

LC/MS によるハチミツ中のクロラムフェニコールの分析

Analysis of Chloramphenicol in honey by LC/MS

クロラムフェニコールは、グラム陽性菌及び陰性菌に抗菌作用を示し、広い抗菌スペクトルを持つ有効な抗生物質です。しかし、重大な副作用を示すことも確認されており、WHO では、食品への残留は認められていません。国内においても、ポジティブリスト制度では、食品中に不検出であることと規定されていますが、既に、エビやウナギ等の海産物、ハチミツ、及び、ロイヤルゼリー等からの検出例が数多く報告されています。

今回、ハチミツ中のクロラムフェニコール(添加試料)の測定を行った例を紹介します。告示試験法では、アイソクラティック条件(図 5 参照)が記載されていますが、分析カラムの洗浄工程も考慮し、グラジエント条件を用いました。本分析条件では、0.05~5.0 $\mu\text{g/L}$ の間で、検量線の直線性が認められました。ハチミツ試料は、試験法に準拠した固相抽出による前処理を行いました。クロラムフェニコールを 0.2ng/g の濃度に添加したハチミツ試料を前処理後、測定した結果、90%以上の回収率が得られました。

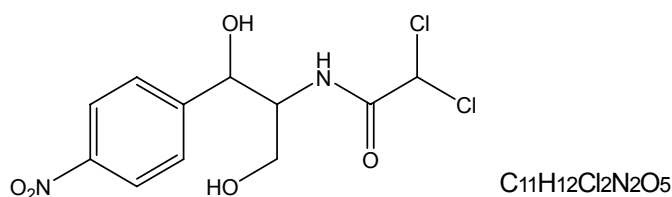


図 1 クロラムフェニコールの構造

測定条件

Column:	TSKgel ODS-100V 3 μm (2.0mmI.D. x 15cm)
Eluent:	A; 10mmol/L ammonium formate (pH3.75) B; acetonitrile
Gradient:	0min (B; 30%)→10min (B; 100%)→12min (B; 100%)
Flow rate:	0.2mL/min
Detection:	QTRAP (Applied Biosystems)
Ion source:	ESI
Polarity:	Negative
Precursor ion	321.0
Product ion	152.0
Temp.:	40°C
Inj. volume:	5 μL

