

カビ毒の分析

(アフラトキシン・マイコトキシン)



前処理

- ・ SPEカートリッジ P2-5
- ・ SPEアクセサリ P6
- ・ 溶媒 P12

誘導体化

- ・ GC 誘導体化 P7
- ・ HPLC誘導体化 P7-8

分析

- ・ GC カラム P9
- ・ HPLCカラム P10-11
- ・ 溶媒 P12

定性/定量

- ・ 標準物質 P13-16
- ・ 認証標準物質 (CRM)
- ・ マトリックス標準 P15

SIGMA[®] | ALDRICH[®] | SUPELCO[®] | SAFC[®]

SAJ1875r

SIGMA-ALDRICH[®]

マイコトキシン前処理用 多機能カラム Supel™ Tox

食品中のマイコトキシン（カビ毒）分析用のシリカゲル基材の多機能カラムです。イムノアフィニティカラムよりも短い前処理時間で、高い回収率で再現良く分析が可能です。夾雑成分除去タイプとカビ毒濃縮・精製タイプの2種類をご用意しています。食安発 0816 第 2 号「総アフラトキシンの試験法」に準拠したカラムです。

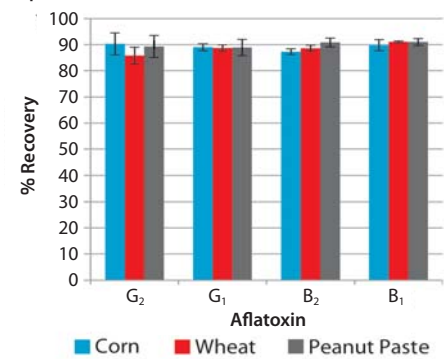
品 名	分析対象物	サンプルマトリックス	固相吸着	抽出管サイズ	入数 / 箱	CAT.NO.
シリンジ型						
Supel Tox AflaZea	Aflatoxin, Zearalenone	穀物、混合飼料、落花生	夾雑成分	6mL	30	55314-U
Supel Tox DON	Deoxynivalenol (DON)	小麦、小麦粉、トウモロコシ	夾雑成分	6mL	30	55316-U
Supel Tox Tricho	Trichothecenes (Type A and B)	穀物	夾雑成分	6mL	30	55308-U
Supel Tox TrichoBind	Trichothecenes (Type A and B)	穀物、飼料	カビ毒	10mL (LRC)	25	55307-U
Supel Tox FumoniBind	Fumonisin (B1 and B2)	穀物	カビ毒	10mL (LRC)	25	55315-U
Supel Tox OchraBind	Ochratoxin A	穀物、飼料	カビ毒	10mL (LRC)	25	55318-U

※ Trichothecenes Type A (例：T-2 toxin, HT-2 toxin, diacetoxyscirpenol)
※ Trichothecenes Type B (例：deoxynivalenol, fusarenon X, nivalenol, 3- and 15-acetyldeoxynivalenol)

イムノアフィニティカラムと多機能カラム Supel Tox AflaZea の比較

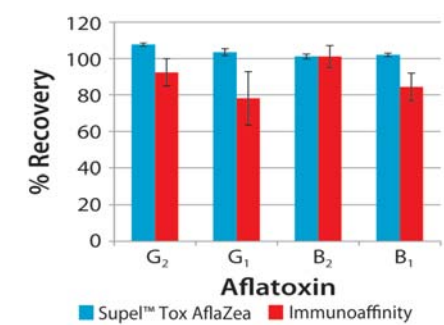
	イムノアフィニティカラム	多機能カラム Supel Tox AflaZea
使いやすさ	使用する溶媒量が多い 滴下速度の管理が必要 手順が何段階もあり複雑 緩衝塩も必要 冷蔵保存し、使用前に室温に戻すことが必要	使用する溶媒量が少ない 真空ろ過を適用できる 手順が少なく簡単 追加の試薬は不要 カラムの保管条件は特になし
価 格	比較的高価	比較的安価
前処理の手順	第 1 段階 (15 分) 1. 廃液回収用にマニホールドをセッティングする 2. 試料 1ml にリン酸緩衝生理食塩水 17ml を加え、ボルテックスする 3. カートリッジのキャップを外して乗せ、カラム内の水分を自然落下させる 4. 受け器を装着し、カートリッジに試料をロードする 第 2 段階 (15 分) 5. 干渉物を洗浄する 6. マニホールドを試料回収用に再度セッティングする 7. 試料を溶出し、回収する 第 3 段階 (30 分) 8. 試料を蒸発乾固する 9. 試料を再溶解し、ボルテックスする 10. 試料 0.2ml をバイアルに移す 11. 試料を希釈し、ボルテックスする 分析まで 約 60 分	精製 (6 分) 1. 試料回収用にマニホールドをセッティングする 2. カートリッジを乗せる 3. 試料 2ml をロードする 4. 真空下で試料を溶出し、回収する 5. 試料 0.2ml をバイアルに移す 6. 試料を希釈し、ボルテックスする 分析まで 約 6 分 イムノアフィニティカラムと比べて… 前処理時間 約 60 分 → 6 分 まで削減 さらに、 多機能カラムを使用することで コストダウン も可能に ※ Supel Tox Afla Zea の場合 (当社調べ)

Supel Tox AflaZea のアフラトキシンの回収率



トウモロコシ、小麦、ピーナッツバターにアフラトキシン G₂、G₁、B₂、B₁ の標準物質 (Cat.No.34036) を添加した Supel Tox AflaZea カートリッジでの回収率は 85%以上、RSD 5%以下の結果でした。

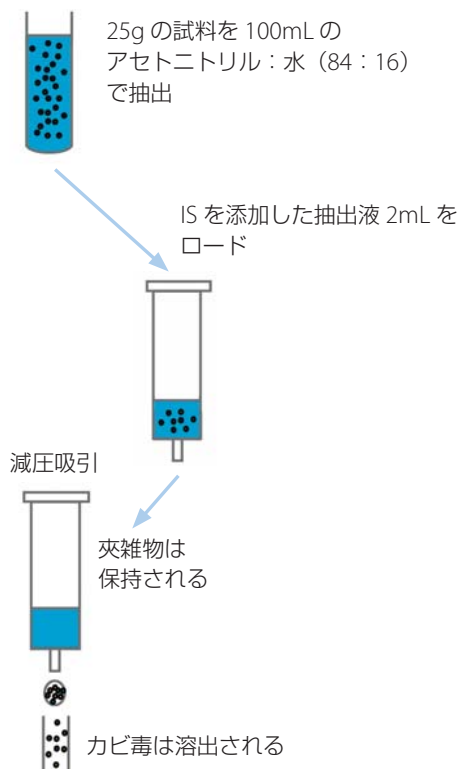
イムノアフィニティカラムと AflaZea の回収率



ピーナッツバター中のアフラトキシン G₂、G₁、B₂、B₁ についてイムノアフィニティカラムと Supel Tox AflaZea カートリッジでの回収率及び再現性について、3 回の試験結果を比較しました。Supel Tox カートリッジの方が優れた回収率と再現性 (RSD 2%以下) を示しました。

