

Application News

No.L510A

高速液体クロマトグラフィー
High Performance Liquid Chromatography

合成抗菌剤スクリーニングシステムによる 食肉中の残留合成抗菌剤分析 (その2)

Analysis of Residual Antimicrobials in Meat by Antimicrobial Screening System (Part 2)

合成抗菌剤は動物用医薬品および飼料添加物の一種で、畜水産物に対して、疾病の治療や予防のために用いられています。これらは意図せず畜水産物に残留している場合が多く、人が安心して食することができるように人の健康に害を与えない量を考慮して基準値が設定されています。

近年、各国で違反事例の報告も絶えず、検査対象成分も多いため、迅速に簡便にスクリーニングできることが求められています。

アプリケーションニュース No. L509 では、合成抗菌剤スクリーニングシステムを使用した、キノロン剤 12 成分のスクリーニング分析例をご紹介しました。本アプリケーションでは、サルファ剤を含む抗菌剤 12 成分を分析対象としたスクリーニング分析例をご紹介します。

N. Iwata

■前処理プロトコル

Procedure of Sample Preparation

一般的に食肉中の残留合成抗菌剤分析は液/液抽出による(場合によっては、固相抽出を組み合わせた)前処理法が採用されていますが、手間がかかります。今回は、時間短縮などの効率化を図った QuEChERS 法を採用しました。QuEChERS 法は野菜・果物の残留農薬分析などの前処理法として利用されています。

QuEChERS 法による抽出および脱脂の後、濃縮乾固、再溶解することにより、試料溶液を調製しました。Table 1 に対象成分の MRL (最大残留基準: Maximum Residue Limit) および前処理後の試料溶液濃度を、Fig. 1 に前処理プロトコルを示します。前処理法の詳細は取扱説明書をご参照ください。

Table 1 スクリーニング対象成分の MRL と試料溶液濃度
Maximum Residue Limits and Sample Solution
Concentration of Screening Target Compounds

成分名	MRL (mg/kg)	試料溶液濃度 (mg/L)
1 Sulfadiazine	0.01	0.025
2 Sulfamerazine	0.01	0.025
3 Sulfadimidine	0.01	0.025
4 Sulfamonomethoxine	0.01	0.025
5 Trimethoprim	0.01	0.025
6 Sulfamethoxazole	0.01	0.025
7 Ormetoprim	0.01	0.025
8 Sulfadimethoxine	0.01	0.025
9 Sulfaquinoxaline	0.01	0.025
10 Pyrimethamine	0.01	0.025
11 Difurazon	0.01	0.025
12 Nicarbazin ^{*1}	0.01	0.025

*1: ナイカルバジンの主成分である N, N'-Bis(4-nitrophenyl) urea としての濃度となります。

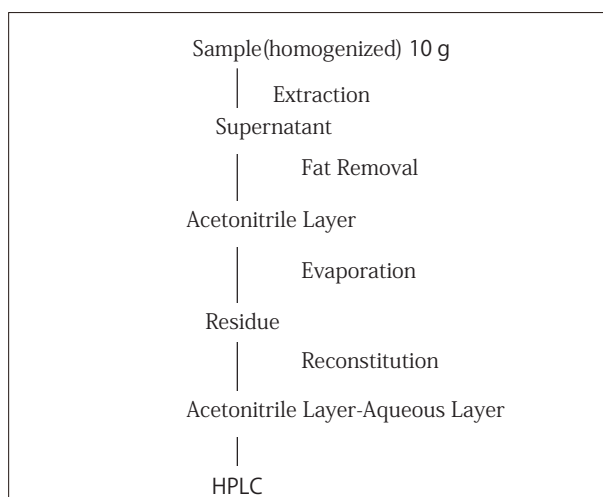


Fig. 1 前処理プロトコル
Procedure of Sample Preparation

■食肉中サルファ剤を含む抗菌剤の分析

Analysis of Antimicrobials including Sulfonamides in Meat

サンプルは鶏肉と牛肉を用いました。Table 2 に分析条件を示します。前処理後のマトリクス溶液 (青線)、マトリクス溶液に標準溶液を添加したマトリクス標準溶液 (赤線)、および標準溶液 (黒線) のクロマトグラムを Fig. 2 に示します。

マトリクス標準溶液は、サルファ剤を含む抗菌剤が 0.01 mg/kg になるよう、標準溶液を添加しました。標準溶液は Table 1 に記載の試料溶液濃度になるように調製しました。

いずれの成分も、i-Series 内蔵のフォトダイオードアレイ (PDA) 検出器 (6 波長) で検出しました。この分析条件では、約 25 分で 12 成分全てを分離、溶出しました。

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

System	: LC-2040C 3D
Column	: Shim-pack FC-ODS (150 mm L. x 4.6 mm I.D., 3 μm)
Mobile Phase	: A) 20 mM (Sodium) Phosphate Buffer containing 0.1 M Sodium Perchlorate B) Acetonitrile/Methanol=80/20
Time Program	: Gradient Elution
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 50 °C
Injection Volume	: 20 μL
Detection	: 240 nm 270 nm 280 nm 285 nm 350 nm 380 nm
Cell Temp.	: 40 °C

■スペクトライブラリによる類似度計算

Similarity Calculation by UV Spectral Library

本アプリケーションニュースの分析対象成分はいずれも、保持時間だけでなく UV スペクトルを用いた定性が可能です。ライブラリのスペクトルとの類似度を確認することもできます。Fig. 3 は基準濃度の標準溶液を牛肉マトリクスに添加した溶液におけるスルファキノキサリンの UV スペクトルです。ライブラリのスペクトルとの類似度は 0.997 でした。

