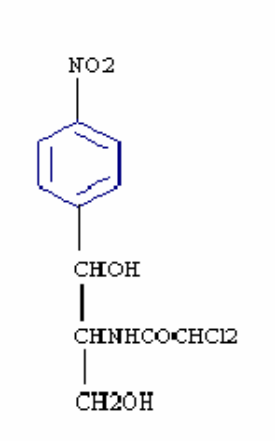


Chloramphenicol
平均分子量：323.1
モノアイソトピック分子量：322.0

エビ中のクロラムフェニコール分析

概要

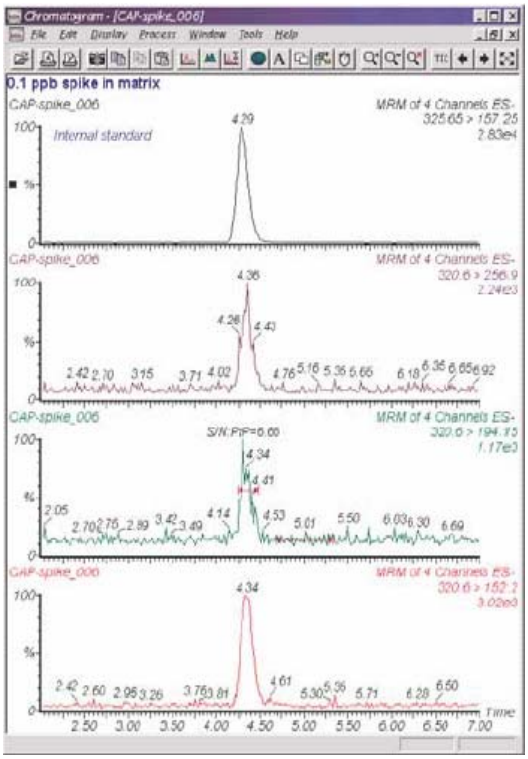
クロラムフェニコールは畜水産物への残留が懸念されている抗生物質で、最近ではうなぎ、はちみつなどで検出例が報告されています。食品衛生法では、不検出であることとされており、平成14年には、輸入エビ、うなぎ等の検疫モニタリングが強化され、モニタリングの試験法にはHPLC/UV、及びLC/MSが採用されています。
ここでは、エビ中のクロラムフェニコールのLC/MS/MSによる分析例をご紹介いたします。

分析条件

HPLC　：
Waters 2695 セパレーションモジュール
カラム　：C18 5um
移動相　：メタノール/純水= 55/45(VV)
流速　　：0.4mL/min.

MS Spectrometer
Micromass Quattro Micro
イオン化：ESI ネガティブ

スパイクサンプル分析



A：d5-クロラムフェニコール
m/z 326 → m/z 157

B：クロラムフェニコール
m/z 321 → m/z 257

C：クロラムフェニコール
m/z 321 → m/z 194

D：クロラムフェニコール
m/z 321 → m/z 152

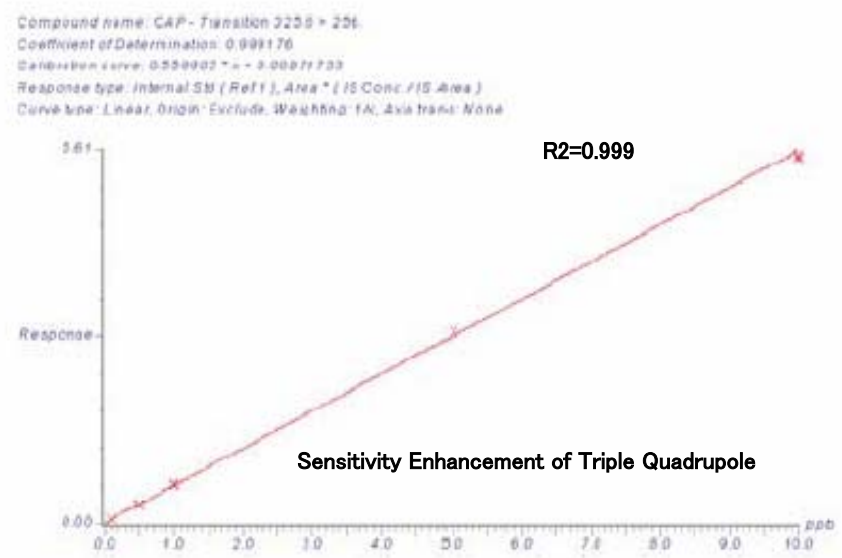
エビにクロラムフェニコール標準品0.1ppb、及び内部標準（d5-クロラムフェニコール）1ppbをスパイクしたMRMクロマトグラムです。図Aが内部標準のMRMクロマトグラム、図B-Dはクロラムフェニコールの MRMクロマトグラムです。図B,Cで確認、Dで定量を行いました。

MICROMASS
MS TECHNOLOGIES

キーワード:
クロラムフェニコール
ESI
Quattro *micro* API

ブランクのエビサンプルにクロラムフェニコール標準品をそれぞ0.1,0.5,1,5,10ppb添加し、各3回の測定から直線性を計算しました。内部標準のクロラムフェニコール-d5体の濃度は1ppbです。
0.1～10ppbの間でr=0.999と良好な直線性を示しています。

直線性 : 0.1ppb ～ 10.0ppb



0.1ppb及び0.5ppbにおいて各サンプル5回注入時における分析精度＆真度

分析法の精度と真度 （Precision & Accuracy）

Injection	Conc. Added (ppb)	Conc. Found (ppb)	Injection	Conc. Added (ppb)	Conc. Found (ppb)
1	0.1	0.098	1	0.5	0.471
2	0.1	0.091	2	0.5	0.474
3	0.1	0.095	3	0.5	0.475
4	0.1	0.091	4	0.5	0.502
5	0.1	0.092	5	0.5	0.490
	Avg	0.093		**Avg**	0.482
	St Dev	0.003		**St Dev**	0.013
	%RSD	3.265		**%RSD**	2.737
	% Accuracy	-7		**% Accuracy**	-4

Waters
日本ウォーターズ株式会社
本社：東京都品川区北品川1-3-12　第5小池ビル
TEL:03-3471-7191　FAX:03-3471-7118