夾雑成分保持

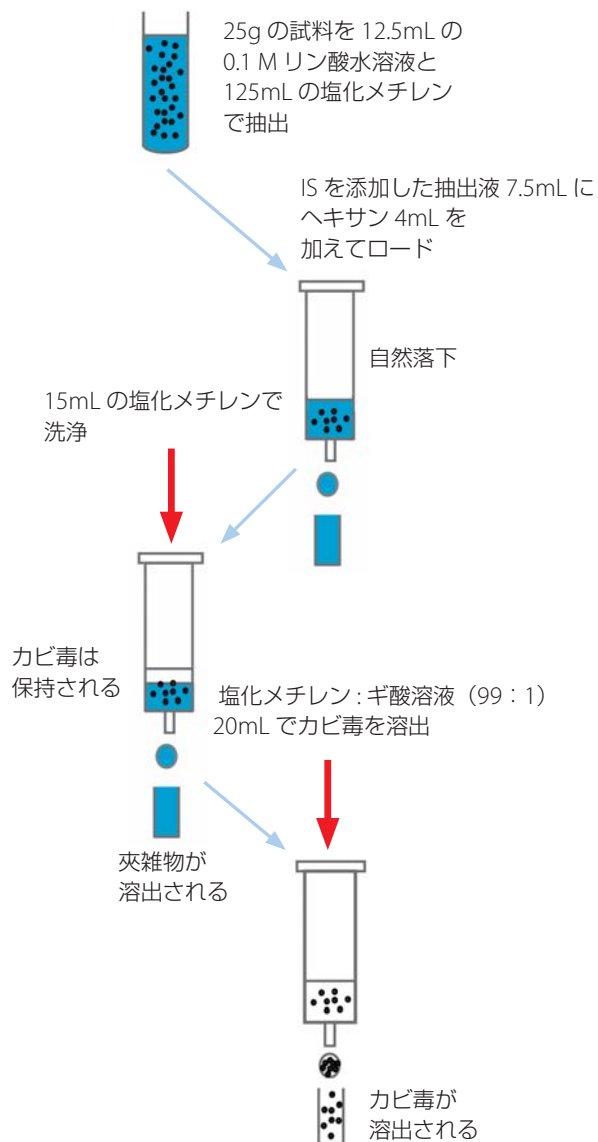
例) Supel® Tox AflaZea



製品の外観

カビ毒保持

例) Supel Tox OchraBind



Supel Tox AflaZea (Cat.No.55314-U) のカビ毒（アフラトキシン / マイコトキシン）の回収率の例

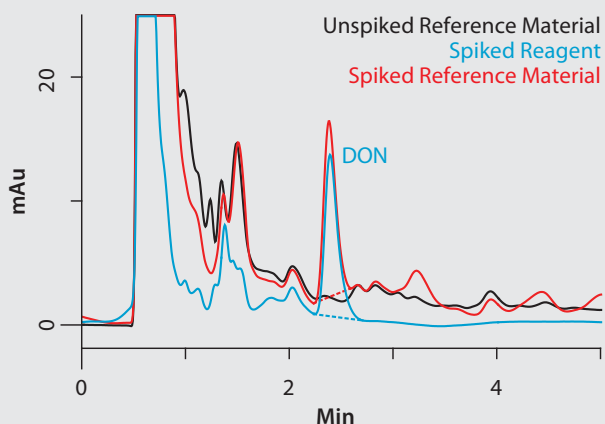
Toxin	製品規格	回収率	測定法
Aflatoxin B1	>90	99%	HPLC-FLD
Aflatoxin B2	>90	96%	HPLC-FLD
Aflatoxin G1	>90	96%	HPLC-FLD
Aflatoxin G2	>90	95%	HPLC-FLD
Deoxynivalenol	>80	97%	GC-ECD
Fusarenon X	>80	95%	GC-ECD
3 Acetyl DON	>80	94%	GC-ECD

Toxin	製品規格	回収率	測定法
15 Acetyl DON	>80	98%	GC-ECD
Nivalenol	>70	85%	GC-ECD
T-2 Toxin	>80	94%	GC-ECD
HT-2 Toxin	>80	91%	GC-ECD
Diacetoxyscirpenol	>80	90%	GC-ECD
Neosolaniol	>80	86%	GC-ECD
Zearalenone	>70	80%	HPLC-FLD

Afla Zea (Cat.No.55314-U) の回収率は アフラトキシン B1B2G1G2 95%以上！
その他のマイコトキシンも 80%以上！

Supel® Tox アプリケーション

Supel Tox DON を使用した マトリックス (小麦) の除去とデオキシニバレノールの回収率

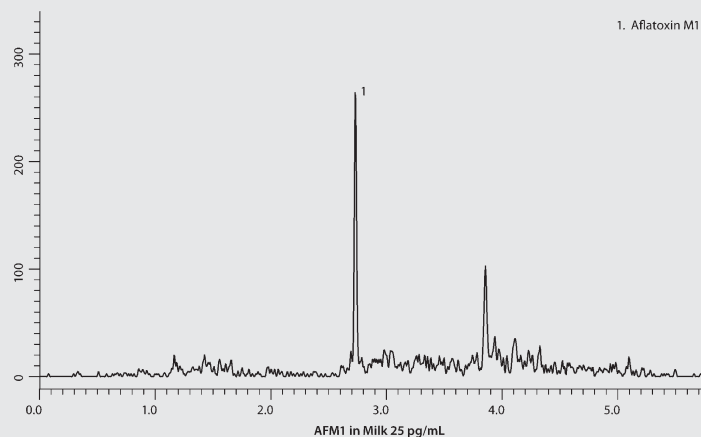


column : Ascentis® Express C18, 10 cm x 2.1 mm I.D.,
5 µm particles (50517-U)
mobile phase : water:acetonitrile:methanol (92:4:4)
flow rate : 0.4 mL/min column
detector : UV, 220 nm
temp. : 35 °C
injection : 40 µL

回収率と RSD

Sample Type	SPE 2 µg/g DON
Spiked Reagent	87.0% (RSD 2%)
Spiked Reference Material	85.6% (RSD 1%)

Supel Tox AflaZea を使用した 乳中の Aflatoxin M₁ の低濃度 (ピコグラム) の定量



sample preparation : SPE (Solid Phase Extraction)
sample/matrix : cow milk
SPE tube/cartridge : Supel Tox AflaZea, 6 mL (55314-U)
sample addition : 10 mL, 2 drop/second using vacuum
washing : 2 x 2 mL acetonitrile (collect with sample)
eluate post-treatment : evaporate to dryness at 70 °C using nitrogen
sample preparation : reconstitute in 500 µL 20:80 acetonitrile:water,
filter into 750 µL poly vial using PVDF filter, 0.2 µm
column : Ascentis Express C18, 5 cm x 2.1 mm I.D.,
2.7 µm particles (53822-U)
mobile phase : (A) 0.1% (v/v) formic acid; (B) acetonitrile
gradient : 90% A for 0.5 min; to 10% A in 0.5 min;
hold at 10% for 3 min; to 90% A in 0.10 min;
hold at 90% A for 3 min
flow rate : 0.4 mL/min column
temp. : ambient
detector : MS/MS (MRM transitions)
injection : 10 µL

Supel Tox AflaZea で精製後のトウモロコシ、小麦、 ピーナッツバター中のアフラトキシン

column : Ascentis Express C18, 10 cm x 2.1 mm I.D., 2.7 µm (53823-U)
mobile phase : (A) water; (B) acetonitrile; (C) methanol; (700:120:120,A:B:C)
with 0.780 g potassium bromide and 230 µL of nitric acid
flow rate : 0.4 mL/min
column temp. : 35 °C
detector : Fluorescence detector, Excitation: 360 nm, Emission: 440 nm
injection : 40 µL (B2 and G2 0.5 µg/mL, B1 and G1 2 µg/mL)

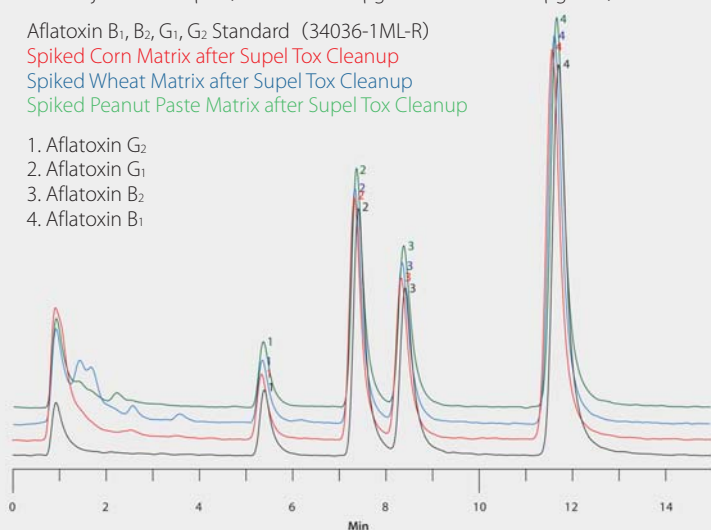
Aflatoxin B₁, B₂, G₁, G₂ Standard (34036-1ML-R)

Spiked Corn Matrix after Supel Tox Cleanup

Spiked Wheat Matrix after Supel Tox Cleanup

Spiked Peanut Paste Matrix after Supel Tox Cleanup

1. Aflatoxin G₂
2. Aflatoxin G₁
3. Aflatoxin B₂
4. Aflatoxin B₁



Supel Tox の無償サンプルをご用意しています!

ご希望の方は弊社テクニカルサポートまで

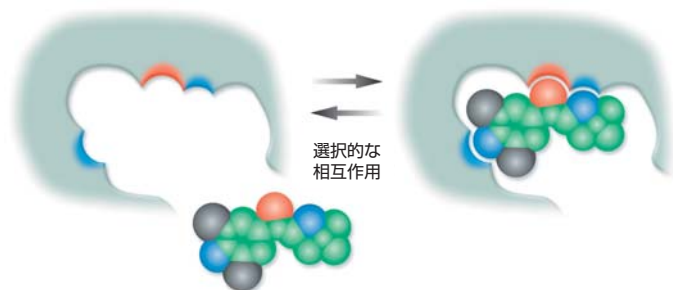
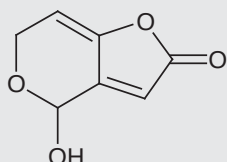
TEL : 03-5796-7330 FAX : 03-5796-7355

E-mail : sialjpsp@sial.com

分子鑄型ポリマー SupelMIP®

選択的な相互作用に乏しい多くの固相抽出充填剤とは異なり、SupelMIP 充填剤は、特定の化合物及び類似の構造を有する化合物群を立体的、化学的に認識するサイトを充填剤内に有しています。その相互作用は、抗体とレセプターの相互作用に類似し、通常の固相抽出に比較して高い選択性を有する分子鑄型ポリマー（Molecular Imprinted Polymer: MIP）です。

