度	100	0.006	77	－	0.002	0.007	0.052
令和 5 年度	100	0.006	91	－	0.001	0.007	0.045
令和 6 年度	100	0.006	85	－	0.002	0.007	0.094
(追加調査)	12	0.006	6	－	0.012	0.015	0.055

表 18 令和 4 年～令和 6 年度 大麦中の T2 の調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	T2 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和 4 年度	100	0.0010	98	－	0.0001	0.0011	0.0044
令和 5 年度	100	0.0010	95	－	0.0003	0.0012	0.016
令和 6 年度	100	0.0010	97	－	0.0003	0.0012	0.015
(追加調査)	12	0.0010	12	－	0	0.0010	－

表 19 令和 4 年～令和 6 年度 大麦中の HT2 の調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	HT2 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和 4 年度	100	0.0010	95	－	0.0006	0.0015	0.025
令和 5 年度	100	0.0010	96	－	0.0008	0.0017	0.045
令和 6 年度	100	0.0010	96	－	0.0004	0.0014	0.024
(追加調査)	12	0.0010	12	－	0	0.0010	－

表 20 令和 4 年～令和 6 年度 大麦中の DAS の調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	DAS 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和 4 年度	100	0.004	100	－	0	0.004	－
令和 5 年度	100	0.004	100	－	0	0.004	－
令和 6 年度	100	0.004	100	－	0	0.004	－
(追加調査)	12	0.004	12	－	0	0.004	－

表 21 令和 4 年～令和 6 年度 大麦中の ZEN の調査結果

調査年度	調査 点数	LOQ (mg/kg)	<LOQ の点数	ZEN 濃度 (mg/kg)			
				中央値	平均値 (LB)	平均値 (UB)	最大値
令和 4 年度	100	0.0010	67	－	0.0023	0.0030	0.045
令和 5 年度	100	0.0010	81	－	0.0011	0.0019	0.059
令和 6 年度	100	0.0010	70	－	0.0024	0.0031	0.063
(追加調査)	12	0.0010	4	0.0044	0.0199	0.0203	0.14

