

LCMS-2020によるハチミツ中クロラムフェニコールの分析

Analysis of Chloramphenicol in Honey Using LCMS-2020

クロラムフェニコールは広い抗菌スペクトルを示す有用な抗生物質ですが、重篤な副作用を有するため、FAO/WHOは食品への残留を認めていません。日本でも、2006年に施行された残留農薬等のポジティブリスト制度において、「規定する試験法によって試験した場合、食品において「不検出」とされる農薬等の成分である物質”に含まれています。

また、クロラムフェニコールは畜水産物だけでなく、ハチミツやロイヤルゼリーなどからの検出例がしばしば報告されており、輸入食品等モニタリング計画の対象成分に指定されています。

本アプリケーションニュースでは、告示試験法に準拠した方法によるハチミツ中のクロラムフェニコールの分析例をご紹介します。クロラムフェニコールは、エレクトロスプレーイオン化 (ESI) 法で、脱プロトン分子 [M-H]⁻ m/z 321がベースピークとして検出されます。Fig. 1にはクロラムフェニコールの構造式を、Fig. 2にはクロラムフェニコール標準溶液 (2.5 µg/L) の選択イオン検出 (SIM) のクロマトグラムを示しました。Fig. 3には、0.5 ~ 10 µg/L範囲の検量線を示しました。検量線は寄与率 0.9999以上の良好な直線性を示しました。Table 2には、濃度0.5 µg/Lにおける面積値再現性 (n = 6) を示しました。

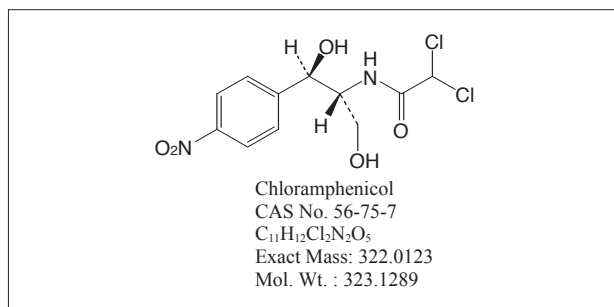


Fig. 1 クロラムフェニコールの構造式
Structure of Chloramphenicol

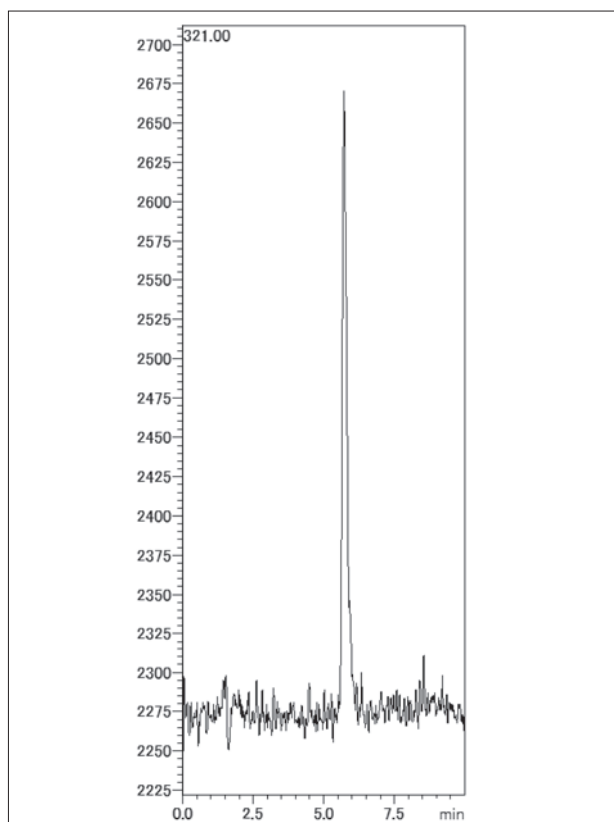


Fig. 2 クロラムフェニコールのSIMクロマトグラム (2.5 µg/L, 3 µL 注入)
SIM Chromatogram of Chloramphenicol (2.5 µg/L, 3 µL injected)

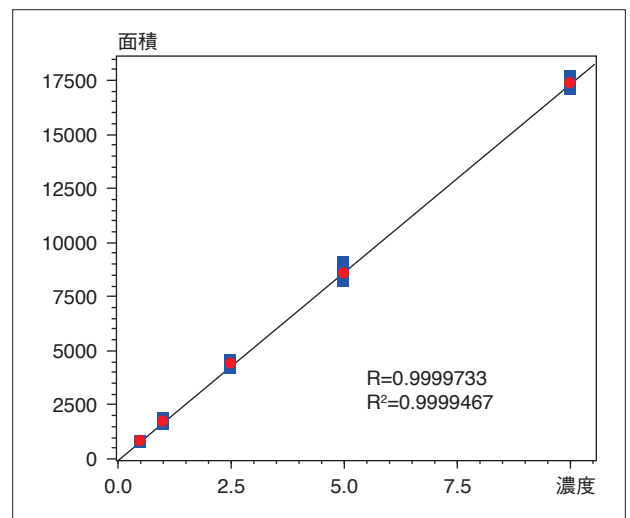


Fig. 3 検量線 (0.5~10 µg/L)
Calibration Curve (0.5~10 µg/L)

Table 1 ピーク面積値の再現性 (0.5 µg/L標準溶液)
Repeatability of Peak Area (0.5 µg/L Standard solution)

Peak Area	
1st	838
2nd	817
3rd	799
4th	768
5th	799
6th	786
Average	801.17
S.D.	24.28
%RSD	3.03