パツリンの構造



SupelMIP SPE-Patulin はポリマー表面に対象物質と類似な細孔が設計されており、効率良く対象物質を抽出します。

パツリンの抽出と精製のプロトコール

試料の調製：リンゴジュースを2%酢酸で1:1に希釈する

SPEのコンディショニング：2 mL 100% アセトニトリル
1 mL 水

SPEへ試料負荷：4 mL 調製した試料

洗浄：1 mL 1% 重炭酸ナトリウム溶液
2 mL 水、10~15秒間減圧吸引

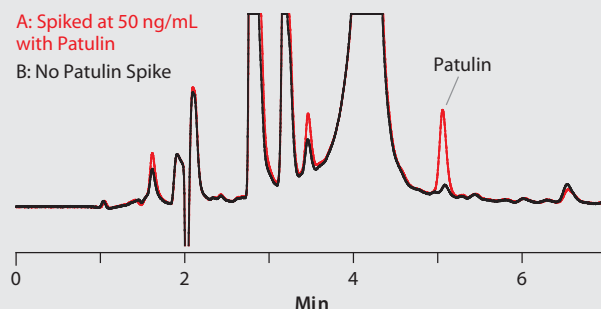
溶出：0.5 mL ジエチルエーテル減圧吸引
2 mL 酢酸エチル

溶出した試料を乾固し、1 mLの0.1% 酢酸水溶液に再溶解

*溶出速度は、1~2滴/秒（約1 mL/min）で行われた。

SPE精製後のリンゴジュースのクロマトグラム

column: Ascentis® Express C18, 15 cm x 2.1 mm, 2.7 µm particles (53825-U)
mobile phase: (A) 95:5 water:acetonitrile (B) 100% acetonitrile
gradient: hold at 100% A for 6 min; 0% to 80% B in 0.1 min; hold at 80% B for 3 min, 80% to 0% B in 0.1 min, hold at 100% A for 13 min
flow rate: 0.2 mL/min
temp: 30 °C
detector: UV, 276 nm
injection: 10 µL



品 名	サンプルマトリックス	充填剤量 (mg) / 抽出管サイズ (mL)	入数	CAT.NO.
シリンジ型				
SupelMIP SPE - Patulin パツリン	リンゴ	100 mg/3 mL	50	52776-U

C18 のセカンドチョイスに最適！親水性基導入スチレン/ジビニルベンゼン共重合体の Supel™-Select シリーズ

Supel-Select SPE 充填剤量 / 抽出管サイズ	入数 / 箱	HLB CAT.NO.	SCX CAT.NO.	SAX CAT.NO.
シリンジ型				
30 mg/1 mL	100	54181-U	54240-U	54231-U
60 mg/3 mL	50	54182-U	54241-U	54233-U
200 mg/6 mL	30	54183-U	54242-U	54235-U
500 mg/12 mL	20	54184-U	54243-U	54236-U
1 g/20 mL	20	54186-U	54245-U	54237-U
96-ウェルプレート				
30mg/well	1	575661-U	575664-U	575660-U
60mg/well	1	575662-U	575665-U	575663-U

前処理

誘導体化

分析

定性・定量

SPE バキュームマニホールド

Visiprep™ DL 型 SPE バキュームマニホールド



088-cmyk 089-cmyk
57044

吸引口外径 9mm

ディスポーザブルライナー（DL），
PTFE 製
57059



P000097



ステンレス製
ライナーガイド針
57027

liner/guide needle SS

品名	CAT. NO.
Visiprep DL 型 SPE バキュームマニホールド	
12 ポートモデル	57044
24 ポートモデル	57265

※ Visiprep DL 型 SPE バキュームマニホールド式は、下記表の標準付属品一覧に記載のパーツから構成されています。

12 ポートモデル DL 型 標準付属品と交換部品・オプション

品名	CAT. NO.
標準付属品	
カバー、DL 型用流量調整バルブ（12 個）とガスケット付き ガラス真空槽（真空計、バルブ付）	57029
[真空槽外寸：幅 19cm x 奥行 10cm x 高さ 17.5cm, ガラス厚約 1cm]	-
捕集容器ラック	57037
[基礎部、支柱棒 3 本、センタープレート（底）、10mm 試験管プレート（刻印 A）、保持クリップ 12 個]	
16mm 試験管用プレート（刻印 C、穴径 17mm）	57039
2mL オートサンプラーバイアル用プレート（刻印 B）	57040-U
ステンレス製ライナーガイド針（12 本入）	57027
ディスポーザブルライナー、PTFE 製（100 本入）	57059
10 x 75mm 試験管（12 本入）	57042
※ Visiprep DL 型 SPE バキュームマニホールド 12 ポートモデル（CAT.NO.57044）は、上記標準付属品一覧に記載の各製品 1 セットずつから構成されています。	
交換部品	
ガスケット（2 個入）：カバー裏の白いパッキング	57033
オプション	
スプラッシュガード（飛沫防止ガード）12 ポート専用	57045-U
20mL シンチレーションバイアル用プレート（刻印なし、穴径 27mm、穴数 10）	57043

24 ポートモデル DL 型 標準付属品と交換部品

品名	CAT. NO.
標準付属品	
カバー、DL 型用流量調整バルブ（24 個）とガスケット付き ガラス真空槽（真空計、バルブ付）	57266
[真空槽外寸（内寸）：幅 29.5(27)cm x 奥行 9.9(7.8)cm x 高さ 17.7cm]	57252
捕集容器ラック	57255
[基礎部、支柱棒 2 本、センタープレート、10mm 試験管プレート（刻印 A）、保持クリップ 8 個]	
16mm 試験管用プレート（刻印 C）	57257
2mL オートサンプラーバイアル用プレート（刻印 B）	57258
ステンレス製ライナーガイド針（12 本入）	57027
ディスポーザブルライナー、PTFE 製（100 本入）	57059
10 x 75mm 試験管（12 本入）	57042
※ Visiprep DL 型 SPE バキュームマニホールド 24 ポートモデル（CAT.NO.57265）は、上記標準付属品一覧に記載の製品各 1 セットずつ（CAT.NO.57042、CAT.NO.57027 のみ各 2 セット）から構成されています。	
交換部品	
ガスケット（2 個入）：カバー裏の白いパッキング	57254
ガラス真空槽（ガラス部のみ）	57253

DL 型共通の交換部品・オプション

品名	CAT. NO.
交換部品	
DL 型用流量調整バルブ（2 個入）、デルリン®/PP 製	57028
DL 型用流量調整バルブシステム（24 個入）：CAT.NO.57028 の上部パーツ	57146-U
真空計、バルブ	57035-U
保持クリップ（12 個入）	57041
オプション	
メス型ルアープラグ、PP 製（12 個入）：カバーの裏から栓用	57098
Visidry™ ドライングアタッチメント	
12 ポートモデル用	57100-U
24 ポートモデル用	57124



DL 型用流量調整バルブ
57028

flow control valve2



24 ポート用プレート
57257



メス型ルアープラグ
57098

保持クリップ
57041

retaining clip



12 ポート用
57100-U



24 ポート用
57124

P000110

誘導体化

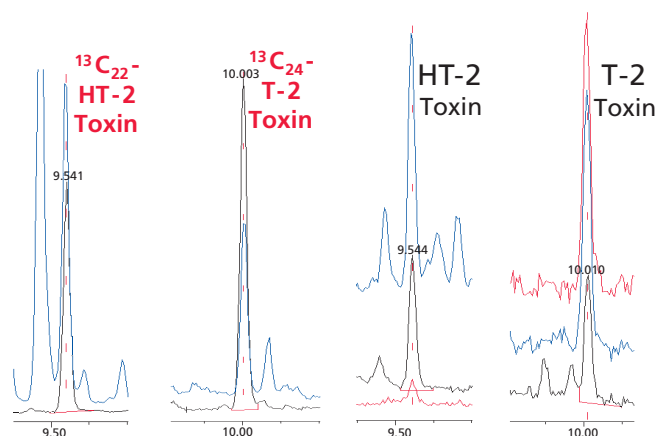
GC 分析のための誘導体化

GC-ECD 検出の場合、トリメチルシリル化やフルオロアシル化等の誘導体化が必要です。

- タイプ A- トリコテセンは、ヘプタフルオロブチリルイミダゾール (HFBI) で誘導体化する
- タイプ B- トリコテセンは、不完全な誘導体化により生じるピークをなくすため、TMSI (40 ± 5%)、BSA (35 ± 5%)、TMCS (25 ± 5%) を含む Tri-Sil® TBT や Sylon™ BTZ の混合誘導体化試薬を使用
- 通常、フモニシンはオルトフタルアルデヒド (OPA) を用いて誘導体化する

MSTFA を用いたシリル化

通常シリル化を行う際は、過剰のシリル化剤を水で失活させ、目的化合物を再抽出します。しかしながら、シリル化剤として、1% トリメチルクロロシランを含有する N-メチル-N-(トリメチルシリル) トリフルオロアセトアミド (MSTFA) を用いる際は、比較的低沸点 (131°C) である MSTFA を溶媒として使用でき、GC でスプリットレス注入可能なため、水によるシリル化剤の失活作業および再抽出の作業を省くことができます。



