

LC-MSによるサルファ剤9成分の一斉分析

Analysis of sulfa drugs using LC-MS

サルファ剤は畜水産物の生産性向上のために飼料添加物、動物用医薬品として使用されている合成抗菌剤です。平成18年5月29日施行のポジティブリスト制度では、畜水産食品に関して0.02~0.1 mg/kgの基準値が設定され、定量限界として0.01 mg/kgが求められています。従来、HPLCによる検査が行われていましたが、最近、LC-MSによる分析も行われるようになってきました。今回は、サルファ剤9成分の一斉分析例をご紹介します。サルファ剤は、エレクトロスプレーイオン化法（ESI法）の正イオンモードでプロトン化分子 [M+H]⁺ がベースピークと

して検出されます。これらプロトン化分子をSIM選択イオンとしたサルファ剤9成分混合標準液（各成分濃度0.01 mg/L）のSIMクロマトグラムをFig.1に示します。9成分が12分以内で溶出し、十分な感度が得られています。SDD（ピーク3）は同位体がSMPD（ピーク4）と同じ質量であり、この2つの成分は分離が必要です。移動相の有機溶媒にメタノールを使用することで、この2つの成分は分離することができます。標準液は市販の食品分析用混合標準液を用い、希釈調製は35%メタノール水で行いました。

