

LC-MSによる豚肉中カルバドックス，キノキサリン-2-カルボン酸の分析

Analysis of Carbadox and Quinoxaline-2-carboxylic acid using LC-MS

カルバドックス（以下CDX，Fig.1）は豚に用いる合成抗菌剤で，体内では中間代謝物を経てキノキサリン-2-カルボン酸（以下QCA，Fig.1）へと速やかに代謝されます。CDXおよびその中間代謝物の発がん性が認められている

こともあり，国内における残留基準値は「不検出」とされています。ここではCDXおよび残留基準値の指標成分であるQCAの同時分析例をご紹介します。なお，HPLCでの分析例はL337Aをご参照ください。

T.Ogura

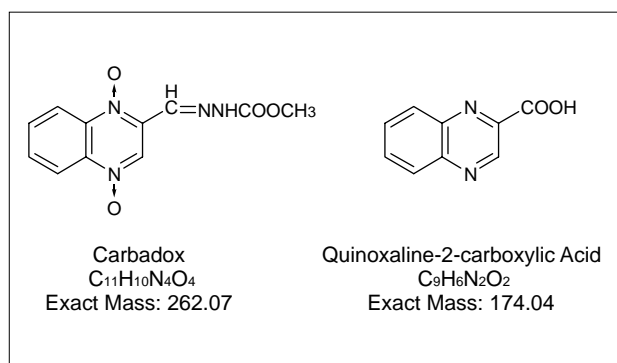


Fig.1 カルバドックスおよびキノキサリン-2-カルボン酸の構造
Structures of Carbadox and Quinoxaline-2-carboxylic acid

CDXおよびQCAは極性の高い化合物であることから，移動相には酸性移動相を，イオン化法には正イオンESI法を用いました。各成分のマスペクトルをFig.2に示します。各成分とも[M+H]⁺がベースピークとして検出され，CDXでは他に[M+Na]⁺，[M+K]⁺が検出されました。それぞれの[M+H]⁺であるm/z 263（CDX），m/z 175（QCA）をモニターイオンに用いたSIM測定では各成分とも5 ng/mLが感度よく検出でき，S/Nは27（CDX），12（QCA）でした（Fig.3）。各成分5-500 ng/mLにおける検量線（5濃度，n=5）をFig.4に示します。相関係数はいずれも0.9999以上と良好な直線性が得られました。

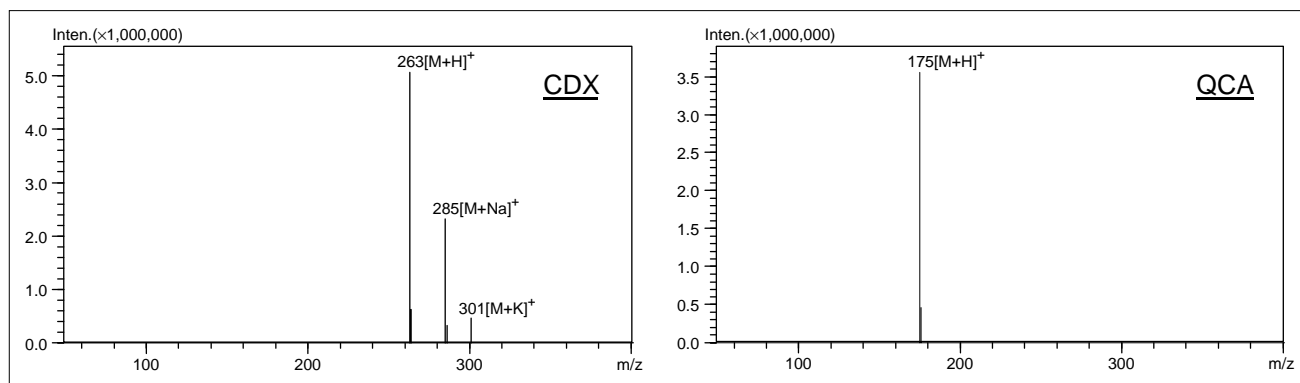


Fig.2 カルバドックスおよびキノキサリン-2-カルボン酸のマスペクトル
Mass spectra of Carbadox and Quinoxaline-2-carboxylic acid