MSTFA は水による失活および再抽出を必要としません

HPLC 分析のための誘導体化

誘導体化は、目的化合物の検出感度を上げたり、改善するための有効な手段です。結果として、誘導体は蛍光発光するようになります。適切な誘導体化試薬を選択する際のポイントを下記に記します：

- 誘導体化は、迅速で定量的でなければなりません
- 副生成物や過剰の誘導体化試薬は、蛍光の生成を阻害してはならない
- 蛍光色素分子は強い吸収バンドを有すること
- 誘導体化試薬は安定であること
- 目的化合物と誘導体化試薬がよく反応すること
- 誘導体化試薬と副生成物が蛍光を発しないこと

トリコテセンの多くは最少の蛍光発光と UV 吸収しか示さないため、HPLC での検出感度は限られています。C=O 二重結合を有する化合物 (C9 と C10 及び C8 におけるケト基) は検出可能ですが、ppb 濃度での検出の際は不純物による妨害があるため、通常誘導体化が行われます。

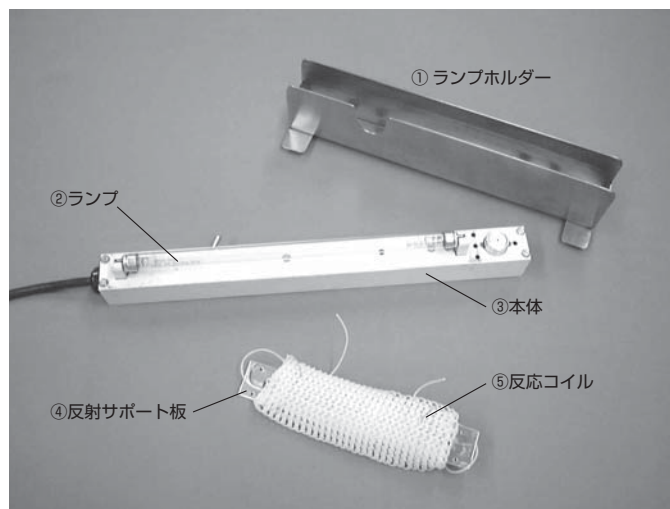
製品名	容量	CAT. NO.
N-Heptafluorobutyrylimidazole (HFBI)	1mLx10本 10mL	74382-10X1ML 74382-10ML
Sylon BTZ	0.1mLx144本	33151
(BSA+TMCS+TMSI, 3:2:3)	1mL x 20本 25mL	33030 33031-U
o-phthalaldehyde for fluorescence, 99.0% (HPLC)	1 g 5 g	79760-1G 79760-5G

アフラトキシン分析用フォトケミカル反応システム

フォトケミカル反応システム(PHREDフォトケミカルリアクター)は、分析困難な条件下で分析対象物の検出を向上させます。このシステムをHPLCカラムと検出器の間に接続することで、光化学反応による誘導体化が連続的に行えます。食安発第0816第2号「総アフラトキシンの試験法」で、フォトケミカルリアクターによる誘導体化法(PR法)が記載されています。

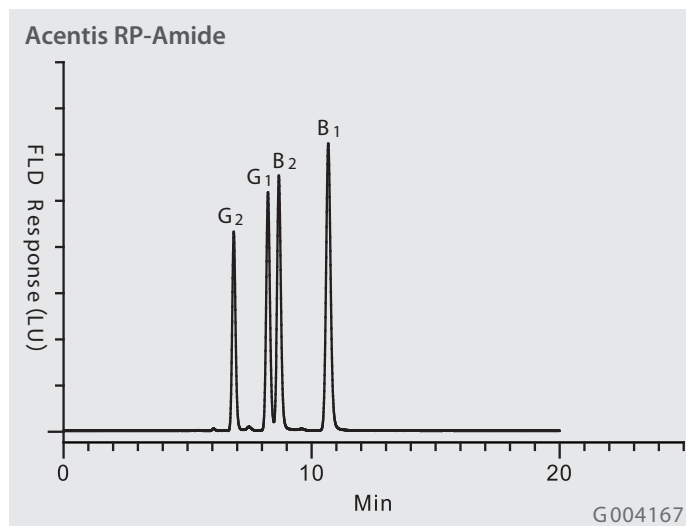
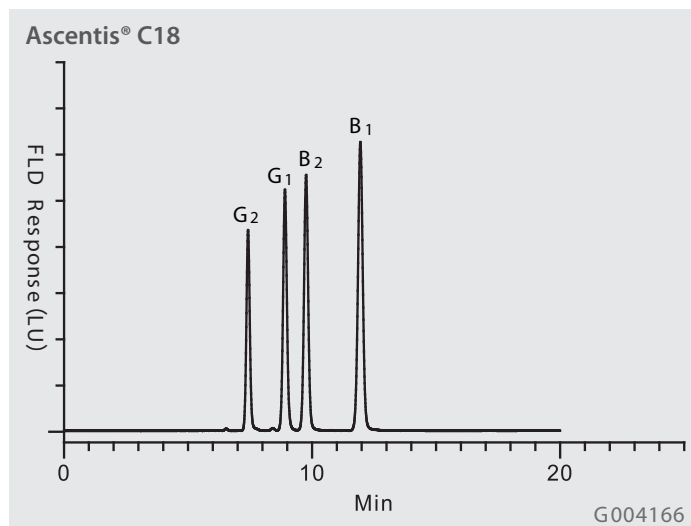
TFA(トリフルオロ酢酸)による誘導体化が不要です!

このユニットには254nm低圧水銀灯、ランプホルダー、反射サポート板、反応コイル用ホルダーが含まれています。誘導体化を行う編込PTFE反応コイルは別売りです。



製品名	CAT.NO.		
PHRED フォトケミカルリアクター110V (①②③④のセット)	57400-U		
交換用部品			
②交換用ランプ 254nm	57401		
②交換用ランプ 366nm			
④反射サポート板(ステンレス製)	57408		
⑤編み込みPTFE反応コイル			
内径(mm)	長さ(m)	容量(mL)	CAT.NO.
0.25	5	0.25	57402
	10	0.5	57403
	15	0.75	57404
	20	1	57410-U
0.5	5	1	57405
	10	2	57406
	15	3	57407
	20	4	57411

分析例



Conditions

カラム : Ascentis C18/Acentis RP-Amide
15 cm x 4.6 mm I.D., 3μm particle size
移動相 : アセトニトリル : メタノール : 水 (20:20:60)
流速 : 1.0 mL/min
温度 : 30° C

検出器 : fluorescence, 360 nm excitation, 455 nm emission
蛍光誘導化法 : PHRED (25 m x 0.25 mm ID coil)
注入量 : 20 μL
試料 : Af latoxin Standard Mix (diluted 1:1 with water)

適切な抽出と正確な精製を組み合わせることで、最適なクロマトグラフィー分離と、選択的な誘導体化により高感度な定量が可能です。研究室にある装置の種類に依存して、単成分あるいは多成分分析が可能です。GC装置では、ECD、FID、MS検出が、HPLC装置では蛍光、UV、MS-MS検出が使用できます。

GC 分析

GC 分析では、シリル化剤の影響および耐熱性の観点で、Poly (Diphenyl 35% / Dimethylsiloxane 65%) のような中極性の液相を用います。高速の昇温プログラムで、T-2 toxin および HT toxin の良い分離が得られます。SIM モードでの MS 検出により、複雑なマトリックス中の T-2 toxin および HT toxin の 2 ~ 5 ppb の検出限界を可能とします。EU Guideline 96/23/EG に要求されているように、カビ毒の定性を保持時間からだけでなく、3 種の SIM イオンによっても行いました。ピーク純度を決定するため、各内部標準の qualifier ion を測定しました。

長さ(m)	膜厚(μm)	BETA	CAT. NO.
0.25mm I.D. Fused Silica			
30	0.25	250	24092
60	0.25	250	28568-U
0.32mm I.D. Fused Silica			
30	0.25	320	24094
0.53mm I.D. Fused Silica			
30	1.00	133	25335

