

豚肉中キノキサリン-2-カルボン酸の分析

Determination of Quinoxaline-2-Carboxylic Acid in Pork

カルバドックスは、豚に用いられる合成抗菌剤の一種で、体内で中間体を経て速やかにキノキサリン-2-カルボン酸へと代謝されます。カルバドックスの食品への残留については、検出されるものであってはならないとされており、その試験法としてキノキサリン-2-カルボン酸を分析対象に、厚生労働省告示第499号（平成17年11月29日付，平成18年

5月29日から適用）により，HPLC法（定量試験），LCMS法（確認試験）が指定されています。

ここでは，豚肉中キノキサリン-2-カルボン酸の分析例についてご紹介します。なお，今回は参考のため，カルバドックスの同時分析を行いました。

K. Watanabe

標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

Fig.1に，カルバドックス（以下 CDX と略）およびキノキサリン-2-カルボン酸（以下 QCA と略）の構造式を示します。

Fig.2に，CDXとQCAの各50 μg/L 標準溶液のクロマトグラムを示します。標準溶液は，CDXはN,N-ジメチルホルムアミド（DMF）を，またQCAはアセトニトリルを用いてそれぞれ1000 mg/L 標準原液を調製し，移動相で希釈することにより調製しました。（約3.6 minのピークは，試料溶媒であるDMFです。）

Table 1に，その分析条件を示します。

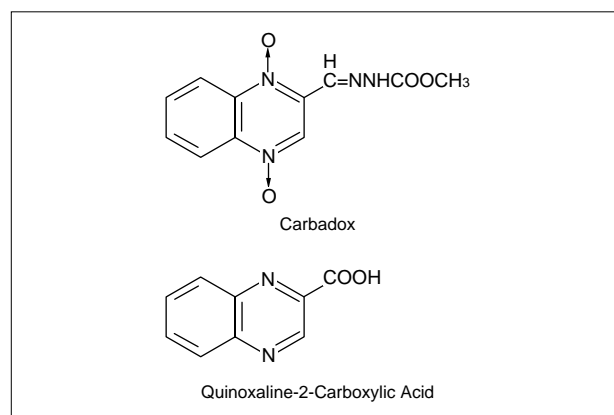


Fig.1 CDXおよびQCAの構造式
Structures of CDX and QCA

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

| | |
|----------------|---|
| Column | : L-column ODS 5 μm(150 mmL. × 4.6 mm I.D.) |
| Guard Column | : Shim-pack GVP-ODS(10 mmL. × 4.6 mm I.D.) |
| Mobile Phase | : Phosphate buffer (pH 2.5)* / Acetonitrile = 4 / 1 (v/v) |
| Flow Rate | : 0.6 mL/min |
| Injection Vol. | : 50 μL |
| Column Temp. | : 40 °C |
| Detection | : SPD-20AV at 245 nm |

* KH₂PO₄: 1.36 g+water
→ total 800 mL
→ pH=2.5 by H₃PO₄+water
→ total 1000 mL

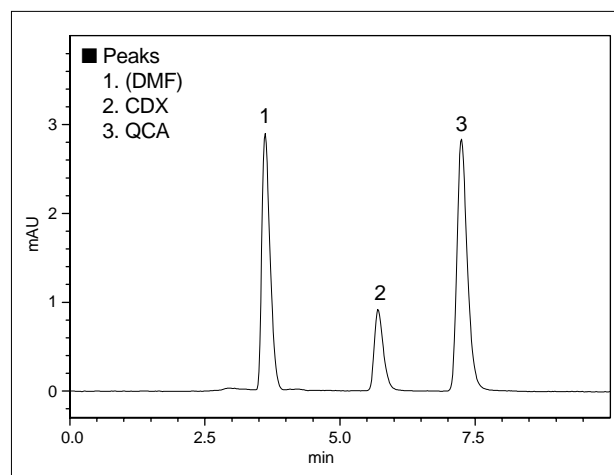


Fig.2 CDXおよびQCAのクロマトグラム(50 μg/L 50 μL注入)
Chromatogram of A Standard Mixture of CDX and QCA
(50 μg/L 50 μL Inj.)

