

“Prominence RF-20Axs” 蛍光検出器の応用（その 8） ピリミカーブ、テトラサイクリン、オキシテトラサイクリン、 オルトフェニルフェノール、ジフェニルの高感度分析

Applications by the "Prominence RF-20Axs" Fluorescence Detector (Part 8)
Analysis of Pirimicarb, Tetracycline, Oxytetracycline, *o*-Phenylphenol,
and Diphenyl at High Sensitivity

蛍光検出器は感度および選択性の高さから、食品ポジティブリスト制度に基づく食品に残留する農薬等の個別試験法¹⁾にも用いられています。

ここでは、“Prominence RF-20Axs”蛍光検出器を用いた、

個別試験法によるピリミカーブ、テトラサイクリン、オキシテトラサイクリン、オルトフェニルフェノール、ジフェニルの高感度分析例をご紹介します。

A. Yamamoto Y. Hirao

■ピリミカーブの分析

Analysis of Pirimicarb

ピリミカーブ (Fig. 1) は、*N*-メチルカルバメート系農薬のひとつで、主に殺虫剤として用いられます。*N*-メチルカルバメート系農薬の分析には、ポストカラム蛍光誘導体化法が用いられますが（「アプリケーションニュース No. L399」参照）、ピリミカーブについては、自然蛍光による直接検出を行います。

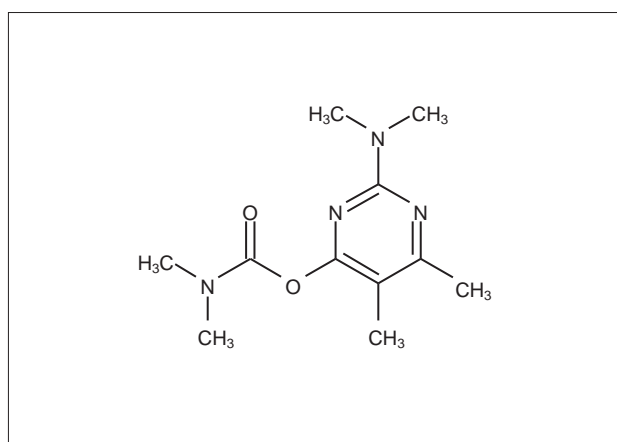


Fig. 1 ピリミカーブの構造式
Structure of Pirimicarb

Fig. 2に、ピリミカーブ標準溶液 (0.1 μg/L, メタノール溶解後、希塩酸で希釈) のクロマトグラムを、Table 1に分析条件を示します。個別試験法「試料溶液の調製」の手順に基づく定量限界濃度は、「抽出法(1)」で4.5 μg/L、「抽出法(2)」で1.4 μg/Lとなります。

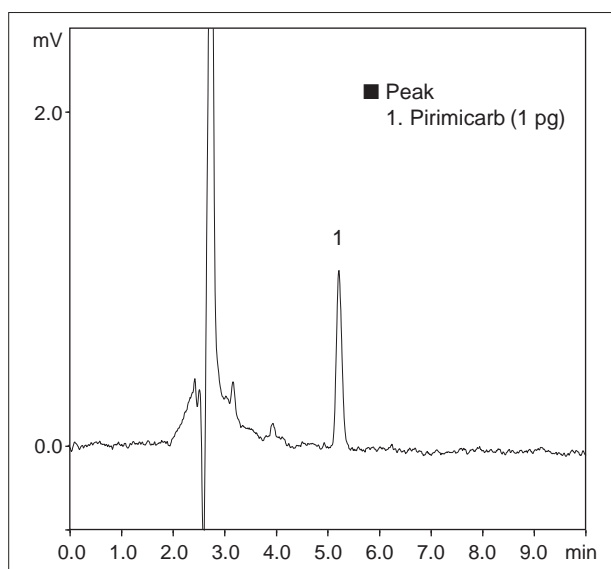


Fig. 2 ピリミカーブのクロマトグラム (0.1 μg/L, 10 μL注入)
Chromatogram of Pirimicarb (0.1 μg/L, 10 μL injected)

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (250 mm L. × 4.6 mm I.D., 4.6 μm)
Mobile Phase	: Water / Methanol / Phosphate buffer = 1 / 7 / 2 (v/v/v)
Flow Rate	: 1.1 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Volume	: 10 μL
Detection	: RF-20Axs Ex. at 312 nm, Em. at 382 nm
Cell Temp.	: 20 °C

■テトラサイクリンおよびオキシテトラサイクリンの分析

Analysis of Tetracycline and Oxytetracycline

テトラサイクリンおよびオキシテトラサイクリンなどのテトラサイクリン系抗生物質は、動物医薬品として使用されています。

Fig. 3に、テトラサイクリンおよびオキシテトラサイクリン混合標準溶液（各々10 µg/L, 15 µg/L, メタノールで溶解後、1.36%りん酸一カリウム水溶液で希釈）のクロマトグラムを、Table 2に分析条件を示します。個別試験法「試料溶液の調製」の手順に基づく定量限界濃度は、各100 µg/Lとなります。