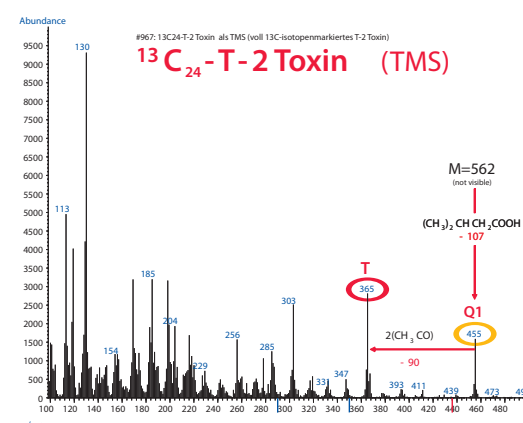
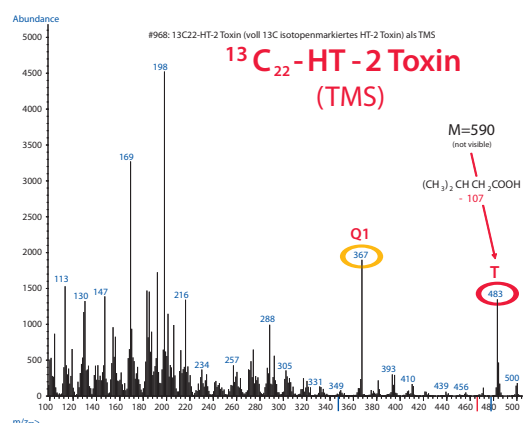
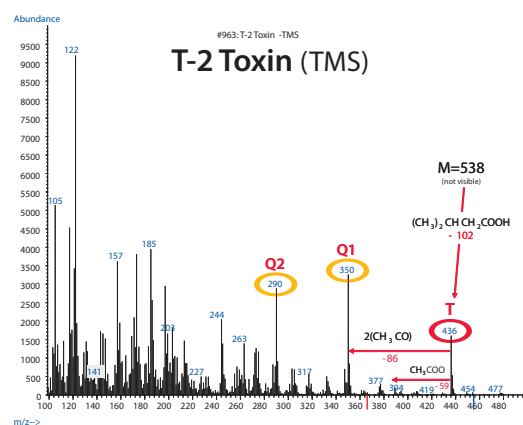
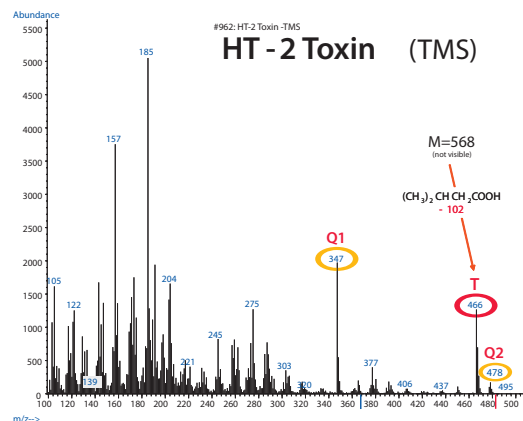
¹³C- 標識化マイコトキシンを用いた新しいマイコトキシンの GC-MS 分析法

Andreas Breidbach と Wolfgang Brodacz は、T-2 toxin および HT-2 toxin の ¹³C- 標識化体を用いて、2 ~ 5 ppb の濃度まで測れる新しい GC-MS 分析法を開発しました。

同位体希釈質量分析 (IDMS) は、¹³C- 標識化体の化学的・物理的特性が非標識体とほぼ一致するという利点があります。よって、分析の過程において ¹³C- 標識化体の挙動は非標識体と基本的に同じでありながら、質量分析法によって両者を識別することが可能です。

- 標識化されたマイコトキシンは IDMS を用いることが可能
正確さと精度の向上
- 試料の取り扱いが容易になる
- 試料抽出後の標準品添加マトリックス効果や不正確さの排除

T-2 ToxinおよびHT-2 Toxinの非標識体および¹³C標識化TMS誘導体のEI-MSスペクトル



HPLC 分析

コアシェルカラムのパイオニアであるシグマ アルドリッチの Ascentis Express® HPLCカラムを紹介します。Ascentis Express は、2.7 μm および 5 μm の Fused-Core® 粒子技術から成り立っています。Fused-Core粒子とは、非多孔性のシリカゲルを核とし、表面に多孔性のシリカゲルを結合させることにより、移動相とサンプルの拡散経路が短くなります。よって、高分離能で低背圧にて高速分析を実現します。また、非常に堅牢で、HPLC、UHPLCのどちらの装置でも使用が可能です。

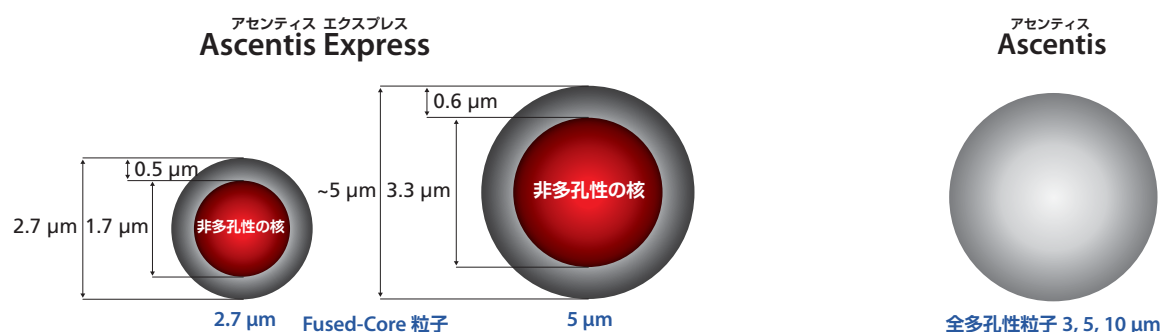
Fused-Core 粒子技術 + Ascentis 固定相合成技術 = 

Fused-Core 2.7 μm の特長

- 3 μm 粒子カラムの約2倍の高理論段数
- Sub-2 μm 粒子カラムの半分の背圧で同等の高分離能

Fused-Core 5 μm の特長

- 3 μm 全多孔性粒子と同等の高理論段数で 5 μm 全多孔性粒子並みの低圧
- Ascentis Express 2.7 μm と固定相導入技術が同じ為、メソッド移行が容易



高理論段数、低背圧の例

充填剤粒子の種類	多孔質層の厚さ (μm)	表面積 (m^2/g)	ポアサイズ ($\text{\AA}$)	理論段数 *	背圧 (bar) *
2.7 μm Ascentis Express Fused-Core	0.5	150 ¹⁾	90	38300	284
5 μm Ascentis Express Fused-Core	0.6	100 ²⁾	90	28300	78
3 μm 全多孔性	N/A	300	100	24200	309
5 μm 全多孔性 A	N/A	300	100	14600	100
5 μm 全多孔性 B	N/A	170	120	14400	63
5 μm 全多孔性 C	N/A	450	100	15300	120

* 理論段数及び背圧の分析条件 : Column: 4.6 x 150 mm, Mobile Phase: 50/50 water/acetonitrile, Temperature: 30 $^{\circ}\text{C}$, Injection: 1 μL , Instrument: Agilent 1100 or Agilent 1200 with autosampler, Analyte: 1-chloro-4-nitrobenzene, Flow Rate corresponding to the plate height minimum

1) 全多孔性換算表面積 225 ~ 300 m^2/g

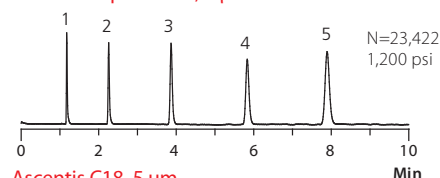
2) 全多孔性換算表面積 160 ~ 200 m^2/g

高速分析の例

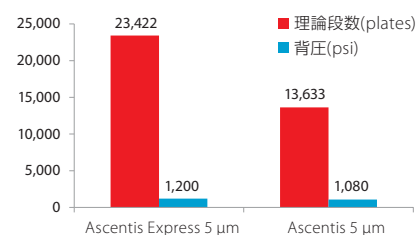
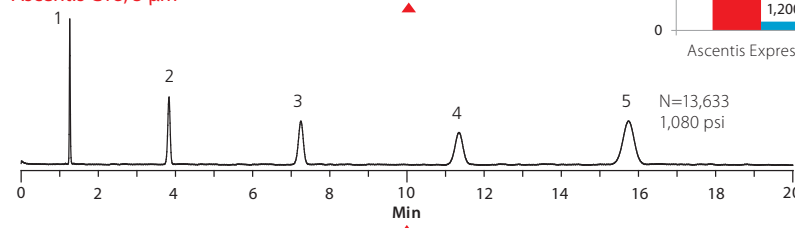
Column: 4.6 x 150 mm
Mobile Phase: 50/50 water/
acetonitrile
Flow Rate: 1 mL/min
Detection: UV 250 nm
Temperature: 35 $^{\circ}\text{C}$
Injection: 5 μL