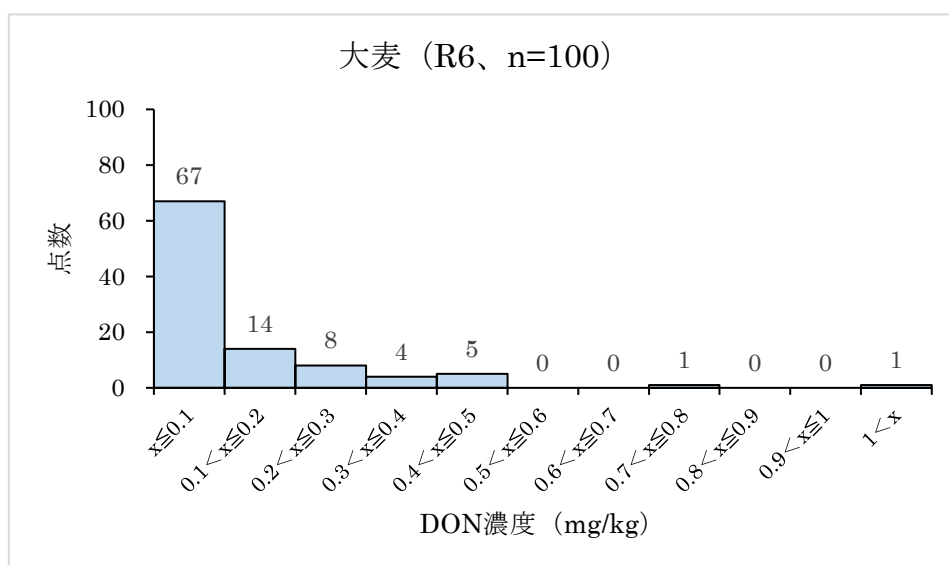
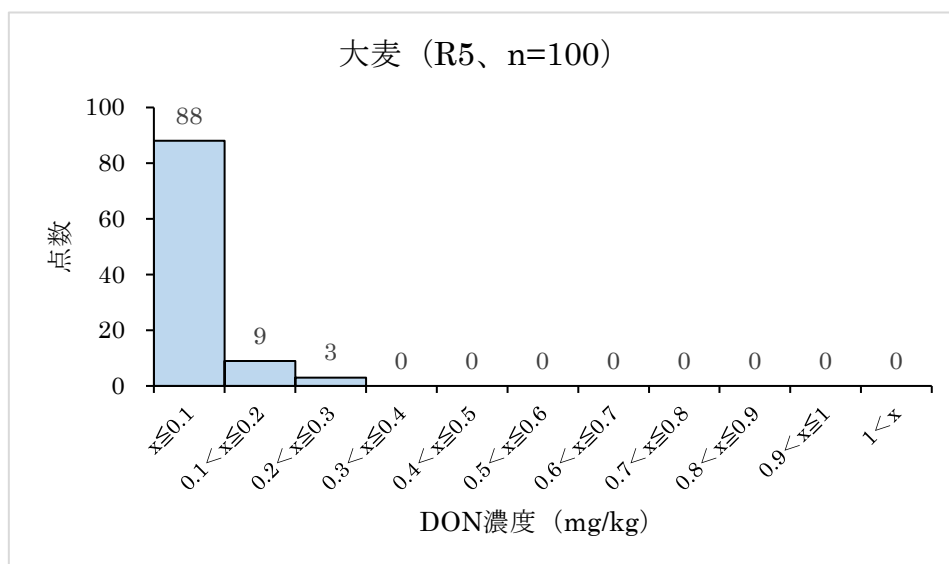
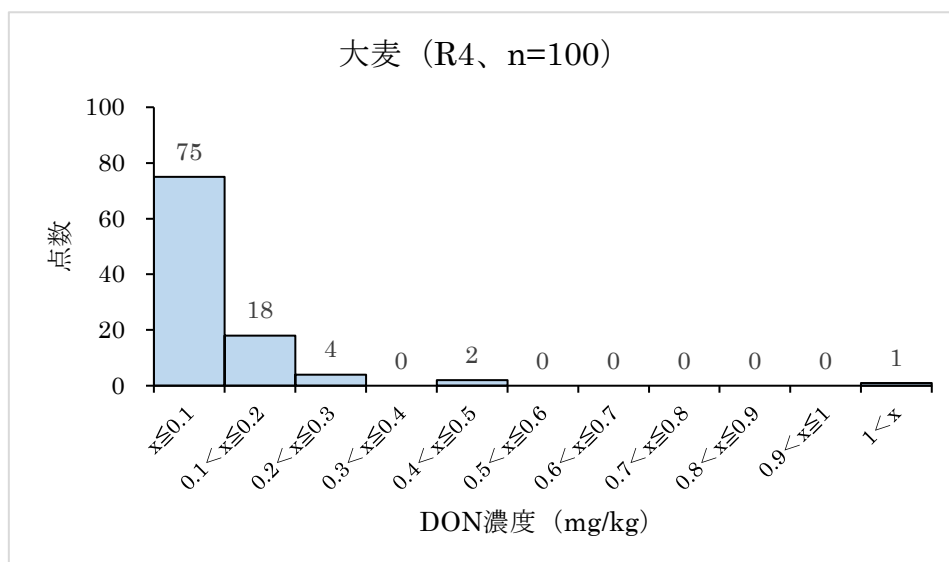