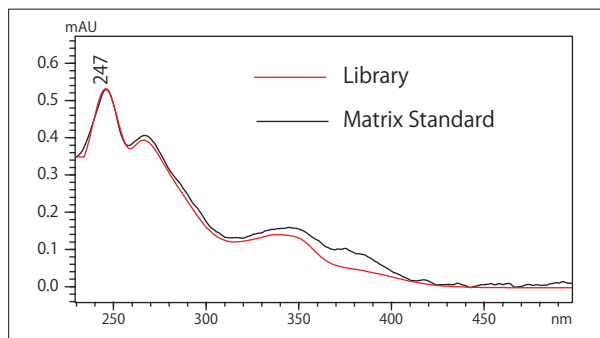


Fig. 3 スルファキノキサリンのスペクトル
Spectra of Sulfaquinoxaline

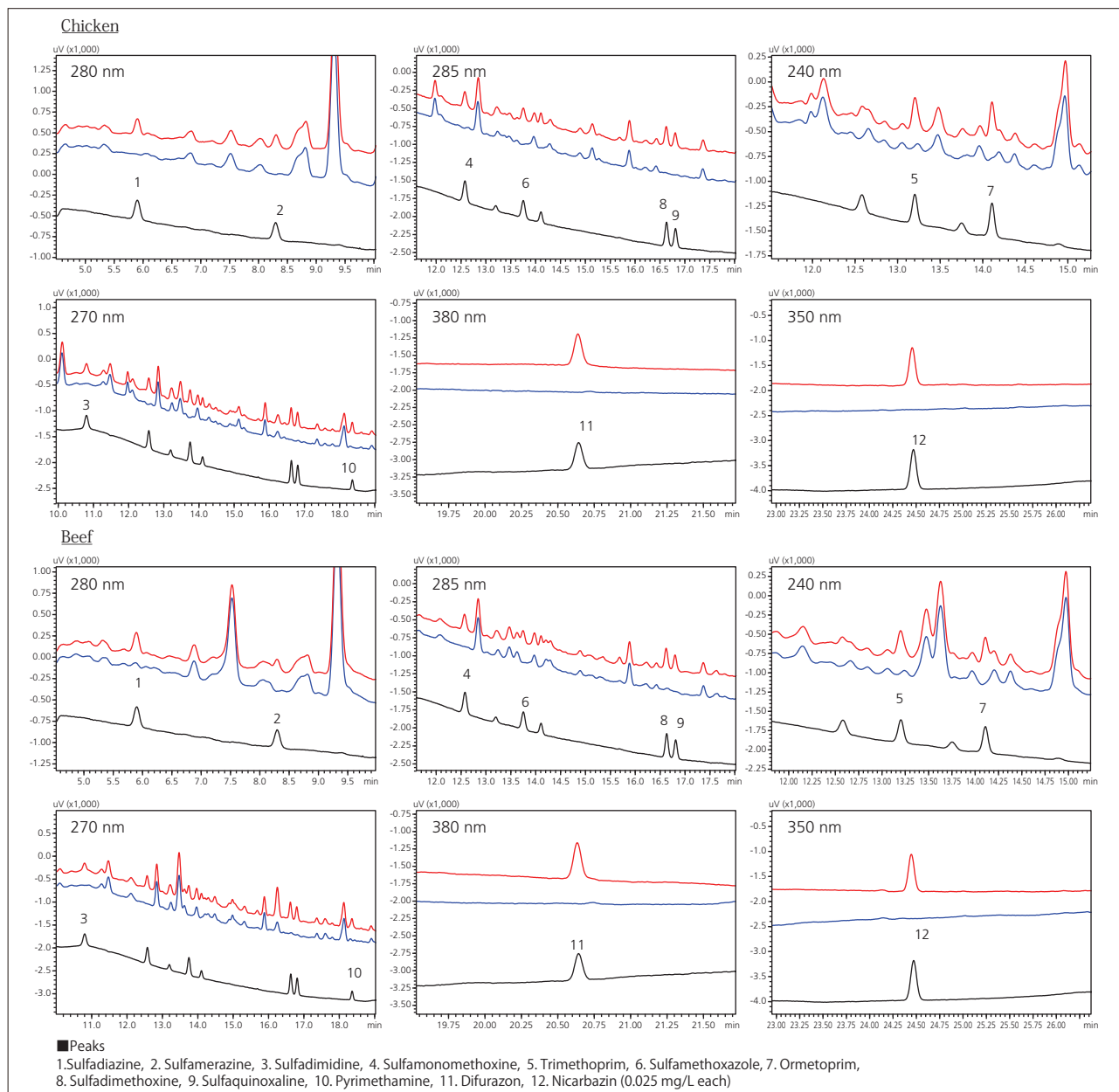


Fig. 2 鶏肉、牛肉のクロマトグラム (赤線) マトリクス標準溶液, (青線) マトリクス溶液, (黒線) 標準溶液
Chromatograms of Chicken and Beef (Red Line) Matrix Standard, (Blue Line) Matrix, (Black Line) Neat Standard

[注意事項]

本スクリーニングシステムはNexera-i(LC-2040C 3D)専用です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

A改訂版発行：2017年3月

初版発行：2016年8月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(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。