1. Uracil
2. Acetophenone
3. Benzene
4. Toluene
5. Naphthalene

Ascentis Express C18, 5 μm



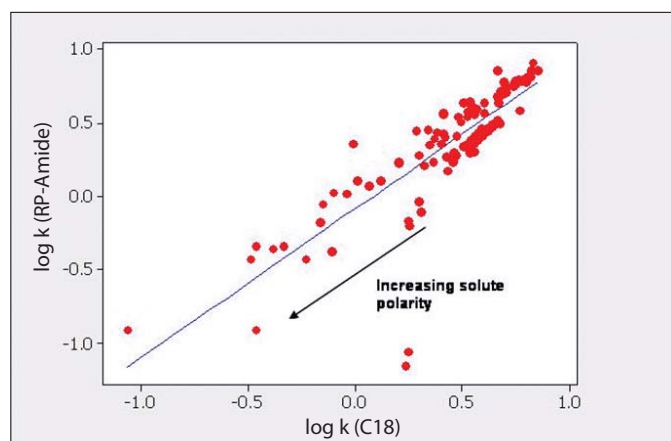
Ascentis C18, 5 μm



同一流速で分析時間短縮

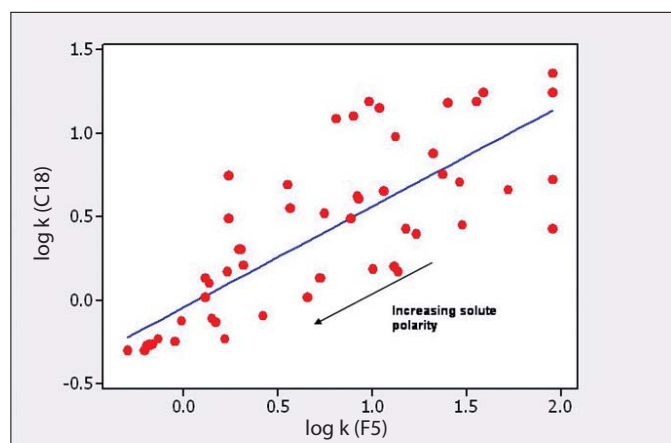
カラム選択性の比較

Ascentis Express® : RP-Amide vs. C18



カラム選択性の比較

Ascentis Express : C18 vs. F5



Ascentis Express Columns

製品名/サイズ	CAT.NO.
Ascentis Express C18	
10 cm x 2.1 mm I.D., 2.7 μm	53823-U
15 cm x 2.1 mm I.D., 2.7 μm	53825-U
Ascentis Express RP-Amide	
10 cm x 2.1 mm I.D., 2.7 μm	53913-U
15 cm x 2.1 mm I.D., 2.7 μm	53914-U
Ascentis Express F5	
10 cm x 2.1 mm I.D., 2.7 μm	53569-U
15 cm x 2.1 mm I.D., 2.7 μm	53571-U

Ascentis Express RP-Amide

sample/matrix: 5 grams of cereal spiked with 15 mycotoxins; extract with 20 mL acetonitrile:1% formic acid in water (75:25); shake for 1 min; centrifuge; filter through a 0.45 μm syringe filter

column: Ascentis Express RP-Amide, 10 cm x 2.1 mm I.D., 2.7 μm particles (53913-U)

mobile phase: (A) 1 mM ammonium acetate, 0.5% acetic acid in water; (B) 1 mM ammonium acetate, 0.5% acetic acid in methanol

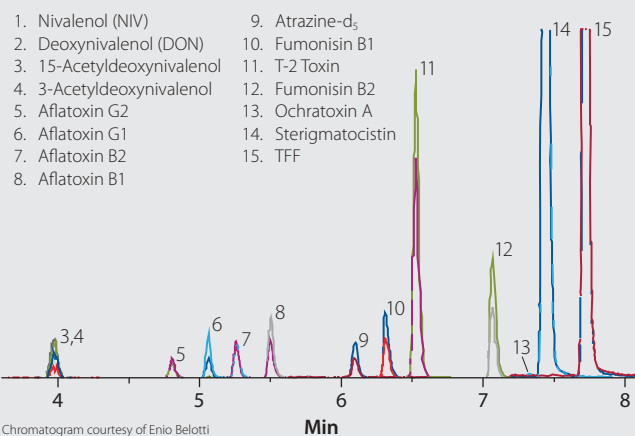
gradient: 0 min: 5% B; 0.5 min: 10% B; 12 min: 95% B; 15 min: 95% B

flow rate: 400 μL/min

column temp.: 40 °C

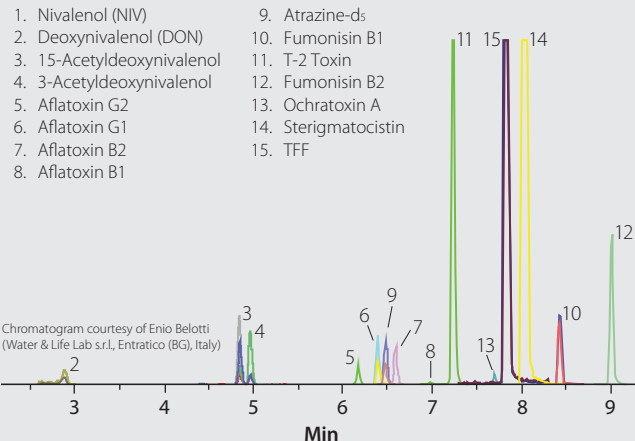
detector: MS/MS, ESI(+) and ESI (-)

injection: 2 μL



Ascentis Express F5

column: Ascentis Express F5, 10 cm x 2.1 mm I.D., 2.7 μm particles (53569-U)



溶媒

ワークフローのステップごとに要求される溶媒グレードは異なります。再現性の良い、正確な結果を得るためには、用途ごとに最適な溶媒グレードを選択してください。



一般的な抽出溶媒

マイコトキシン	抽出溶媒
Aflatoxins	Acetonitrile/water Methanol/water
Type A Trichothecenes	Acetonitrile/water Methanol/water
Type B Trichothecenes	Acetonitrile/water Water/PEG Chloroform/methanol
Zearalenone	Ethyl acetate Methanol Acetonitrile Chloroform and mixtures thereof
Monililformin	Methanol Acetonitrile/water Water Water/tetrabutylammonium hydroxide (TBAH)
Beauvericin	Acetonitrile/water Methanol
Ochratoxin A	Methyl <i>tert</i> -butyl ether (MTBE) Chloroform Acetonitrile/water mixtures of toluene/HCl, MgCl ₂
Fumonisin	Methanol/water (3:1) Acetonitrile/water (1:1)
Patulin	Ethyl acetate Acetone

分析用標準物質

マイコトキシン類 単一成分

* アフラトキシンの標準物質は P20 をご覧ください

備考欄記号

CRM : 認証標準物質 (CRM)

CAS.NO.	製品名	濃度/溶媒	容量	CAT.NO.	備考
50722-38-8	3-Acetyldeoxynivalenol	NEAT	5mg	32927-5MG	
	3-アセチルデオキシニバレノール	100 µg/mLアセトニトリル溶液	2mL	34132-2ML	
	3-Acetyl-d ₃ -deoxynivalenol	100 µg/mLアセトニトリル溶液	2mL	34129-2ML	
	3-アセチル-d ₃ -デオキシニバレノール				
88337-96-6	3-Acetyldeoxynivalenol- ¹³ C ₁₇	25 µg/mLアセトニトリル溶液	1mL	32962-1ML	
	3-アセチルデオキシニバレノール- ¹³ C ₁₇				
641-38-3	15-Acetyldeoxynivalenol	NEAT	5mg	32928-5MG	
	15-アセチルデオキシニバレノール	100 µg/mLアセトニトリル溶液	2mL	34133-2ML	
23452-05-3	Alternariol	NEAT	0.1mg	35758-0.1MG	
	アルテルナリオール				
25425-12-1	Alternariol-9-methyl ether	NEAT	0.1mg	35762-0.1MG	
	アルテルナリオール-9-メチルエーテル				
518-75-2	Citreoviridin A	NEAT	0.1mg	35878-0.1MG	
	シトレオビリジンA				
49150-13	Citrinin	100 µg/mL アセトニトリル溶液	1mL	35410-1ML	
	シトリニン				
51481-10-8	Deepoxy-deoxynivalenol	50 µg/mLアセトニトリル溶液	2mL	34135-2ML	
	デアポキシーデオキシニバレノール				
51481-10-8	Deoxynivalenol	NEAT	5mg	32943-5MG	
	デオキシニバレノール	200 µg/mL酢酸エチル : メタノール(95:5)溶液	1mL	CRM46911	CRM
		100 µg/mLアセトニトリル溶液	2mL	34124-2ML	
	¹³ C ₁₅ -Deoxynivalenol	25 µg/mLアセトニトリル溶液	1mL	34128-1ML	
	¹³ C ₁₅ -デオキシニバレノール				
131180-21-7	Deoxynivalenol-d ₁	100 µg/mLアセトニトリル溶液	2mL	34155-2ML	
	デオキシニバレノール-d ₁				
131180-21-7	Deoxynivalenol 3-glucoside	50 µg/mLアセトニトリル溶液	1mL	32911-1ML	
	デオキシニバレノール 3-グルコシド				
23110-15-8	Diacetoxyscirpenol	100 µg/mLアセトニトリル溶液	2mL	34137-2ML	
	ジアセトキシスシルペノール				
116355-83-0	Fumagillin	100 µg/mL アセトニトリル溶液	1mL	37017-1ML	
	フマギリン				
116355-83-0	Fumonisin B ₁	NEAT	5mg	32936-5MG	
	フモニシン B ₁	50 µg/mLアセトニトリル : 水(50:50)溶液	2mL	34139-2ML	
		25 µg/mLアセトニトリル : 水(50:50)溶液	1mL	33621-1ML	
116355-84-1	Fumonisin B ₁ - ¹³ C ₃₄				
	フモニシンB ₁ - ¹³ C ₃₄				
116355-84-1	Fumonisin B ₂	50 µg/mLアセトニトリル : 水(50:50)溶液	2mL	34142-2ML	
	フモニシン B ₂				
136379-59-4	Fumonisin B ₂ - ¹³ C ₃₄	10 µg/mLアセトニトリル : 水(50:50)溶液	1mL	32915-1ML	
	フモニシンB ₂ - ¹³ C ₃₄				
136379-59-4	Fumonisin B ₃	50 µg/mLアセトニトリル : 水(50:50)溶液	1mL	32606-1ML	
	フモニシン B ₃				
23255-69-8	Fumonisin B ₃ - ¹³ C ₃₄	10 µg/mLアセトニトリル : 水(50:50)溶液	1mL	32916-1ML	
	フモニシンB ₃ - ¹³ C ₃₄				
23255-69-8	Fusarenon X	NEAT	5mg	33438-5MG	
	フザレノン X	100 µg/mLアセトニトリル溶液	2mL	34130-2ML	
67-99-2	Gliotoxin	100 µg/mL アセトニトリル溶液	1mL	35598-1ML	
	グリオトキシン				
26934-87-2	HT-2 Toxin	100 µg/mLアセトニトリル溶液	2mL	34136-2ML	
	HT-2 トキシン				
71751-77-4	HT-2 Toxin- ¹³ C ₂₂	25 µg/mL アセトニトリル溶液	1mL	33842-1ML	
	HT-2 トキシン- ¹³ C ₂₂				
71376-34-6	Meleagrin	NEAT	0.1mg	35970-0.1MG	
	メレアグリン				
71376-34-6	Moniliformin sodium salt	100 µg/mL アセトニトリル溶液	1mL	37013-1ML	
	モニリホルミン ナトリウム塩				
	Mycophenolic acid- ¹³ C ₂₂	100 µg/mLアセトニトリル溶液	1mL	32773-1ML	
	ミコフェノール酸- ¹³ C ₂₂				