図3 大麦中のDONの度数分布

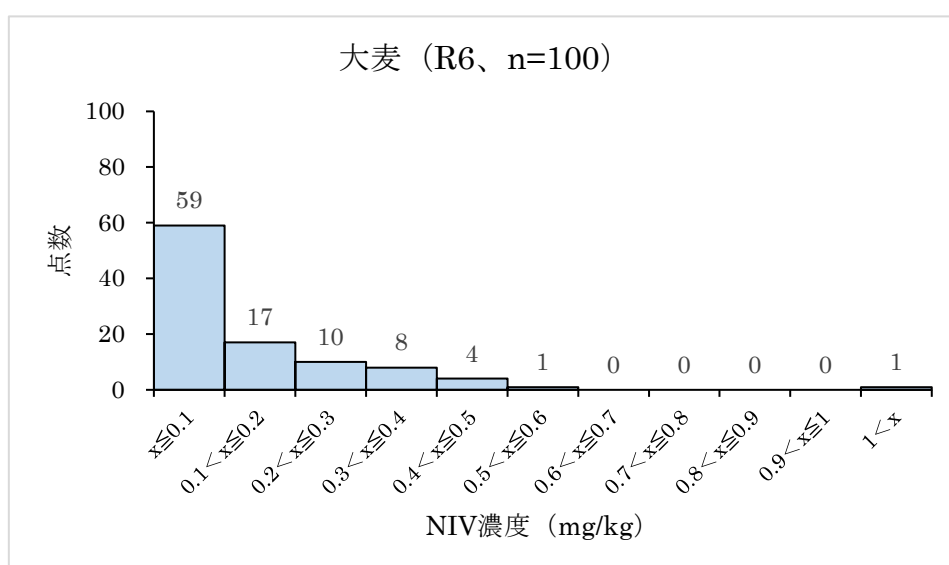
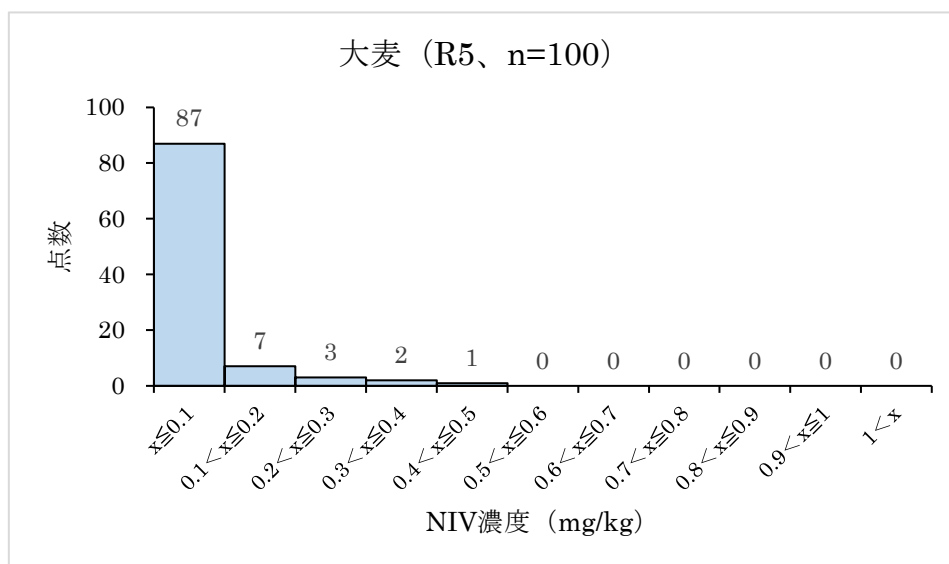
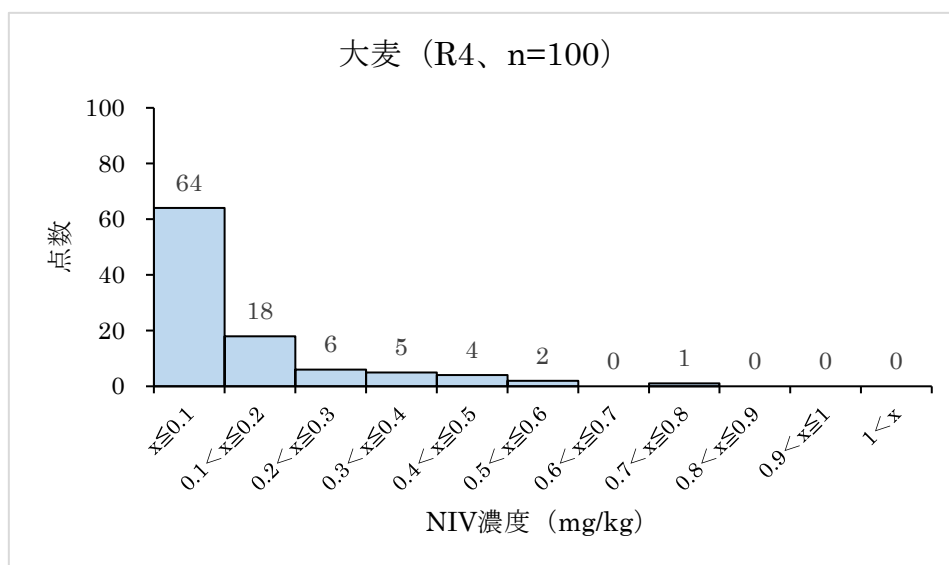