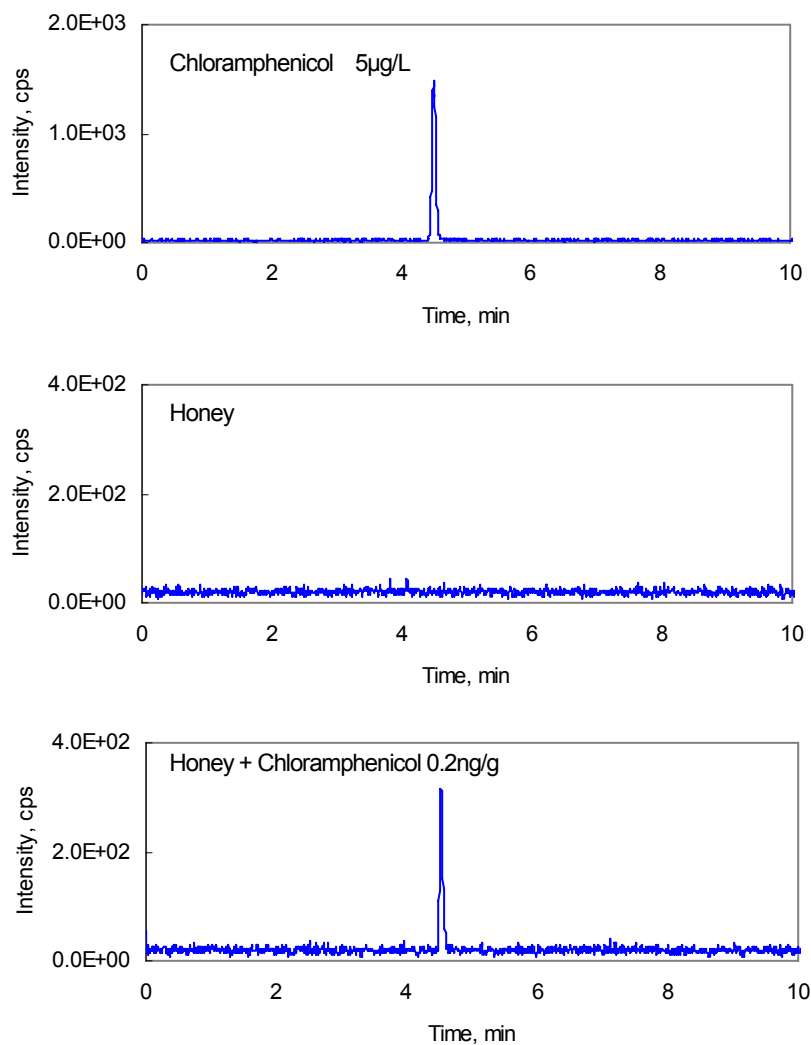


図2 クロラムフェニコール標準品、ハチミツ、ハチミツ(添加試料)のMRMクロマトグラム

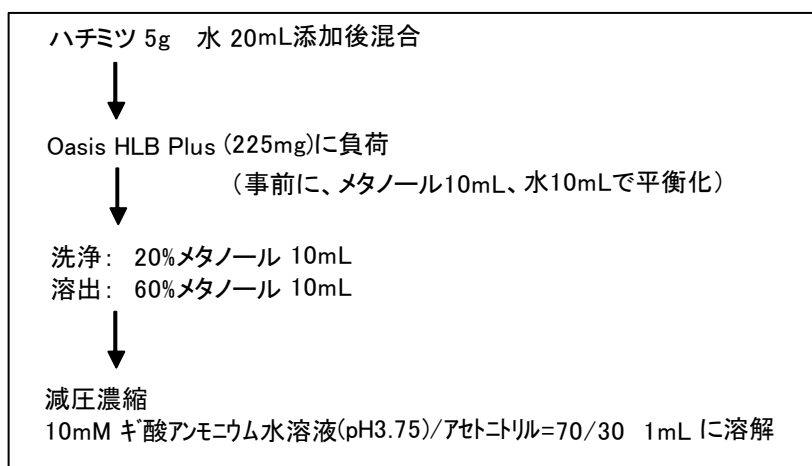


図3 ハチミツの前処理手順

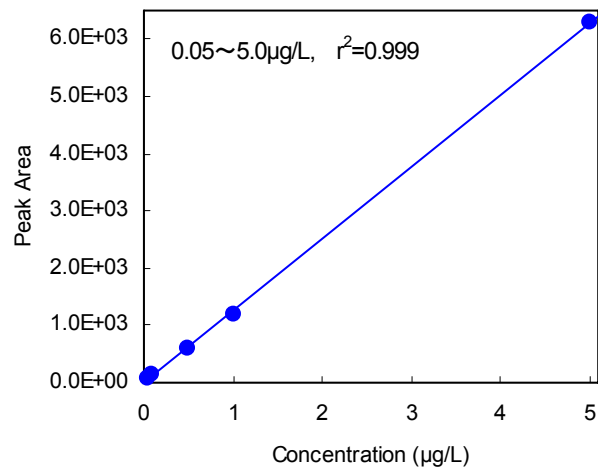
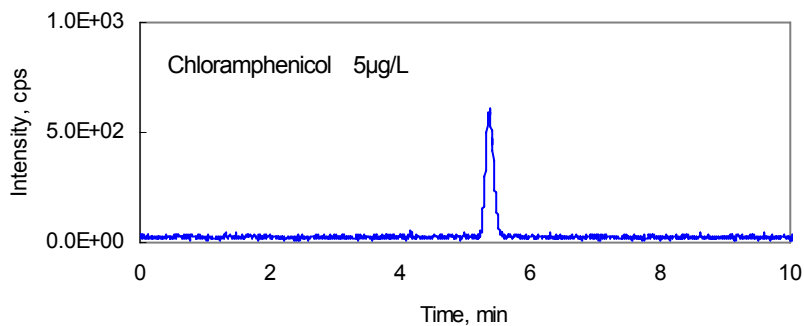


図4 クロラムフェニコールの検量線



Column: TSKgel ODS-100V 3µm (2.0mmI.D. x 15cm)
 Eluent: 10mmol/L ammonium formate (pH3.75)/acetonitrile=70/30
 Flow rate: 0.2mL/min
 Temp.: 40°C
 Inj. volume: 5µL

図5 告示法記載に準拠した分析条件でのクロラムフェニコール標準品のMRM クロマトグラム(アイソクラティック条件)