1) AOAC手法986.17及び986.16 「小麦中のデオキシニバレノール」に基づいて使用できるように調整されています。

前処理

誘導体化

分析

定性・定量

CAS.NO.	製品名	濃度/溶媒	容量	CAT.NO.	備考
36519-25-2	Neosolaniol ネオソラニオール	NEAT 100 µg/mLアセトニトリル溶液	5mg 2mL	32932-5MG 34138-2ML	
23282-20-4	Nivalenol ニバレノール	100 µg/mLアセトニトリル溶液	2mL	34131-2ML	
	Nivalenol hydrate ニバレノール 水和物	NEAT	5mg	32929-5MG	
303-47-9	Ochratoxin A オクラトキシン A	NEAT 50 µg/mLベンゼン：酢酸(99:1)溶液 10 µg/mLアセトニトリル溶液	5mg 1mL 2mL	32937-5MG CRM46912 34037-2ML-R	CRM
	Ochratoxin A-d ₅ オクラトキシン A-d ₅	100 µg/mL アセトニトリル溶液	1mL	33705-1ML	
	Ochratoxin A- ¹³ C ₂₀ オクラトキシンA- ¹³ C ₂₀	10 µg/mLアセトニトリル溶液	1mL	33416-1ML	
4825-86-9	Ochratoxin B オクラトキシン B	10 µg/mL アセトニトリル溶液	2mL	32411-2ML	
149-29-1	Patulin パツリン	NEAT 100 µg/mLクロロホルム溶液 100 µg/mLアセトニトリル溶液	5mg 1mL 2mL	32759-5MG CRM46914 34127-2ML	CRM
	Patulin- ¹³ C ₇ パツリン- ¹³ C ₇	25 µg/mL アセトニトリル溶液	1.2mL	35516-1.2ML	
57186-25-1	Paxilline パキシリン	100 µg/mL アセトニトリル溶液	1mL	35417-1ML	
163391-76-2	Stachybotrylactam スタキボトリラクタム	NEAT	0.1mg	35976-0.1MG	
	Sterigmatocystin ステリグマトシスチン	NEAT 50 µg/mLアセトニトリル溶液	5mg 1mL	32609-5MG 32986-1ML	
28540-82-1	Tentoxin テントキシン	NEAT	0.1mg	35977-0.1MG	
610-88-8	Tenuazonic acid テヌアゾン酸	NEAT	0.1mg	37018-0.1MG	
34114-99-3	T-2 Tetraol T-2 テトラオール	50 µg/mLアセトニトリル溶液	1mL	32914-1ML	
21259-20-1	T-2 Toxin T-2 トキシン	NEAT 100 µg/mLアセトニトリル溶液	5mg 2mL	33947-5MG 34071-2ML	
	T-2 Toxin- ¹³ C ₂₄ T-2 トキシン- ¹³ C ₂₄	25 µg/mLアセトニトリル溶液	1mL	33892-1ML	
34114-98-2	T-2 Triol T-2 トリオール	50 µg/mLアセトニトリル溶液	1mL	32913-1ML	
12771-72-1	Verruculogen ベルクロゲン	100 µg/mL アセトニトリル溶液	1mL	37016-1ML	
19545-26-7	Wortmannin ワートマニン	100 µg/mL アセトニトリル溶液	1mL	35441-1ML	
26538-44-3	α-Zearalanol α-ゼアララノール	10 µg/mL アセトニトリル溶液	1mL	35405-1ML	
42422-68-4	β-Zearalanol β-ゼアララノール	10 µg/mL アセトニトリル溶液	1mL	35407-1ML	
17924-92-4	Zearalenone ゼアラレノン	NEAT 50 µg/mLアセトニトリル溶液 100 µg/mLアセトニトリル溶液	5mg 1mL 2mL	32939-5MG CRM46916 34126-2ML	CRM
	Zearalenone- ¹³ C ₁₈ ゼアラレノン- ¹³ C ₁₈	25 µg/mLアセトニトリル溶液	1mL	32758-1ML	
36455-72-8	α-Zearalenol α-ゼアラレノール	10 µg/mL アセトニトリル溶液	1mL	35406-1ML	
71030-11-0	β-Zearalenol β-ゼアラレノール	10 µg/mL アセトニトリル溶液	1mL	35409-1ML	

- 2) AOAC手法973.37 「大麦中のオクラトキシン」に基づいて使用できるよう調整されています。
- 3) AOAC手法974.18 「リンゴジュース中のパツリン」に基づいて使用できるよう調整されています。
- 4) AOAC手法976.22 「トウモロコシ中ゼアラレノンの検出」、手法985.18「トウモロコシ中のゼアラレノンと α-ゼアラレノールの定量」に基づいて使用できるように調整されています。

マイコトキシン類 混合標準物質

製品名/成分	溶媒	容量	CAT.NO.	備考
B-トリコデセンMix 3-Acetyldeoxynivalenol Deoxynivalenol	15-Acetyldeoxynivalenol Nivalenol	100 µg/mLアセトニトリル溶液	2mL	34134-2ML
A+B-トリコデセン&ゼアラレノン混合液 3-Acetyldeoxynivalenol Nivalenol HT-2 Toxin Diacetoxyscirpenol	Deoxynivalenol Fusarenol X T-2 Toxin Zearalenone	10 µg/mL アセトニトリル溶液	1mL	32926-1ML
フモニシン混合液 Fumonisin B ₁	Fumonisin B ₂	50 µg/mLアセトニトリル：水(50:50)	2mL	34143-2ML

アフラトキシン / マイコトキシン IRMM® 認証標準物質

IRMM（標準物質・計測研究所）は、EC（欧州委員会）の総局である JRC（共同研究センター）の研究機関で、BCR^{*}、IRMM、ERM^{*} の認証標準物質を提供しています。この標準物質は ISOGuide 34、35 を踏まえ、EC のガイドラインに従って生産されています。

製品名	認証値	容量	CAT.NO.	備考
Aflatoxin B ₁ in acetonitrile アフラトキシンB ₁ アセトニトリル溶液	Certified value : 3.79 ± 0.11 µg/g Indicative value : 2.97 ± 0.09 µg/mL	4mL	ERMAC057-4ML	CRM
Aflatoxin B ₂ in acetonitrile アフラトキシンB ₂ アセトニトリル溶液	Certified value : 3.80 ± 0.08 µg/g Indicative value : 2.98 ± 0.06 µg/mL	4mL	ERMAC058-4ML	CRM
Aflatoxin G ₁ in acetonitrile アフラトキシンG ₁ アセトニトリル溶液	Certified value : 3.78 ± 0.13 µg/g Indicative value : 2.96 ± 0.10 µg/mL	4mL	ERMAC059-4ML	CRM
Aflatoxin G ₂ in acetonitrile アフラトキシンG ₂ アセトニトリル溶液	Certified value : 3.80 ± 0.07 µg/g Indicative value : 2.98 ± 0.06 µg/mL	4mL	ERMAC060-4ML	CRM
Aflatoxin M ₁ in chloroform アフラトキシンM ₁ クロロホルム溶液	Indicative value : 9.93 µg/mL	2.5mL	BCR423RM-2.5ML	CRM
Zearalenone in acetonitrile ゼアラレノン アセトニトリル溶液	Certified value : 9.95 ± 0.30 µg/mL	4mL	ERMAC699-4ML	CRM
4-Deoxynivalenol in acetonitrile 4-デオキシニバレノール アセトニトリル溶液	Certified value : 25.1 ± 1.2 µg/g Indicative value : 19.7 ± 0.9 µg/mL	4mL	IRMM315-1EA	CRM
Nivalenol in acetonitrile ニバレノール アセトニトリル溶液	Certified value : 24.0 ± 1.1 µg/g Indicative value : 18.8 ± 0.9 µg/mL	4mL	IRMM316-1EA	CRM