図4 大麦中のNIVの度数分布

(3) 結論

令和4年度及び令和6年度は、全国的に麦類赤かび病の発生面積が多く、特に令和6年度は、農林水産省が麦類かび毒含有実態調査を開始した平成14年以降で最も発生面積が多い年でした。そのような中でも、食品衛生法に基づく小麦のDON濃度の基準値(1.0 mg/kg)を超過した小麦の試料は認められず、麦類のDON及びNIVのかび毒濃度の平均値と中央値はこれまでの調査結果と同程度の水準に収まっていたことから「麦類のデオキシニバレノール、ニバレノール汚染の予防及び低減のための指針」に基づく生産者の適切な取組によりかび毒の濃度が抑えられたものと考えられます。なお、比較的濃度の高い試料があった産地に対しては、出荷の際にかび毒の検査頻度を上げること、また、次年度の生産及び出荷の際には、「麦類のデオキシニバレノール、ニバレノール汚染の予防及び低減のための指針」に基づき、かび毒の予防及び低減のための対策を強化するよう個別に注意喚起をしました。

Ⅲ 今後の予定

国産の小麦及び大麦中のDON、NIV等のかび毒の含有濃度は年により大きく異なるため、農林水産省は、含有実態調査を継続するとともに、必要に応じて汚染の予防及び低減のための研究等を推進します。

併せて、「麦類のデオキシニバレノール、ニバレノール汚染の予防及び低減のための指針」に基づき、かび毒による汚染の予防及び低減対策の普及とその確実な実施に継続して取り組みます。

かび毒の分析法

a 分析法⁵

分析用試料から 10.0 g を量りとり、内標準物質（ベルカロール及びゼアララノン）を加えて遮光した状態で一晩静置し、アセトニトリル／超純水（80/20）混合液 40 mL と酢酸 0.4 mL を加えて静置した後にホモジナイズし、遠心分離（2,000 g、10 分間）により抽出した後、ODS カラム及びかび毒精製用多機能ミニカラムで脱脂、精製したものを高速液体クロマトグラフ-タンデム質量分析計（LC-MS/MS）で定量しました。LC-MS/MS の条件は表 1 のとおりです。

表 1 LC-MS/MS の条件
(a) 令和 4 ～ 5 年度

機種	LCMS-8040（島津製作所）		
カラム	Zorbax Eclipse XDB-C18（アジレント・テクノロジー） 3.0 mm id × 250 mm、粒径 5 μm		
注入量	10 μL		
カラム温度	40°C		
移動相	移動相 A：0.5 mM 酢酸アンモニウム水溶液（0.1%酢酸含有） 移動相 B：アセトニトリル（0.1%酢酸含有）		
	グラジエント条件		
	測定時間（分）	移動相 A（%）	移動相 B（%）
	0	90	10
	1	90	10
	15	10	90
	18	10	90
	19	90	10
	23	90	10
移動相流量	0.3 mL/min		
MS/MS	イオン化法：ESI（ポジティブ、ネガティブ） DL 温度：100°C ヒートブロック温度：200°C ドライイングガス：15 L/min ネブライザーガス：3 L/min		