UV吸収スペクトル

UV Spectra of QCA and CDX

Fig.3に、QCAおよびCDX標準品のUV吸収スペクトルを示します。QCAが245 nm付近に極大吸収波長を持っていることがわかります。

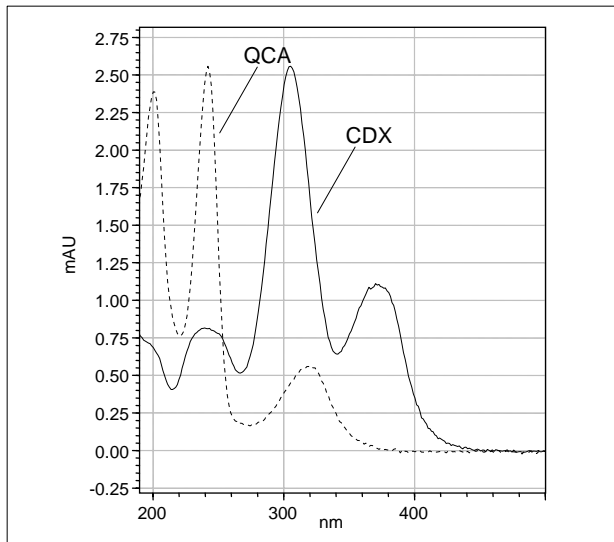


Fig.3 UV吸収スペクトル
UV Spectra

標準試料の高感度分析

Analysis of Standard Solution at High Sensitivity

Fig.5に、CDXとQCAの各0.50 μg/Lおよび各5.0 μg/L標準溶液を50 μL注入した結果を示します。5.0 μg/L標準溶液によるQCAの繰り返し面積値再現性 (n=6) は、CV=1.51%でした。

直線性

Linearity of QCA and CDX

Fig.4に、QCA (0.50~50 μg/L) およびCDX (1.0~50 μg/L)の検量線(50 μL注入時)を示します。両成分とも、寄与率(R²)0.9999以上と良好な直線性を示しています。

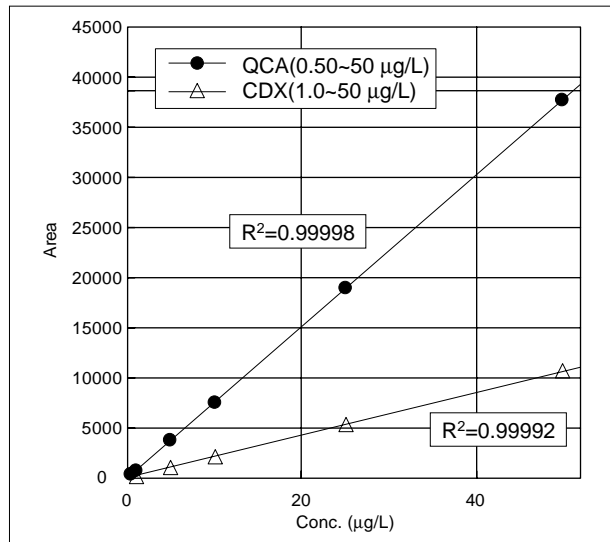


Fig.4 直線性
Linearity

豚肉の分析

Analysis of Pork

Fig.6は、厚生労働省告示第499号に従い前処理した豚肉試料50 μLを分析した結果です。下段は各5.0 μg/L標準溶液(豚肉中換算で0.001 ppm相当)50 μLの分析結果です。QCAの溶出位置を点線で示しました。

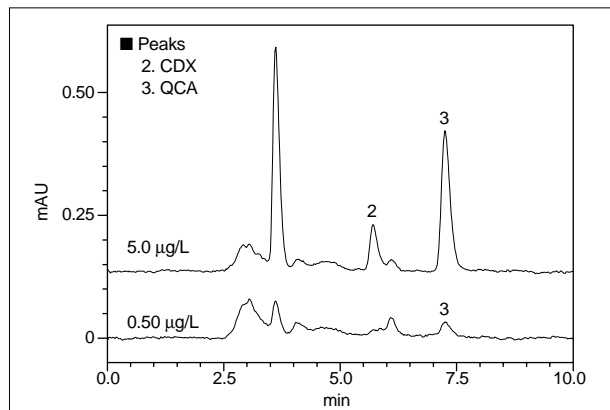


Fig.5 CDXおよびQCAのクロマトグラム(0.50 μg/L 5.0 μg/L 各50 μL注入)
Chromatograms of A Standard Mixture of CDX and QCA
(0.50 μg/L, 5.0 μg/L, 50 μL inj. each)

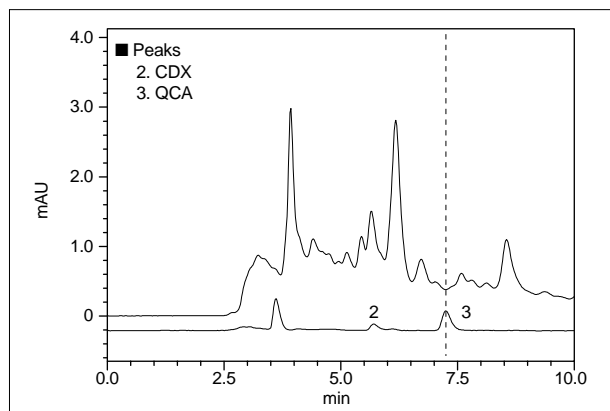


Fig.6 豚肉の分析(各50 μL注入) 上段:豚肉 下段:5.0 μg/L標準溶液
Analysis of Pork (50 μL inj. each)
(Upper: Pork, Lower: QCA and CDX 5.0 μg/L)

【参考文献】堀江正一：食品衛生研究，Vol.56, No.1, 39 (2006)

初版発行：2006年3月

A改訂版発行：2006年4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。