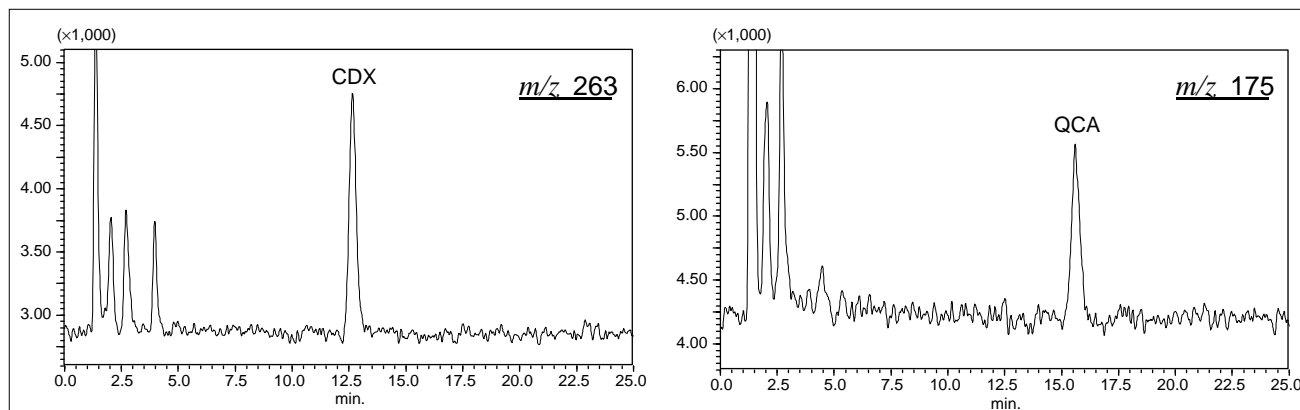


Fig.3 カルバドックスおよびキノキサリン-2-カルボン酸 各5 ng/mLのSIMクロマトグラム
SIM chromatograms of Carbadox and Quinoxaline-2-carboxylic acid 5 ng/mL each

CDX, QCAを豚筋肉に添加して分析した例をFig.5に示します。試料の前処理は堀江らの報告(食衛誌, 2004, 45, 3, 135-140)を参考にし, 前処理カラムのみSTRATA-X (200 mg/6 mL)に変更しました。上段より各50 ng/mL標準溶液(豚肉中10 ng/mL相当), 各10 ng/mL添加豚肉抽出

液, 豚肉抽出液(添加なし)のSIMクロマトグラムを示します。これらのマスクロマトグラムから夾雑成分の影響を受けることなく測定できることがわかります。なお, CDXは約70%, QCAでは約95%の回収率が得られました。

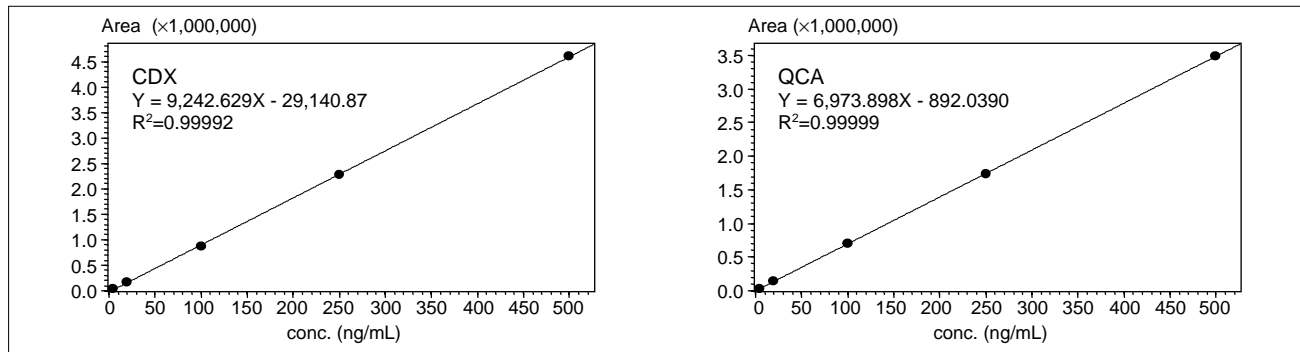


Fig.4 カルバドックスおよびキノキサリン-2-カルボン酸の検量線
Calibration curves of Carbadox and Quinoxaline-2-carboxylic acid

