

高速高分離分析の応用（その12） ニバレノール，デオキシニバレノールの分析

High Speed with High Resolution Analysis (Part 12) Analysis of Nivalenol and Deoxynivalenol

トリコテセン系マイコトキシンであるニバレノールやデオキシニバレノールは、Fusarium属菌が産生するカビ毒で、消化器系障害や免疫毒性があること等が知られています。

ここでは、超高速LCシステム“Prominence UFLC”お

よび高速高分離用高性能カラム“Phenomenex Synergi Hydro-RP”を用いたニバレノールおよびデオキシニバレノールの高速分析例をご紹介します。

T.Yamaguchi

ニバレノールとデオキシニバレノール標準混合液および小麦抽出液は財団法人日本穀物検定協会様からご提供いただきました。

標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

Fig.1にニバレノールとデオキシニバレノールの構造式を示します。これら成分は高極性化合物であるため、ここでは極性基をエンドキャッピングして極性化合物の保持を強めると共に、水比率が高い移動相での耐久性を高めた高速高分離用ODSカラム“Phenomenex Synergi Hydro-RP（粒子径2.5 μm）”を用いました。

Fig.2にニバレノールとデオキシニバレノール標準混合液（各1.0 mg/L アセトニトリルに溶解後、移動相にて希釈して調製）20 μLを分析した結果を、Table 1にその分析条件を示します。

なお、クロマトグラム中の2分前後のピークは試料溶液中の溶存酸素由来ピークとされており¹⁾，“Phenomenex Synergi Hydro-RP”ではニバレノールおよびデオキシニバレノールと完全に分離することが可能です。

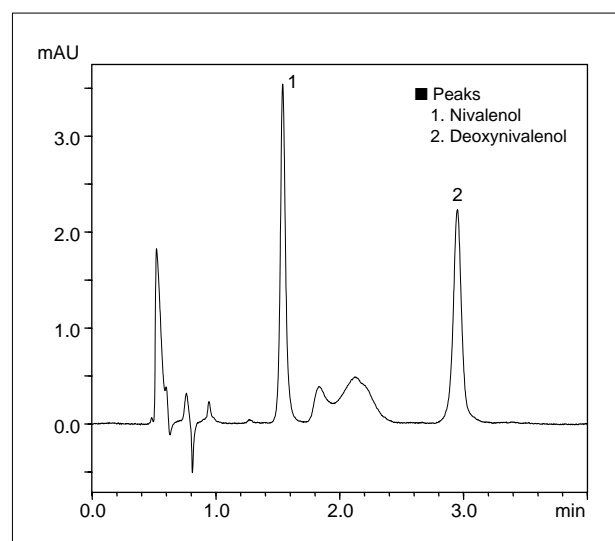


Fig.2 ニバレノールおよびデオキシニバレノールのクロマトグラム
（各1.0 mg/L 20 μL注入）
Chromatogram of a Standard Mixture of Nivalenol
and Deoxynivalenol (1.0 mg/L each, 20 μL injected)

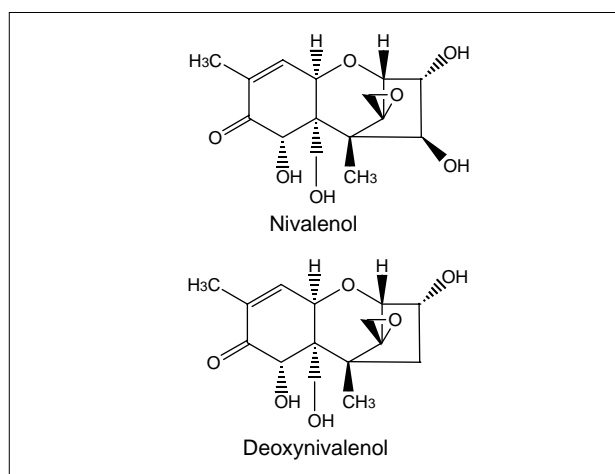


Fig.1 ニバレノールおよびデオキシニバレノールの構造式
Structures of Nivalenol and Deoxynivalenol

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Phenomenex Synergi 2.5 μm Hydro-RP 100 Å (100 mmL. × 3.0 mm I.D., 2.5 μm)
Mobile Phase	: A : 10 mmol/L (Sodium) phosphate buffer (pH 2.6) B : Acetonitrile C : Methanol A / B / C = 18 / 1 / 1 (v / v / v)
Flow Rate	: 0.9 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Vol.	: 20 μL
Detection	: SPD-20AV at 220 nm
UV Cell	: Semi-micro Cell