⁵ LC-MS/MS による麦類のかび毒の一斉分析法（Harmonized Collaborative Validation of a Simultaneous and Multiple Determination Method for Nivalenol, Deoxynivalenol, T-2 Toxin, HT-2 Toxin, and Zearalenone in Wheat and Barley by Liquid Chromatography Coupled to Tandem Mass Spectrometry (LC-MS/MS), Journal of Analytical & Bioanalytical Techniques, 2014, S6: 002)

設定質量数 (m/z)	DON (ネガティブ) : 355 > 59 (定量イオン) DON (ネガティブ) : 355 > 295 (定性イオン) 3-Ac-DON (ネガティブ) : 397 > 59 (定量イオン) 3-Ac-DON (ネガティブ) : 397 > 337 (定性イオン) 15-Ac-DON (ネガティブ) : 397 > 59 (定量イオン) 15-Ac-DON (ネガティブ) : 397 > 337 (定性イオン) DON-3-Glc (ネガティブ) : 517 > 427 (定量イオン) DON-3-Glc (ネガティブ) : 517 > 457 (定性イオン) NIV (ネガティブ) : 371 > 281 (定量イオン) NIV (ネガティブ) : 371 > 311 (定性イオン) 4-Ac-NIV (ネガティブ) : 413 > 353 (定量イオン) 4-Ac-NIV (ネガティブ) : 413 > 263 (定性イオン) T-2 トキシシン (ポジティブ) : 484 > 305 (定量イオン) T-2 トキシシン (ポジティブ) : 484 > 185 (定性イオン) HT-2 トキシシン (ネガティブ) : 483 > 59 (定量イオン) HT-2 トキシシン (ポジティブ) : 442 > 263 (定性イオン) ジアセトキシシルペノール (ポジティブ) : 384 > 307 (定量イオン) ジアセトキシシルペノール (ポジティブ) : 384 > 247 (定性イオン) ゼアラレノン (ネガティブ) : 317 > 131 (定量イオン) ゼアラレノン (ネガティブ) : 317 > 175 (定性イオン) 内標準物質 ベルカロール (ネガティブ) : 325 > 59 (定量イオン) 内標準物質 ゼアララノン (ネガティブ) : 319 > 275 (定量イオン)
----------------	---

(b) 令和 6 年度

機種	LCMS-8050（島津製作所）																					
カラム	ZORBAX Eclipse XDB-C18（アジレント・テクノロジー） 3.0 mm id× 250 mm, 粒径 5 μm																					
注入量	10 μL																					
カラム温度	40℃																					
移動相	移動相 A：0.5 mM 酢酸アンモニウム水溶液（0.1%酢酸含有） 移動相 B：アセトニトリル（0.1%酢酸含有） グラジエント条件 <table><tr><th>測定時間（分）</th><th>移動相 A（%）</th><th>移動相 B（%）</th></tr><tr><td>0</td><td>90</td><td>10</td></tr><tr><td>1</td><td>90</td><td>10</td></tr><tr><td>15</td><td>10</td><td>90</td></tr><tr><td>18</td><td>10</td><td>90</td></tr><tr><td>19</td><td>90</td><td>10</td></tr><tr><td>23</td><td>90</td><td>10</td></tr></table>	測定時間（分）	移動相 A（%）	移動相 B（%）	0	90	10	1	90	10	15	10	90	18	10	90	19	90	10	23	90	10
測定時間（分）	移動相 A（%）	移動相 B（%）																				
0	90	10																				
1	90	10																				
15	10	90																				
18	10	90																				
19	90	10																				
23	90	10																				
移動相流量	0.3 mL/min																					
MS/MS	イオン化法：ESI（ポジティブ、ネガティブ） DL 温度：100℃ ヒートブロック温度：200℃ ドライイングガス：5 L/min ネブライザーガス：2.5 L/min																					

