

うなぎ蒲焼き中エンロフロキサシンの分析

Analysis of Enrofloxacin in Broiled Eels

エンロフロキサシンは、ニューキノロン系合成抗菌剤の1種であり、牛や豚の肺炎や大腸菌性下痢症の予防および治療に用いられていますが、わが国では養殖魚への使用は認められていません。

エンロフロキサシンの残留分析法としては、「うなぎにおけるエンロフロキサシンの分析法について」(平成15年6月5日付厚生労働省食監発第0605002号)として通知さ

れており、蛍光検出器を用いたHPLC法とエレクトロスプレーイオン化(ESI)を用いたLC/MS法が併記されています。

ここでは市販のうなぎ蒲焼き(白焼き)を本分析法に準拠して、HPLCおよびLC/MSにより分析した例についてご紹介します。

T.Yamaguchi

標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

Fig.1にエンロフロキサシンの構造式を示します。ニューキノロン系合成抗菌剤の構造の特徴として、3位にカルボキシル基、4位にカルボニル基、また6位にフッ素を持っており、抗菌活性を発揮する上では前者2つの部位が必須となります。ニューキノロン系合成抗菌剤は、UV検出器でも測定できますが、自然蛍光の性質をもつため、HPLCで高感度分析する上では蛍光検出器が用いられます。

Fig.2にエンロフロキサシン標準液(5 μ g/L, 50 μ g/L, 100 μ g/L)を5 μ L注入したクロマトグラムを示します。また、Table 1に本分析方法に準拠したHPLC分析条件を示します。

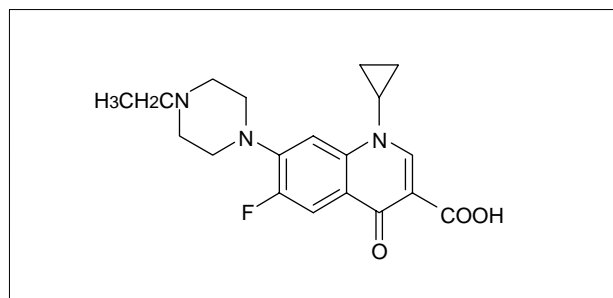


Fig.1 エンロフロキサシンの構造式
Structure of Enrofloxacin

Table 1 分析条件
Analytical Conditions for HPLC

Column	: Shim-pack VP-ODS(150mmL. \times 4.6mmI.D.)
Mobile Phase	: A: McIlvain buffer (pH=3.0) B: Acetonitrile A/B=85/15 (v/v)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Injection Vol.	: 5 μ L
Column Temp.:	40 $^{\circ}$ C
Detection	: RF-10Axl Super (Cell Temperature 25 $^{\circ}$ C) Ex at 285nm, Em at 460nm

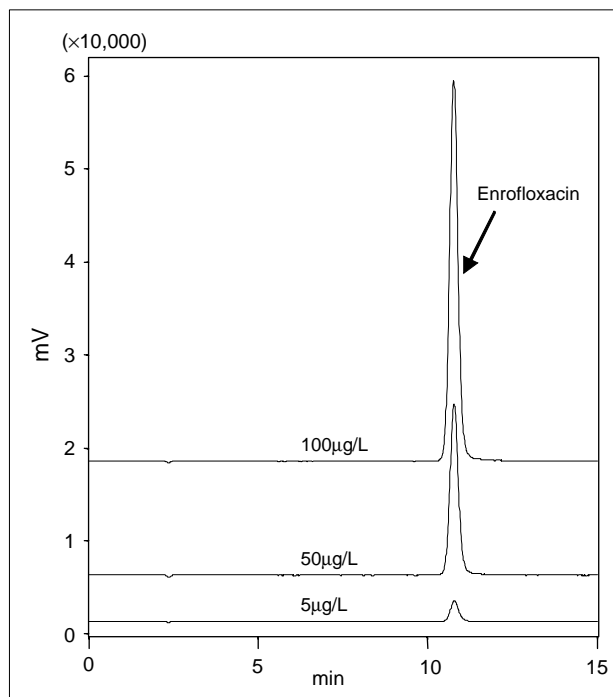


Fig.2 エンロフロキサシンのクロマトグラム
Chromatograms of Enrofloxacin

うなぎ蒲焼きの分析 (HPLC)

Analysis of Broiled Eels by HPLC

Fig.3に分析法記載のうなぎ蒲焼き前処理手順を示します。Fig.4に市販されている蒲焼きをFig.3に沿って前処理後、その5 μ Lを注入した結果を示します。また、Fig.5にはエンロフロキサシンが50 μ g/Lとなるよううなぎ蒲焼き

