

トリプル四重極型LC/MS/MSを用いた鮭中マラカイトグリーンの分析

Analysis of Malachite Green Using Triple Quadrupole LC/MS/MS [LCMS-8030]

マラカイトグリーンは繊維・紙などの工業用染料として使用されている他、日本では合成抗菌剤として観賞魚の水カビ病の治療などに使用されていますが、その発がん性や遺伝毒性、また、代謝物であるロイコマラカイトグリーンの残留性が問題視されていることから、薬事法に基づき養殖水産動物への使用は禁止されています。1981年には米国で、2002年にはEU諸国や中国でも食用関連への使用が禁止されていますが、安価で効果的であり、また、容易に入手で

きることから、うなぎや鮭などの養殖魚からの検出例が後を絶たず、世界的にモニタリングが強化されています。

ここでは、マラカイトグリーン、ロイコマラカイトグリーンについてLCMS-8030での定量性を確認し、さらに実試料として鮭の抽出溶液を用いて添加回収測定を行った結果をご紹介します。

K.Arakawa

■最適化と定量性の確認

MRM Optimization and Quantitative Analysis

マラカイトグリーン、マラカイトグリーン-d5、ロイコマラカイトグリーン、ロイコマラカイトグリーン-d6について最適化を行い、プロダクトイオン（定量イオンと確認イオン）とコリジョ

ンエネルギーを決定しました。Figs. 1-2に各々のプロダクトイオンマススペクトルと内部標準法を用いた検量線を示しました。0.5-50 ng/mLの範囲で良好な直線性が得られました。

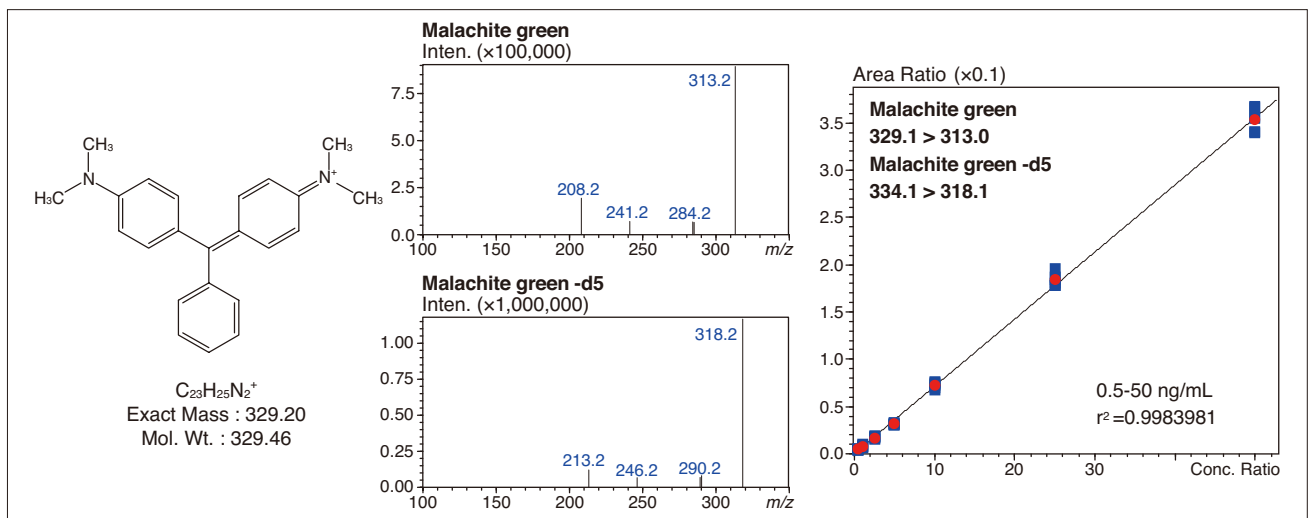


Fig. 1 マラカイトグリーンのプロダクトイオンマススペクトルと検量線
Product Ion Mass Spectra and Calibration Curve of Malachite Green