直線性

Linearity

Fig.3にニバレノールおよびデオキシニバレノール標準混合液（各0.05～2.0 mg/L）による検量線を示します。

いずれの成分も寄与率（ R^2 ）0.999以上と良好な直線性が示されています。

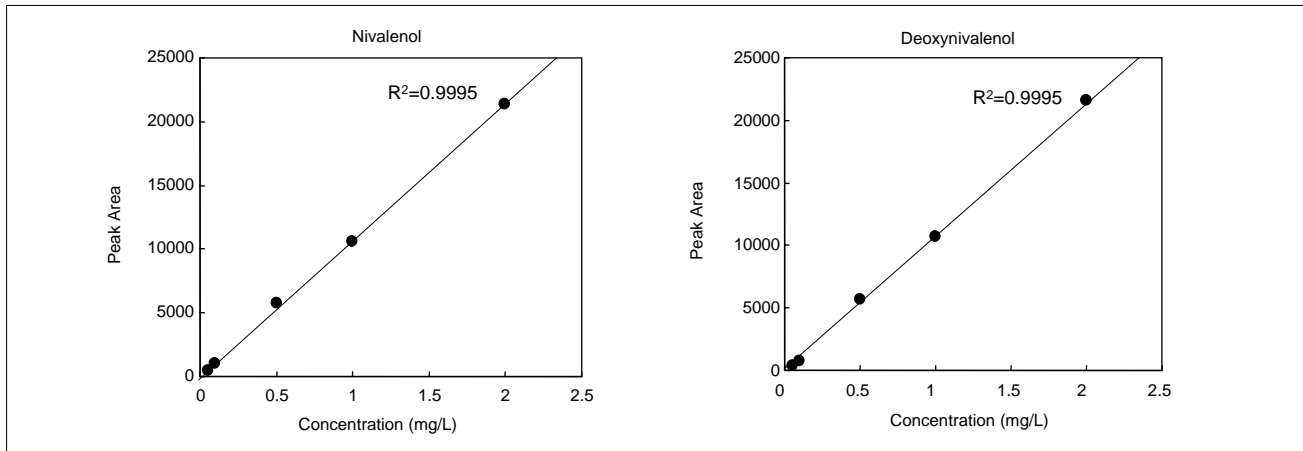


Fig.3 直線性(0.05～2.0 mg/L, 20 μ L注入)
Linearity (0.05～2.0 mg/L, 20 μ L injected)

小麦の分析

Analysis of Flour

Fig.4はトリコセセン系マイコトキシン類に汚染された小麦抽出液の分析例を、Table 2に分析条件を示します。ここではカラム洗浄を目的としてグラジエント溶離法を用いました。小麦の前処理手順はFig.5に示します。

なお、国内では小麦に含有するデオキシニバレノールの暫定基準値は1.1 ppmと設定されています²⁾が、本試料中のデオキシニバレノールは0.60 ppmでした。

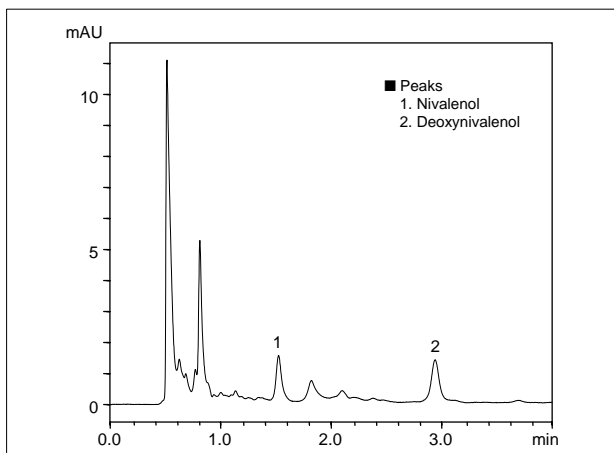


Fig.4 小麦抽出液のクロマトグラム
Chromatogram of Flour Extract

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Phenomenex Synergi 2.5 μ m Hydro-RP 100 \AA (100 mm L. \times 3.0 mm I.D., 2.5 μ m)
Mobile Phase	: A) a / b / c = 18 / 1 / 1 (v / v / v) B) a / b / c = 5 / 4 / 1 (v / v / v) a : 10 mmol/L (Sodium) phosphate buffer (pH 2.6) b : Acetonitrile c : Methanol
Flow Rate	: B.Conc 0 % (0-4 min) \rightarrow 100 % (4.01-5.5min) \rightarrow 0 % (5.51-12min)
Column Temp.	: 40 $^{\circ}$ C
Injection Vol.	: 20 μ L
Detection	: SPD-20AV at 220 nm
UV Cell	: Semi-micro Cell

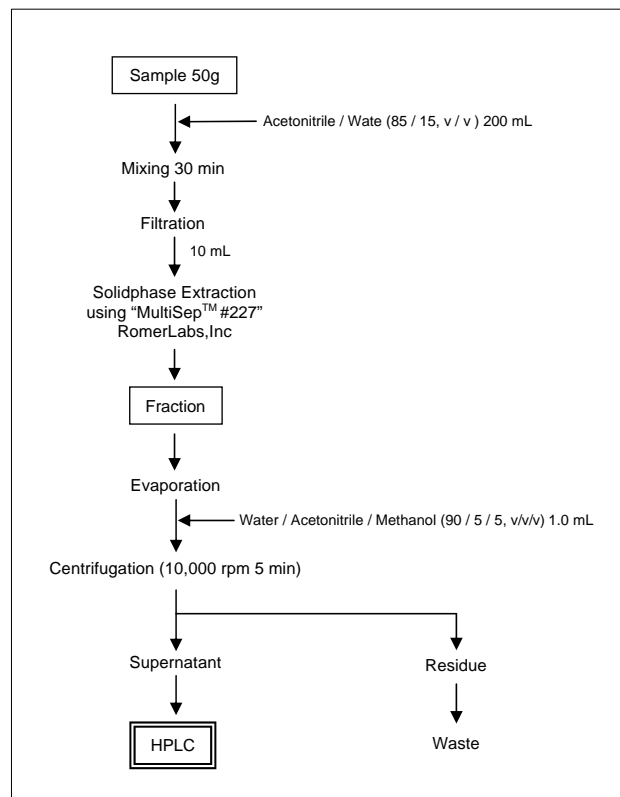


Fig.5 前処理手順
Sample Preparation

【参考文献】

1) 「デオキシニバレノールの試験法について」(平成15年7月17日付厚生労働省食安発第071702号)

2) 「小麦のデオキシニバレノールに係る暫定的な基準値の設定について」(平成14年5月21日付厚生労働省食安発第0521001号)

初版発行：2008年3月

A改訂版発行：2008年3月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)

● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。