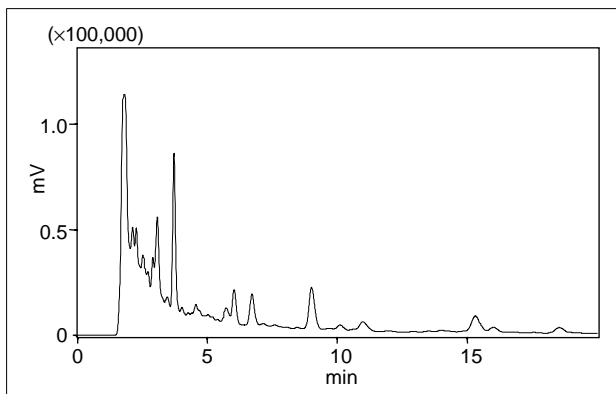


Fig.4 うなぎ蒲焼きのクロマトグラム
Chromatogram of Broiled Eels

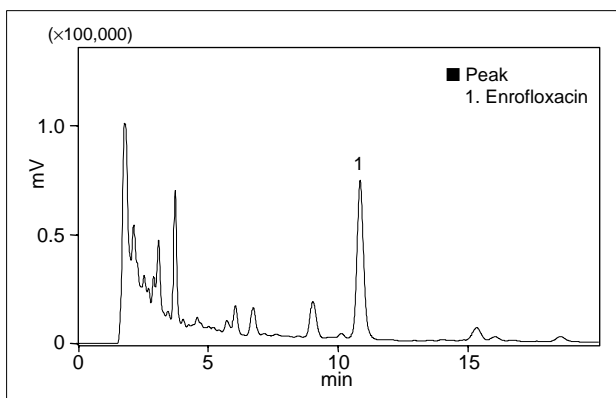


Fig.5 うなぎ蒲焼き(エンロフロキサシン50 μ g/L添加)のクロマトグラム
Chromatogram of Broiled Eels(Enrofloxacin spiked 50 μ g/L)

うなぎ蒲焼きの分析 (LC/MS)

Analysis of Broiled Eels by LC/MS

Fig.6にLC/MS ESIポジティブモードによるうなぎ蒲焼きの分析例を示します。破線が前処理試料で、実線がエンロフロキサシンを50 μ g/L添加したSIMクロマトグラム(分子量359)です。 m/z 360がエンロフロキサシンのブ

Table 2 分析条件
Analytical Conditions for LC/MS

Column	: Shim-pack VP-ODS(150mmL. \times 2.0mmI.D.)
Mobile Phase A	: 0.1% Formic Acid-water
Mobile Phase B	: 90% Acetonitrile-water containing 0.1% formic acid
Time Prog.	: 0% B(0min) \rightarrow 100% B(20-25min) \rightarrow 0% B(25.01-35min)
Flow Rate	: 0.2 mL/min
Injection Vol.	: 10 μ L
Column Temp.	: 40 $^{\circ}$ C
Ionization Mode	: ESI-Positive
Applide Voltage	: 4.5kV
Nebulizer Gas Flow	: 1.5L/min
Drying Gas	: 0.15MPa
CDL Temp.	: 200 $^{\circ}$ C
Heat Block Temp.	: 200 $^{\circ}$ C
Selected Ion Mass Number	: m/z 360

に添加し、同様に分析した場合のクロマトグラムを示します。

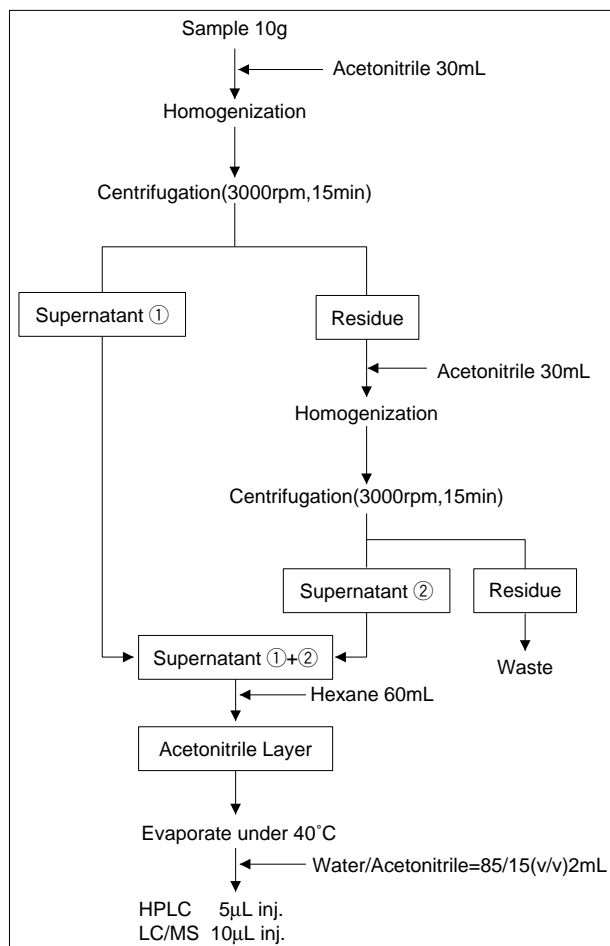


Fig.3 前処理手順
Sample Preparation

ロトン化分子です。Table 2にLC/MSの分析条件の詳細を示します。

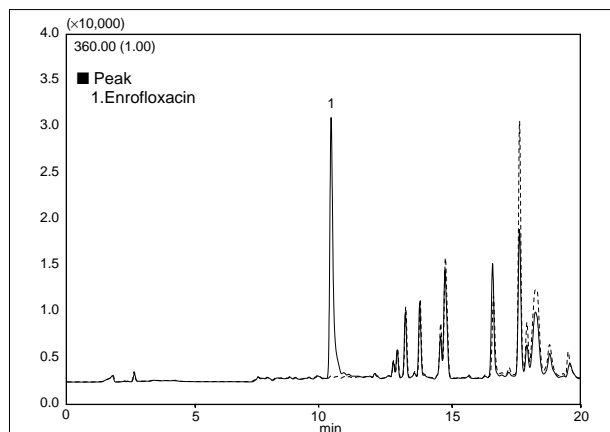


Fig.6 うなぎ蒲焼き(エンロフロキサシン50 μ g/L添加)のSIMクロマトグラム
SIM Chromatogram of Broiled Eels(Enrofloxacin spiked 50 μ g/L)

初版発行：2004年7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。