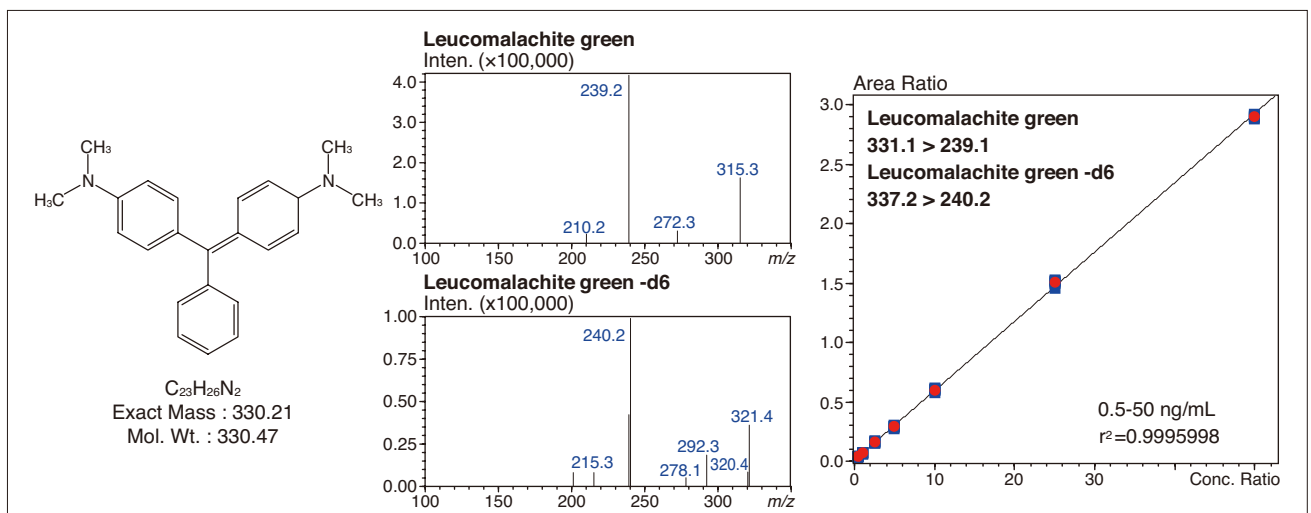


Fig. 2 ロイコマラカイトグリーンのプロダクトイオンマススペクトルと検量線
Product Ion Mass Spectra and Calibration Curve of Leucomalachite Green

厚生労働省「マラカイトグリーン試験法」に基づき前処理を行った鮭抽出液にマラカイトグリーンおよびロイコマラカイトグリーンの標準試料を10 ng/mL相当になるよう添加し、LC/MS/MS分析を行いました。Fig. 3に標準試料添加鮭抽出液のMRMクロマトグラムを、Table 1に標準試料および標準試料添加鮭抽出液のn=6におけるピーク面積比および回収率を示しました。ばらつきが少なく、良好な回収率が得られたことから、マトリクスの影響を受けることなく10 ng/mLの定量ができることがわかります。

トグラムを、Table 1に標準試料および標準試料添加鮭抽出液のn=6におけるピーク面積比および回収率を示しました。ばらつきが少なく、良好な回収率が得られたことから、マトリクスの影響を受けることなく10 ng/mLの定量ができることがわかります。