設 定 質 量 数 (m/z)	DON (ネガティブ) : 355 > 59 (定量イオン) DON (ネガティブ) : 355 > 295 (定性イオン) 3-Ac-DON (ネガティブ) : 397 > 337 (定量イオン) 3-Ac-DON (ネガティブ) : 397 > 59 (定性イオン) 15-Ac-DON (ネガティブ) : 397 > 59 (定量イオン) 15-Ac-DON (ネガティブ) : 397 > 337 (定性イオン) DON-3-Glc (ネガティブ) : 517 > 427 (定量イオン) DON-3-Glc (ネガティブ) : 517 > 457 (定性イオン) NIV (ネガティブ) : 371 > 281 (定量イオン) NIV (ネガティブ) : 371 > 59 (定性イオン) 4-Ac-NIV (ネガティブ) : 413 > 263 (定量イオン) 4-Ac-NIV (ネガティブ) : 413 > 353 (定性イオン) T-2 トキシシン (ポジティブ) : 484 > 185 (定量イオン) T-2 トキシシン (ポジティブ) : 484 > 305 (定性イオン) HT-2 トキシシン (ネガティブ) : 483 > 59 (定量イオン) HT-2 トキシシン (ポジティブ) : 442 > 263 (定性イオン) ジアセトキシシシルペノール (ポジティブ) : 384 > 247 (定量イオン) ジアセトキシシシルペノール (ポジティブ) : 384 > 307 (定性イオン) ゼアラレノン (ネガティブ) : 317 > 131 (定量イオン) ゼアラレノン (ネガティブ) : 317 > 175 (定性イオン) 内標準物質 ベルカロール (ネガティブ) : 325 > 59 (定量イオン) 内標準物質 ゼアララノン (ネガティブ) : 319 > 205 (定量イオン)
--------------------	--

b 分析法の性能確認

i 添加回収率⁶

令和 6 年度においては、同じ日に 2 種類の濃度の標準液を各 3 回、小麦又は大麦に添加して分析し、その添加回収率を求めました。その結果は表 2 のとおり、許容できる範囲でした。なお、令和 4 年度と令和 5 年度は、平成 29 年度と同一の機関、標準作業手順書、分析機器で分析しているため、再度の性能確認は実施していません。令和 4 年度と令和 5 年度の欄には、参考情報として平成 29 年度に実施した結果を記載しています。

⁶ 分析法の性能特性の一つである「真度（測定値が真の値にどれだけ近い）」を確認するために、添加回収試験によって計算される値。

表 2 添加回収試験の結果 (%)

分析対象	添加濃度 (mg/kg)	小麦		大麦	
		R4・R5	R6	R4・R5	R6
DON	0.02	103-107	96- 98	97-107	99-107
	1.0	94- 99	99-101	84- 98	98-101
3-Ac-DON	0.02	91- 96	102-109	101-104	93-107
	0.1	89- 97		102-107	
	0.2		102-105		104-105
15-Ac-DON	0.02	90- 98	91-105	100-107	107
	0.1	92- 94		103-108	
	0.2		98-106		104-105
DON-3-Glc	0.02	106-107	98-104	104-107	97-106
	1.0	92-104	97-102	106-108	98-103
NIV	0.02	100-109	104-108	101-109	102-107
	1.0	107-111	100-105	98-110	101-106
4-Ac-NIV	0.02	99-104	83- 87	91-103	88-97
	0.1	99-103		101-104	
	0.2		87- 97		95-102
T2	0.005	108-114		108-113	
	0.02		102-109		83- 96
	0.1	104-109		107-109	
	0.2		96-103		82- 93
HT2	0.005	105-109		107-110	
	0.02		95-108		92-103
	0.1	104-106		106-108	
	0.2		104		102-104
DAS	0.02	105-115	104-108	107-112	104-107
	0.1	105-111		111-114	
	0.2		94-106		97-109
ZEN	0.005	93- 96		99-102	
	0.02		91- 96		103-107
	0.2	91- 99	100-104	89- 95	102-108

ii 測定の不確かさ

令和6年においては、2種類の濃度の標準液を添加した小麦又は大麦を用いた7回以上の繰り返し精度試験を、異なる3日で各日1回ずつ実施し、一元配置の分散分析により併行精度(RSDr)⁷及び中間精度(RSDi)⁸を求めました。その結果は表3及び表4のとおり、許容できる範囲でした。なお、令和4年度と令和5年度は、平成29年度と同一の機関、標準作業手順書、分析機器で分析しているため、再度の性能確認は実施していません。令和4年度と令和5年度の欄には、参考として平成29年度に実施した結果を記載しています。中間精度を測定の不確かさの近似値として採用しました。