M.Kobayashi

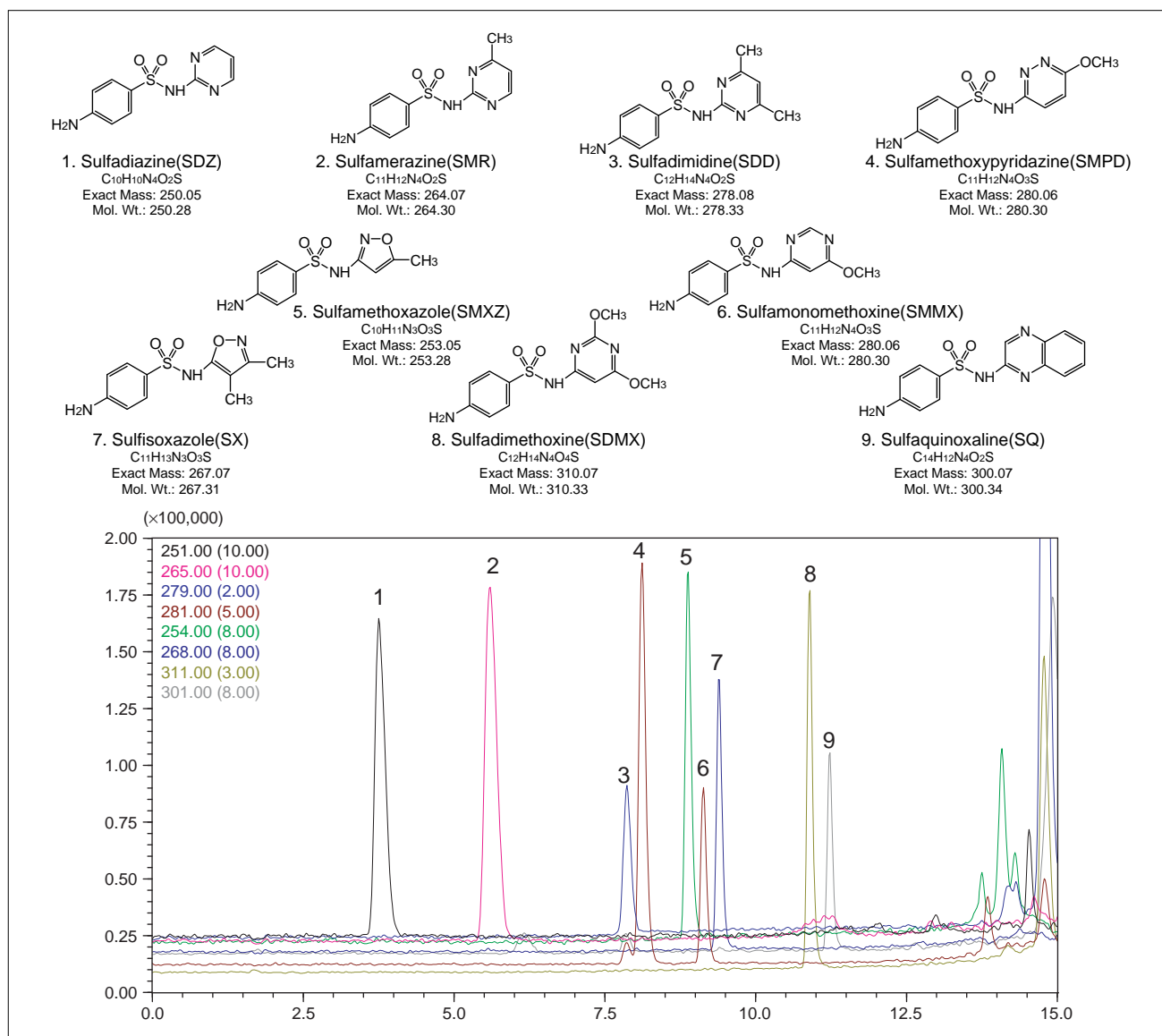


Fig.1 標準溶液のSIMクロマトグラム(各0.01 mg/L)
 SIM chromatograms of standard solution (0.01 mg/L each)

Fig.2には代表して4つの成分の検量線を示します。0.0005-0.05 mg/Lの範囲において直線性は良好であり、寄与率0.999以上が得られています。他の成分についてもこのような同様の検量線が得られています。Fig.3には、実試料の分析例を紹介します。豚肉脂肪をポジティブリスト制度一斉試験法である「HPLCによる動物用医薬品等の一斉分析法（畜水産物）」記載の方法¹⁾で前処理しました。最終精製過程でODSミニカラムに通液後、このODSミニカラムより40%のメタノールで溶出した画分を

濃縮、5%メタノール水に溶解した試料にサルファ剤混合標準液を最終濃度0.01 mg/Lになるように添加しました。サルファ剤未添加試料のSIMクロマトグラムをFig.3 (a)に、サルファ剤を添加した試料のSIMクロマトグラムをFig.3 (b)に示します。SMMXとSQピーク近くには夾雑成分ピークも認められますが、このように夾雑成分が多いと言われている脂肪でも特に大きな妨害ピークがなく分析が可能でした。