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Phenomenex Gemini-NX 5 µm C18 110Å (150 mm L. × 4.6 mm I.D., 5 µm)
Mobile Phase	: Imidazole buffer * / Methanol = 17 / 3 (v/v) * Imidazole 68.08 g + EDTA-2Na 0.37 g + Magnesium acetate 10.72 g, pH 7.2 adjusted with Acetic acid in 1000 mL Water
Flow Rate	: 0.8 mL/min
Column Temp.	: 30 °C
Injection Volume	: 10 µL
Detection	: RF-20Axs Ex. at 380 nm, Em. at 520 nm
Cell Temp.	: 30 °C

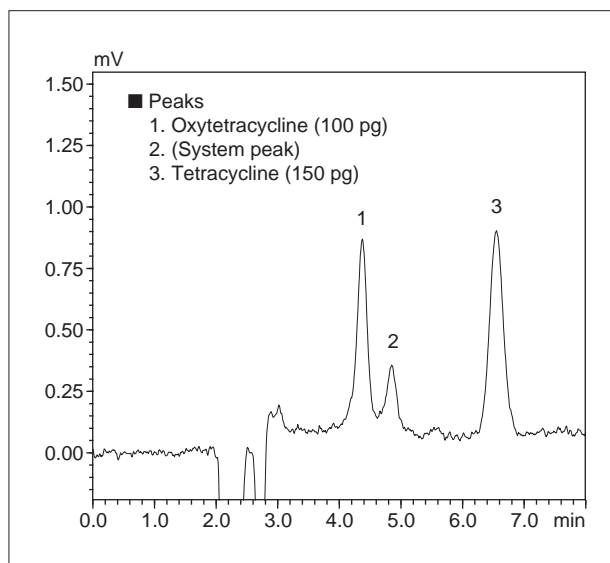


Fig. 3 オキシテトラサイクリン (10 µg/L) およびテトラサイクリン (15 µg/L) のクロマトグラム (10 µL注入)
Chromatogram of a Standard Mixture of Oxytetracycline (10 µg/L) and Tetracycline (15 µg/L) (10 µL injected)

■オルトフェニルフェノールおよびジフェニルの分析

Analysis of o-Phenylphenol and Diphenyl

オルトフェニルフェノール (OPP) およびジフェニルは、柑橘類に使用される防かび剤です。

Fig. 4に、OPPおよびジフェニル混合標準溶液（各々5 µg/L, 10 µg/L, メタノールで溶解後、移動相で希釈）のクロマトグラムを、Table 3に分析条件を示します。個別試験法「試料溶液の調製」の手順に基づく定量限界濃度（穀類）は、OPP 50 µg/L, ジフェニル 100 µg/Lとなります。

Table 3 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (150 mm L. × 4.6 mm I.D., 4.6 µm)
Mobile Phase	: Acetonitrile / Water / Methanol = 1 / 7 / 12 (v/v/v) containing 10 mmol/L Sodium dodecyl sulfate, pH 2.3 adjusted with Phosphoric acid
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Volume	: 10 µL
Detection	: RF-20Axs Ex. at 285 nm, Em. at 325 nm
Cell Temp.	: 30 °C

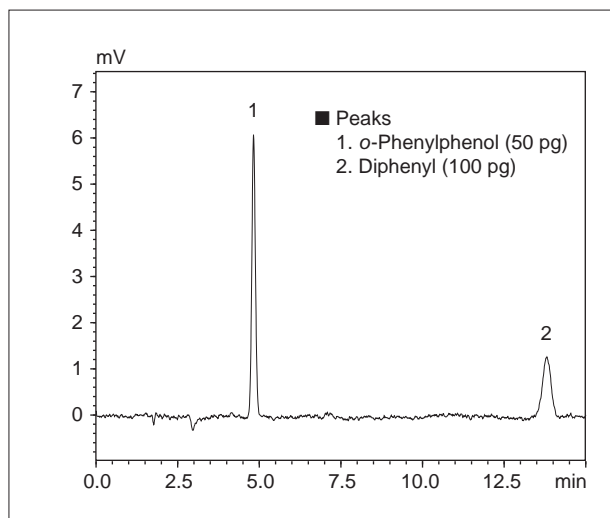


Fig. 4 オルトフェニルフェノール(5 µg/L)およびジフェニル(10 µg/L)のクロマトグラム(10 µL注入)
Chromatogram of a Standard Mixture of o-Phenylphenol (5 µg/L) and Diphenyl (10 µg/L) (10 µL injected)

[参考文献]

- 1)「食品に残留する農薬、飼料添加物又は動物用医薬品の成分である物質の試験法について」(平成17年1月24日厚生労働省食安発第0124001号) (別添) [最終更新平成22年8月2日]

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。