マトリクス	認証値	容量	CAT.NO.	備考	
Defatted peanut meal 脱脂ピーナッツ粉	Aflatoxin B ₁ , blank Certified value:<3 µg/kg	100g	BCR262R-100G		
	Aflatoxin B ₁ , high level Certified value:206 ± 13 µg/kg	150g	BCR264-150G		
	Certified value: Aflatoxin B ₁ 17.1 ± 2.4 µg/kg Aflatoxin B ₂ 3.0 ± 0.4 µg/kg Aflatoxin G ₁ 3.0 ± 0.5 µg/kg	Indicative value: Aflatoxin G ₂ 0.62 ± 0.21 µg/kg Sum of B ₁ , B ₂ , G ₁ , G ₂ 23.7 ± 2.5 µg/kg	100g	BCR263R-100G	
	Aflatoxin low level Certified value: Aflatoxin B ₁ <0.2 µg/kg Aflatoxin B ₂ <0.2 µg/kg	Aflatoxin G ₁ <0.2 µg/kg Aflatoxin G ₂ <0.2 µg/kg	100g	BCR401R-1EA	
Peanut butter ピーナッツバター	Aflatoxin high level Certified value: Aflatoxin B ₁ 1.77 ± 0.30 µg/kg Aflatoxin B ₂ 0.48 ± 0.08 µg/kg Aflatoxin G ₁ 0.9 ± 0.4 µg/kg	Aflatoxin G ₂ 0.30 ± 0.12 µg/kg Sum of B ₁ , B ₂ , G ₁ ,G ₂ 3.5 ± 0.5 µg/kg	100g	BCR385R-1EA	
	Aflatoxin B ₁ , very low level blank Certified value: <1 µg/kg		50g	BCR375-50G	
Compound feed 合成飼料	Certified value: Aflatoxin B ₁ 12.9 ± 1.8 µg/kg Aflatoxin B ₂ 0.68 ± 0.10 µg/kg	Aflatoxin G ₁ 5.2 ± 0.8 µg/kg	2x75g	ERMBE376-2X75G	
	Deoxynivalenol, very low level blank Certified value: <0.05 mg/kg		150g	BCR377-150G	
Maize トウモロコシ	Zearalenone, very low level ZON Certified value: <5 µg/kg		60g	ERMBC716-60G	
	Zearalenone, very low level ZON Certified value: 83 ± 9 µg/kg		60g	ERMBC717-60G	

アフラトキシン標準物質

カビ毒(アフラトキシン・マイコトキシン)の標準物質の一部が、信頼性確保に不可欠なISO Guide34 とISO 17025の認証に基づいて作成された、**認証標準物質(CRM)**へ仕様が変更となりました。

アフラトキシン混合標準物質

製品名	溶媒	容量	CAT.NO.	備考
Japanese Aflatoxin Mixture	アセトニトリル溶液	1mLx5本	CRM40139	CRM
B ₁ :25 µg/mL G ₁ :25 µg/mL B ₂ :25 µg/mL G ₂ :25 µg/mL				
Aflatoxin Mix 4成分	ベンゼン：アセトニトリル(98:2)溶液	1mLx5本	CRM46300	CRM
B ₁ :1 µg/mL G ₁ :1 µg/mL B ₂ :0.3 µg/mL G ₂ :0.3 µg/mL	メタノール溶液	1mLx5本	CRM46304	CRM
	メタノール溶液	5mLx1本	CRM46303	CRM
*AOAC手法970.44の規格に基づいて使用できるよう調整されています。				
Aflatoxin Mix 4成分	アセトニトリル溶液	1mL	34036-1ML-R	
B ₁ :2 µg/mL G ₁ :2 µg/mL B ₂ :0.5 µg/mL G ₂ :0.5 µg/mL				
Aflatoxin Mix 4成分	アセトニトリル溶液	2mL	33415-2ML	
B ₁ :20 µg/mL G ₁ :20 µg/mL B ₂ :20 µg/mL G ₂ :20 µg/mL				

アフラトキシン単成分

CAS.NO.	製品名	濃度/溶媒	容量	CAT.NO.	備考
1162-65-8	Aflatoxin B ₁ アフラトキシン B ₁	NEAT 3 µg/mLベンゼン：アセトニトリル(98:2)溶液 20 µg/mLメタノール溶液 2 µg/mLアセトニトリル溶液	5mg 1mL 1mL 2mL	32754-5MG CRM46323 CRM44647 34029-2ML-R	 CRM CRM
7220-81-7	Aflatoxin B ₂ アフラトキシン B ₂	NEAT 3 µg/mLベンゼン：アセトニトリル(98:2)溶液 0.5 µg/mLアセトニトリル溶液	5mg 1mL 2mL	32755-5MG CRM46324 34034-2ML-R	 CRM
1165-39-5	Aflatoxin G ₁ アフラトキシン G ₁	NEAT 3 µg/mLベンゼン：アセトニトリル(98:2)溶液 2 µg/mLアセトニトリル溶液	5mg 1mL 2mL	32756-5MG CRM46325 34032-2ML-R	 CRM
7241-98-7	Aflatoxin G ₂ アフラトキシン G ₂	NEAT 3 µg/mLベンゼン：アセトニトリル(98:2)溶液 0.5 µg/mLアセトニトリル溶液	5mg 1mL 2mL	32757-5MG CRM46326 34033-2ML-R	 CRM
6795-23-9	Aflatoxin M ₁ アフラトキシン M ₁	10 µg/mLアセトニトリル溶液 0.5 µg/mLアセトニトリル溶液	1mL 2mL	CRM46319 34031-2ML-R	CRM

アフラトキシン単成分 キット (試薬グレード) * 標準物質グレードではありません

製品名	容量	CAT.NO.	備考
AflatoxinB1 AflatoxinB2 AflatoxinG1 AflatoxinG2	各1mg	AF1-1KT	

アフラトキシン 安定同位体

CAS.NO.	製品名	濃度/溶媒	容量	CAT.NO.	備考
	Aflatoxin B ₁ - ¹³ C ₁₇ アフラトキシン B ₁ - ¹³ C ₁₇	0.5 µg/mLアセトニトリル溶液	1mL	32764-1ML	
	Aflatoxin B ₂ - ¹³ C ₁₇ アフラトキシン B ₂ - ¹³ C ₁₇	0.5 µg/mLアセトニトリル溶液	1mL	32771-1ML	
	Aflatoxin G ₁ - ¹³ C ₁₇ アフラトキシン G ₁ - ¹³ C ₁₇	0.5 µg/mLアセトニトリル溶液	1mL	32772-1ML	
	Aflatoxin G ₂ - ¹³ C ₁₇ アフラトキシン G ₂ - ¹³ C ₁₇	0.5 µg/mLアセトニトリル溶液	1mL	32777-1ML	

© 2015 Sigma-Aldrich Co. LLC. All rights reserved. SIGMA, SAFC, SIGMA-ALDRICH, ALDRICH, and SUPELCO are trademarks of Sigma-Aldrich Co. LLC, registered in the US and other countries. FLUKA is a trademark of Honeywell Specialty Chemicals Seelze GmbH. SAFC brand products are sold through Sigma-Aldrich, Inc. Purchaser must determine the suitability of the product(s) for their particular use. Additional terms and conditions may apply. Please see product information on the Sigma-Aldrich website at sigma-aldrich.com. Ascentis and SupelMIP are registered trademarks of Sigma-Aldrich Co. LLC. CHROMASOLV is a registered trademark of Sigma-Aldrich Laborchemikalien GmbH. Supel, Sylon, Visidry and Visiprep are trademarks of Sigma-Aldrich Co. LLC. Agilent is a registered trademark of Agilent Technologies, Inc. Fused-Core is a registered trademark of Advanced Materials Technology, Inc. BCR, ERM and IRMM are registered trademark of European Commission. デルリンはデュポン株式会社の登録商標です。

本記事の製品および情報は2015年5月1日現在の情報であり、収載の品目、製品情報、価格等は予告なく変更される場合がございます。／最新の情報は、弊社Web サイト (sigma-aldrich.com/japan)をご覧ください。／掲載価格は希望納入価格(税別)です。詳細は販売代理店様へご確認ください。／弊社の試薬は試験研究用のみを目的として販売しております。医薬品原料並びに工業用原料等としてご購入の際は、こちらのWeb サイト(sigma.com/safc-jp)をご覧ください。

SIGMA-ALDRICH®
シグマ アルドリッチ ジャパン
<http://www.sigma-aldrich.com/japan>

お問い合わせは下記代理店へ