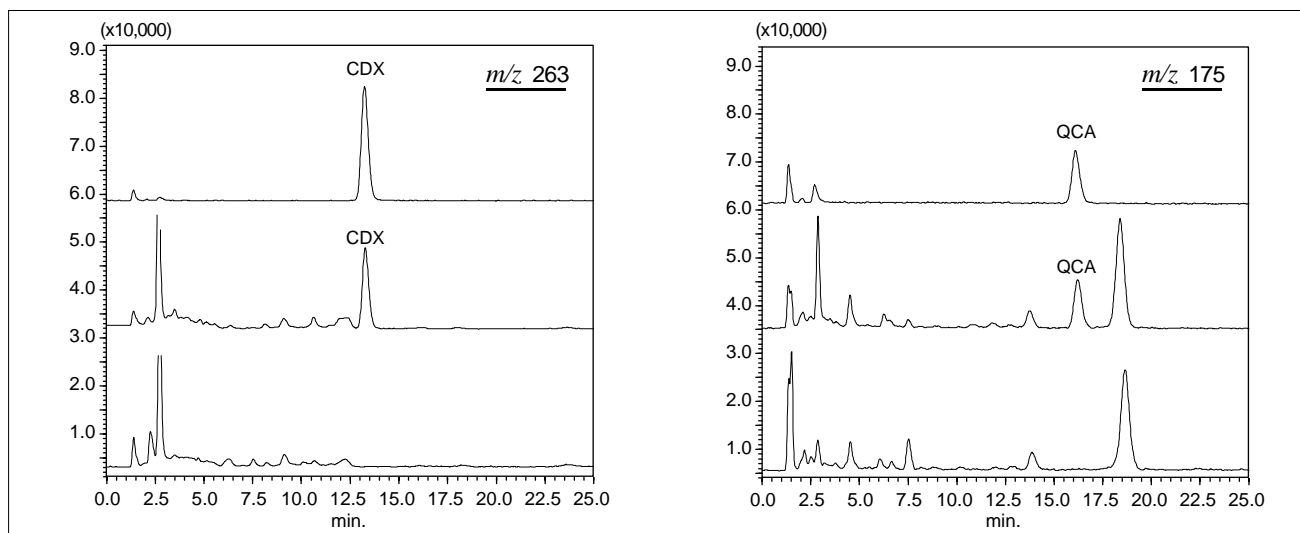


Fig.5 (上段)カルバドックスおよびキノキサリン-2-カルボン酸各50 ng/mL標準溶液(豚筋肉中10 ng/mL相当) (中段)カルバドックスおよびキノキサリン-2-カルボン酸各10 ng/mL添加豚筋肉抽出液 (下段)豚筋肉抽出液のSIMクロマトグラム
SIM chromatograms of (Upper)standard mixture of Carbadox and Quinoxaline-2-carboxylic acid (50 ng/mL corresponding to 10 ng/mL in porcine muscle) (middle)extract of porcine muscle fortified with 10 ng/mL of Carbadox and Quinoxaline-2-carboxylic acid (lower)porcine muscle extract

Table 1 分析条件
Analytical conditions for LC-MS

Column	: Phenomenex Gemini 5u C18 110A (2.0 mmI.D. × 150 mmL.)
Mobile phase	: water containing 0.1 % formic acid / acetonitrile = 88 / 12
Flow rate	: 0.2 mL/min
Injection volume	: 10 μL
Column temperature	: 40 °C
Probe voltage	: +4.5 kV (ESI-Positive mode)
Nebulizing gas flow	: 1.5 L/min
Drying gas pressure	: 0.1 MPa
CDL temperature	: 250 °C
Block heater temperature	: 200 °C
CDL, Q-array voltage	: using default values
Scan range	: m/z 50 - 400
SIM	: m/z 263 (CDX), 175 (QCA)

初版発行：2006年6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

●東京 ☎(03)3219-1691
●京都 ☎(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。改訂版は右に示す島津WEBで閲覧できます。

会員情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-06601-11A-1K
2006.6