ハチミツに関するクロラムフェニコールの精製法を Fig. 4 にフロー図で示しました。使用するSPE-columnは、ジビニルベンゼン-N-ビニルピロリドン共重合体ミニカラム (60 mg) です。

厚生労働省ホームページのURL:

<http://www.mhlw.go.jp/topics/bukyoku/iyaku/syoku-anzen/zanryu3/san-009.html>

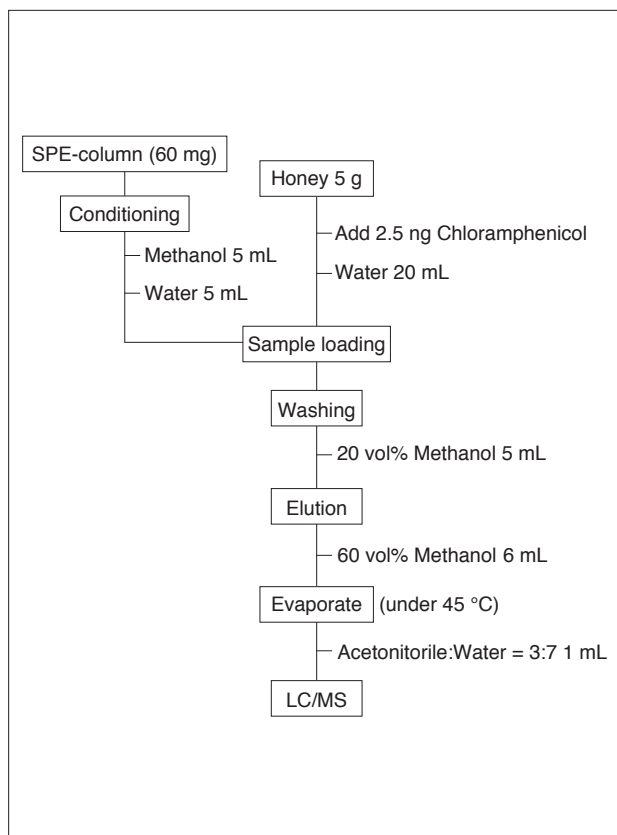


Fig. 4 サンプル前処理
Sample Preparation

Fig. 5には、1:ハチミツ試料 (クロラムフェニコール未添加)、2:2.5 ngのクロラムフェニコールを添加したハチミツ試料のマスキロマトグラムを示しました。本報告試験法のクロラムフェニコールの検出限界は0.0005 mg/kg (=0.5 ng/g) です。ハチミツ5 gに、検出限界濃度となるように2.5 ngのクロラムフェニコールを添加しました。最終のLC/MS試験溶液では、クロラムフェニコール濃度は2.5 µg/Lとなり、充分検出が可能です。ハチミツに添加したクロラムフェニコールの回収率は平均89% (CV% = 1.72, n = 3) でした。

M. Kobayashi

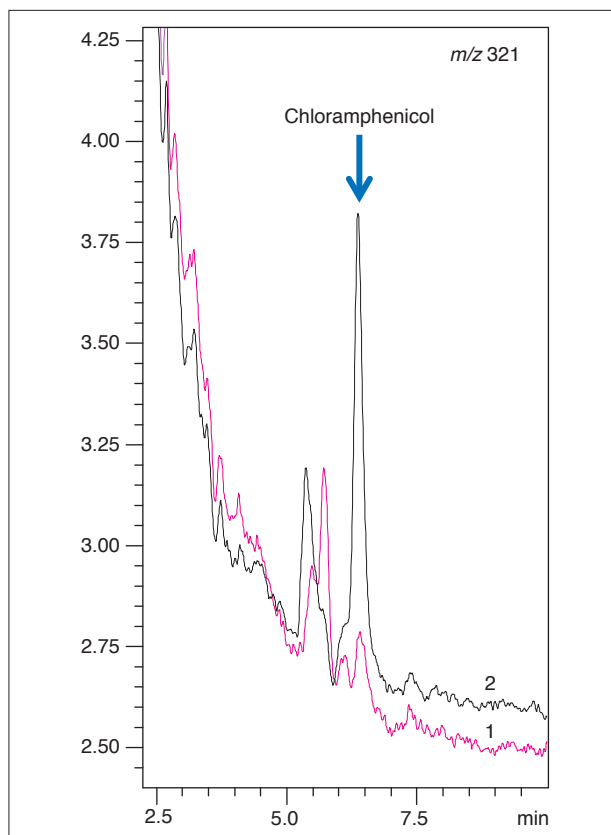


Fig. 5 ハチミツ中クロラムフェニコールの分析結果
(1: ハチミツブランク, 2: クロラムフェニコールを添加したハチミツ)
Analytical Results of Chloramphenicol in Honey
(1: honey blank, 2: honey + chloramphenicol)

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shimadzu Shim-pack VP-ODS (150 mmL × 2.0 mmI.D.)	Column Temperature	: 40 °C
Mobile Phase	: 10 mmol/L ammonium formate water / acetonitrile = 70 / 30	Block Heater Temperature	: 350 °C
Flow Rate	: 0.2 mL/min	Drying Gas Flow	: 15 L/min
Injection Volume	: 3 µL		
Probe Voltage	: -3.5 kV (ESI-Negative mode)		
DL Temperature	: 250 °C		
Nebulizing Gas Flow	: 1.5 L/min		
SIM	: m/z 321 (0.5 sec)		

※このアプリケーションニュースは (株) 島津製作所の海外関連会社島津国際貿易 (上海) 有限公司で取得したデータを元に作成しました。

初版発行: 2010年10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。