

マクロライド系抗生物質 Macrolide antibiotics (MLs)

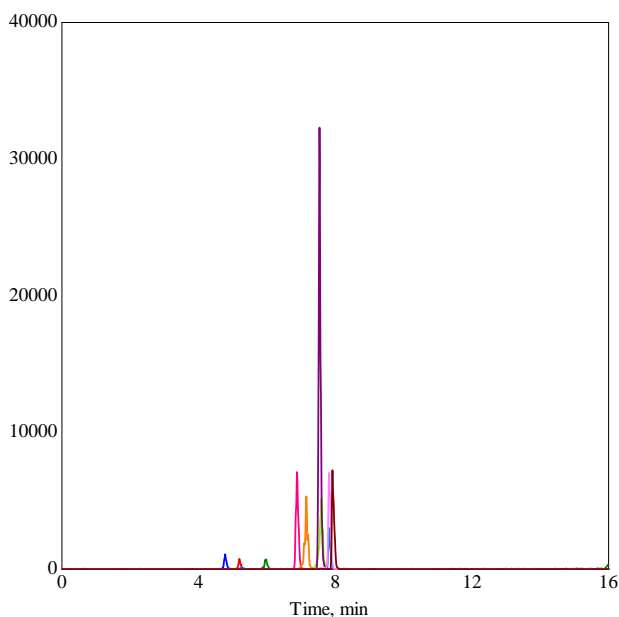
食品の安全性に関心が高まる中、ポジティブリスト制度施行により、食品中の農薬・動物用医薬品及び飼料添加物の残留基準が制定されています。液体クロマトグラフ・質量分析計(LC-MS及びLC-MS/MS)による一斉分析法が用いられており、システムは勿論、使用するカラムには低吸着で高精度なカラムが重要となっています。

水系溶離液に酸性溶離液とアルカリ性溶離液を用いた条件で、マクロライド系抗生物質の一斉分析を比較しました。

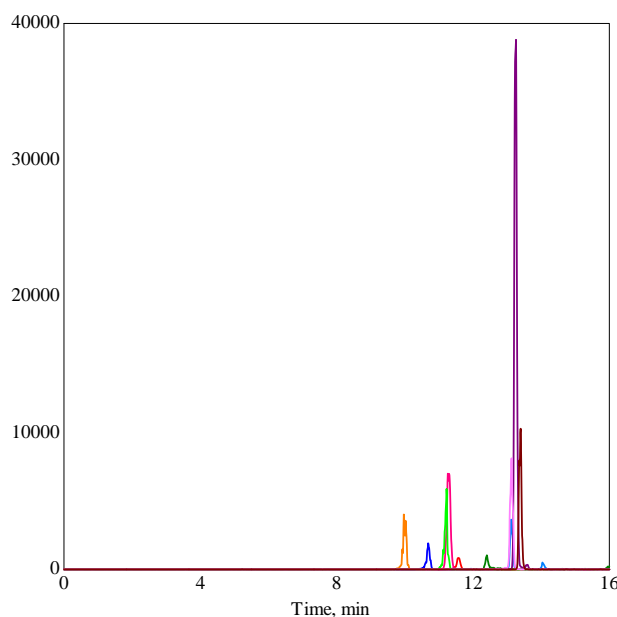
Key words : マクロライド系抗生物質
Column : USP category: L1

[Analytical conditions]

Column : L-column3 C18 (C18, 3 μ m, 12 nm); 2.1 mm I.D. \times 100 mm L.; Cat. No. 811170
Eluent : ① A: 5 mM HCOOH in H₂O; B: 5 mM HCOOH in CH₃CN
② A: 5 mM NH₃ in H₂O; B: 5 mM NH₃ in CH₃CN
A/B, 95/5(0 min)-5/95(15-17 min)
Flow rate : 0.2 mL/min
Temperature : 40°C
Detection : ESI-MS/MS(+)
Injection volume : 1 μ L
System : LC: Ultimate 3000 Bio RS (Thermo Fisher Scientific K.K.); MS/MS: 3200 QTRAP (SCIEX)
Sample : 混合標準溶液 500 ppb



① 酸性溶離液(ギ酸溶液)



② アルカリ性溶離液(アンモニア溶液)

Fig. マクロライド系抗生物質の抽出イオンクロマトグラム 酸性溶離液 vs. アルカリ性溶離液

アルカリ性溶離液を用いた場合、

- ・ S/Nが向上(平均約2倍)します
- ・ 解離を抑制できるので、保持時間が長くなります




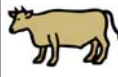


Name (アルファベット順)	(n=5) Retention time (min)		S/N		
	HCOOH	NH ₃	HCOOH ①	NH ₃ ②	Ratio (②/①)
Azithromycin, AZM (アジスロマイシン)	5.3	14.0	211	228	1.08
Clarithromycin, CAM (クラリスロマイシン)	7.9	13.1	2242	4535	2.02
Erythromycin, EM (エリスロマイシン)	6.9	11.3	2077	4299	2.07
Leucomycin, LM (ロイコマイシン)	7.6	11.2	1898	4157	2.19
Neospiramycin, NSPM (ネオスピラマイシン)	4.8	10.7	483	1015	2.10
Roxithromycin, RXM (ロキシスロマイシン)	8.0	13.4	1904	4600	2.42
Spiramycin, SPM (スピラマイシン)	5.2	11.6	208	582	2.80
Tiamulin, TML (チアムリン)	7.6	13.3	8515	17588	2.07
Tilmicosin, TLM (チルミコシン)	6.0	12.4	244	256	1.10
Tylosin, TS (タイロシン)	7.2	10.0	1793	4123	2.38

S/Nの比率 □: 2倍未満, ■: 2倍以上

■ マトリクスの影響

牛、豚及び鶏の筋肉を、HPLCによる動物用医薬品等の一斉分析法 I (畜水産物)に従って、前処理を実施し、得られたマトリクス溶液にマクロライド系抗生物質を添加し、ピーク面積を比較しました。

マトリクス溶液に添加した試料(50 ppb)のピーク面積/混合標準溶液(50 ppb)のピーク面積×100=(%)

Name (アルファベット順)	(n=5) HCOOH			NH ₃		
	Beef 	Pork 	Chicken 	Beef 	Pork 	Chicken 
Azithromycin, AZM (アジスロマイシン)	103.2	87.7	44.9	107.4	106.5	108.8
Clarithromycin, CAM (クラリスロマイシン)	102.0	94.4	96.9	96.2	99.9	100.2
Erythromycin, EM (エリスロマイシン)	99.6	96.7	49.7	94.6	96.1	93.0
Leucomycin, LM (ロイコマイシン)	101.0	94.6	97.9	98.9	102.1	109.9
Neospiramycin, NSPM (ネオスピラマイシン)	110.2	91.6	83.9	110.2	107.6	114.7
Roxithromycin, RXM (ロキシスロマイシン)	104.1	96.4	93.8	99.4	99.1	96.2
Spiramycin, SPM (スピラマイシン)	114.5	99.4	100.5	108.4	116.1	122.9
Tiamulin, TML (チアムリン)	92.9	89.5	94.5	100.6	97.9	103.9
Tilmicosin, TLM (チルミコシン)	100.0	88.8	75.9	123.2	132.6	138.8
Tylosin, TS (タイロシン)	98.0	92.7	96.0	97.3	96.5	102.5

■: 80%未満, □: 80%以上120%以下, ■: 120%超過

第115回食品衛生(2019)