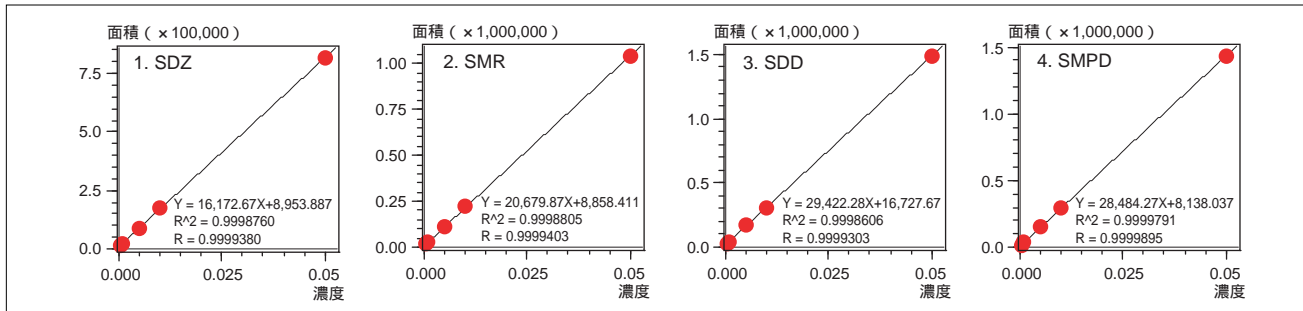


Fig.2 検量線
Calibration curves

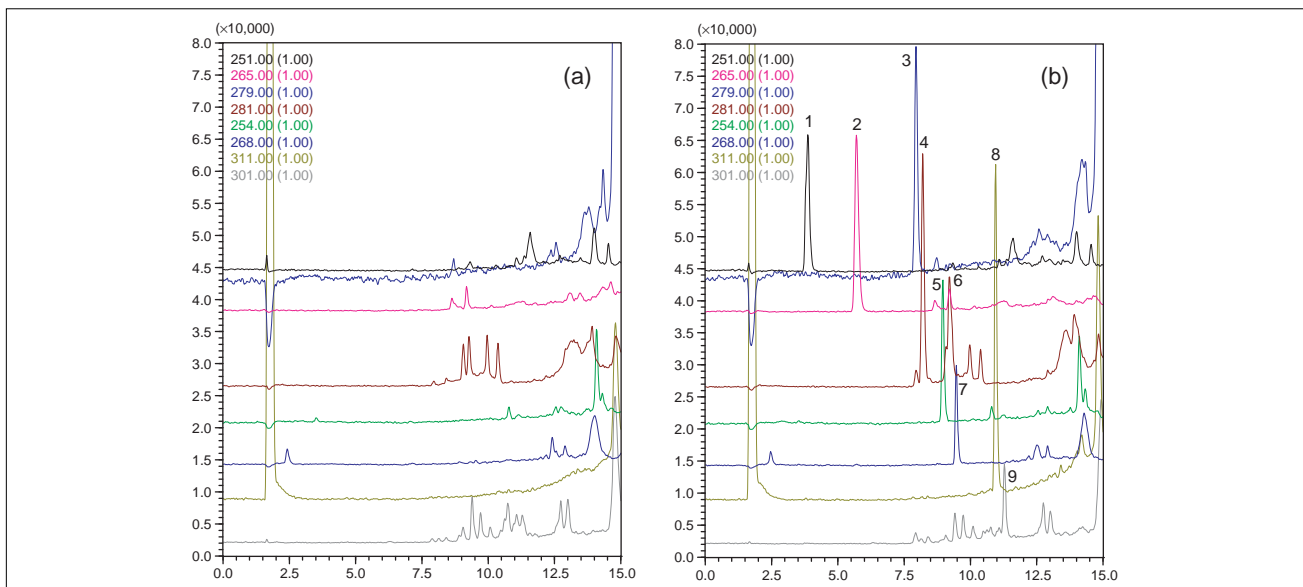


Fig.3 (a)豚脂肪抽出液のSIMクロマトグラム
(b)サルファ剤を添加した豚脂肪抽出液のSIMクロマトグラム(添加濃度各0.01 mg/L)
(a) SIM chromatograms of swine fat extract
(b) SIM chromatograms of sulfa drugs in swine fat extract (0.01 mg/L spiked each)

Table 1 分析条件
Analytical conditions for LC-MS

Column	: Shim-pack FC-ODS (2.0 mmI.D. × 150 mmL.)	Column temperature	: 40 °C
Mobile phase A	: 5 mmol/L ammonium formate-water with 0.1 % formic acid	Nebulizing gas flow	: 1.5 L/min
Mobile phase B	: methanol	Block heater temperature	: 200 °C
Time program	: 20 % B (0 min)→95 % B (10 min)→20 % B (10.01-25 min)	Q-array DC/RF voltage	: Scan mode
Flow rate	: 0.2 mL/min		
Injection volume	: 5 µL		
Probe voltage	: +4.5 kV (ESI-Positive mode)		
CDL temperature	: 250 °C		
CDL voltage	: C-mode		
Drying gas pressure	: 0.1 MPa		

[参考資料]

1) 厚生労働省ホームページ <http://www.mhlw.go.jp/topics/bukyoku/iyaku/syoku-anzen/zanryu3/3-006.html>

初版発行：2008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。