表3 RSDr 及び RSDi (小麦、%)

分析対象	添加濃度 (mg/kg)	RSDr		RSDi	
		R4・R5	R6	R4・R5	R6
DON	0.02	2.9		3.0	
	0.03		1.7		3.1
	1.0	0.9	1.7	1.0	1.8
3-Ac-DON	0.02	4.0		4.0	
	0.03		3.0		3.6
	0.2	3.9	1.9	4.7	3.0
15-Ac-DON	0.02	3.2		4.2	
	0.03		3.9		3.9
	0.2	2.9	1.5	3.7	6.5
DON-3-Glc	0.02	2.1		2.2	
	0.06		2.6		2.8
	1.0	1.4	2.0	1.8	2.3
NIV	0.02	1.9		3.3	
	0.05		1.7		2.6
	1.0	0.9	2.2	0.9	2.7
4-Ac-NIV	0.02	2.2		2.2	
	0.03		2.7		3.9
	0.2	3.6	2.6	4.2	8.0
T2	0.01	2.6	6.8	2.6	7.2
	0.2	3.6	3.7	3.9	3.7
HT2	0.01	2.5		2.8	
	0.03		3.0		2.2
	0.2	2.3	1.9	4.1	2.0

⁷ 同じ分析担当者が同じ試薬を用いて短時間に繰り返し測定を行った場合の分析値のばらつき。

⁸ 同じ試験室内で分析を行う日や分析担当者などを変えて測定したときの分析値のばらつき。

分析対象	添加濃度 (mg/kg)	RSDr		RSDi	
		R4・R5	R6	R4・R5	R6
DAS	0.02	2.4		3.1	
	0.05		2.2		2.8
	0.2	3.7	2.4	4.0	3.2
ZEN	0.01	3.7	4.5	3.8	5.4
	0.2	3.6	2.5	3.8	4.8

表4 RSDr 及び RSDi (大麦、%)

分析対象	添加濃度 (mg/kg)	RSDr		RSDi	
		R4・R5	R6	R4・R5	R6
DON	0.02	2.9		3.8	
	0.03		2.6		4.9
	1.0	1.4	1.4	1.6	2.1
3-Ac-DON	0.02	2.5		2.5	
	0.04		2.9		3.7
	0.2	2.5	1.9	4.3	3.7
15-Ac-DON	0.02	2.7		2.7	
	0.04		2.9		3.4
	0.2	2.2	1.7	3.2	2.6
DON-3-Glc	0.02	2.2		2.2	
	0.06		3.4		4.9
	1.0	1.3	1.7	2.1	1.7
NIV	0.02	5.9		5.9	
	0.05		1.8		2.2
	1.0	1.0	1.8	1.0	1.8
4-Ac-NIV	0.02	2.8		2.8	
	0.03		2.7		4.8
	0.2	2.9	1.8	3.2	2.6
T2	0.01	2.6	5.2	3.9	3.9
	0.2	2.8	3.5	4.3	3.7
HT2	0.01	2.5		13.5	
	0.03		3.2		3.2
	0.2	3.0	1.8	3.1	2.2
DAS	0.02	3.1		5.3	
	0.05		2.5		2.6
	0.2	2.8	2.0	3.2	2.8

分析対象	添加濃度 (mg/kg)	RSDr		RSDi	
		R4・R5	R6	R4・R5	R6
ZEN	0.01	3.5	4.7	3.6	7.0
	0.2	2.7	2.5	4.4	3.1