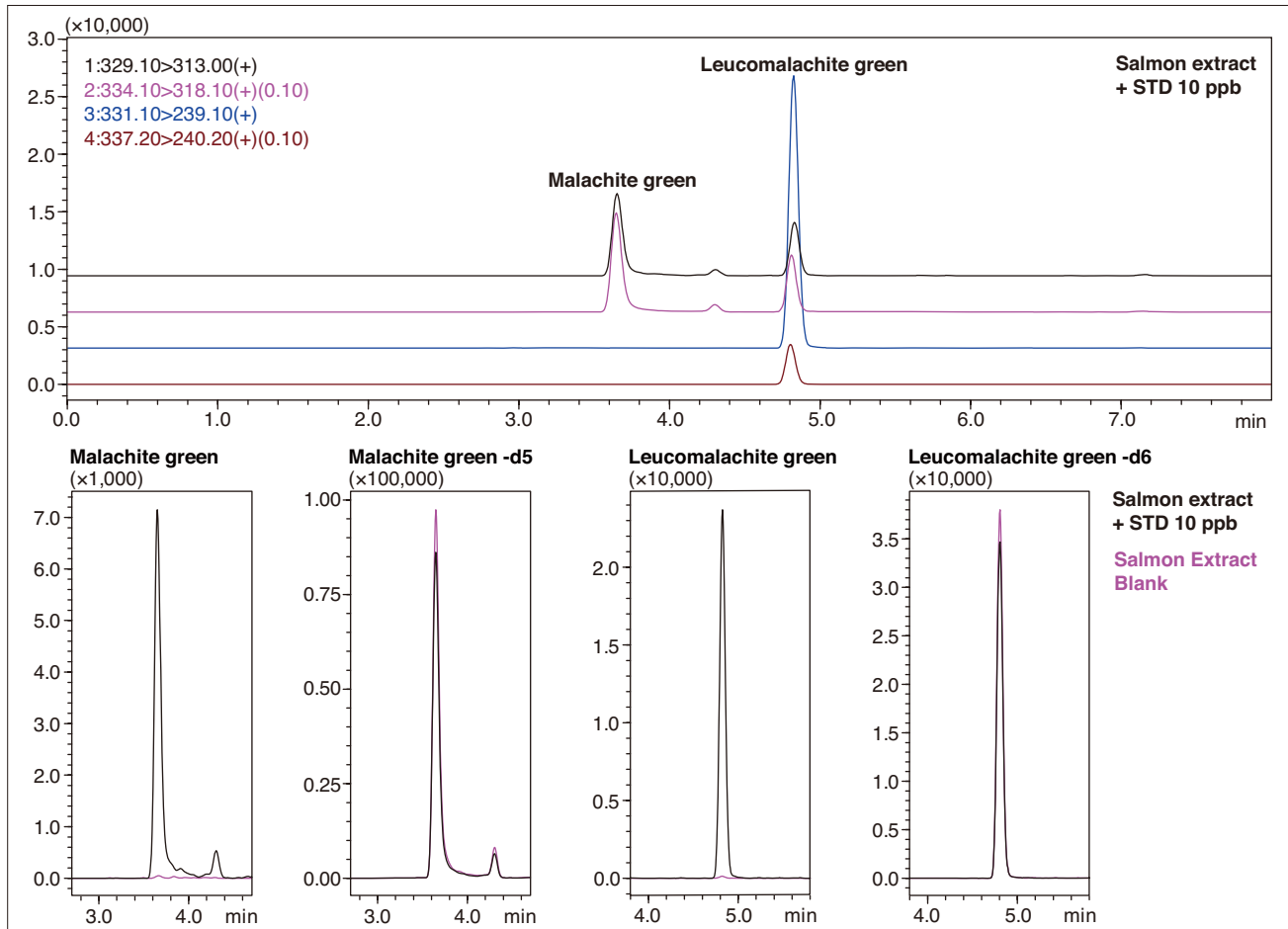


Fig. 3 10 ng/mL 添加鮭抽出液とブランクの MRM クロマトグラム
MRM Chromatograms of Salmon Extract Blank and 10 ppb STD Spiked Salmon Extract

Table 1 鮭抽出液での添加回収率
Recovery Ratio of 10 ppb STD Spiked Salmon Extract

Malachite green

	Area ratio						Average	%RSD	Recovery (%)
	1	2	3	4	5	6			
STD 10 ppb	0.0750	0.0756	0.0732	0.0673	0.0699	0.0728	0.0723	4.39	
Sarmon + STD 10 ppb	0.0845	0.0851	0.0823	0.0847	0.0824	0.0837	0.0838	1.41	115.9

Leucomalachite green

	Area ratio						Average	%RSD	Recovery (%)
	1	2	3	4	5	6			
STD 10 ppb	0.6149	0.5795	0.5929	0.6105	0.6064	0.5985	0.6004	2.1611	
Sarmon + STD 10 ppb	0.6794	0.6732	0.6693	0.6931	0.6701	0.6689	0.6757	1.3938	112.5

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

Mobile Phase A	: 10 mmol/L Ammonium acetate - water	Probe Voltage	: +4.5 kV (ESI-positive mode)
Mobile Phase B	: Acetonitrile	Nebulizing Gas Flow	: 3.0 L/min
Gradient Program	: 10 %B (0 min) – 100 %B (2-5 min) – 10 %B (5.01 – 8 min)	Drying Gas Flow	: 10 L/min
Column	: Shim-pack XR-ODSII (75 mm L. × 2.0 mm I.D., 2.2 μm)	DL Temperature	: 250 °C
Flow Rate	: 0.2 mL/min	BH Temperature	: 400 °C
Injection Volume	: 2 μL	DL Voltage / Q-array Voltage	: Using default values
Column Temperature	: 40 °C		

初版発行：2011年11月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津コールセンター

☎0120-131691
TEL: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。

3100-09103-570-1K
2011.11