

STQ 法と LC/MS/MS を組み合わせた食肉中の動物用医薬品高速一斉分析 (前処理編)

○島三記絵¹⁾、朝野夏世²⁾、宇野由紀²⁾、佐々野僚一¹⁾

1)株式会社アイスティサイエンス、2)株式会社島津製作所

【目的】食の安全性を確保する上で食品中に残留する動物用医薬品の分析は重要である。しかし動物用医薬品には物性の異なる様々な種類がありこれらを同時に分析するのは容易ではない。小西ら¹⁾はSTQ法を用いてサルファ剤の一斉分析を報告しており、本実験では分析項目の拡大を目的としてここにキノロン剤の追加を試みた。またSTQ法による前処理とUHPLCシステムとMS/MSを組み合わせた高速LC/MS/MSメソッドでの測定により前処理から測定までのトータルソリューションとしての「迅速・簡便・高精度」化を図った。

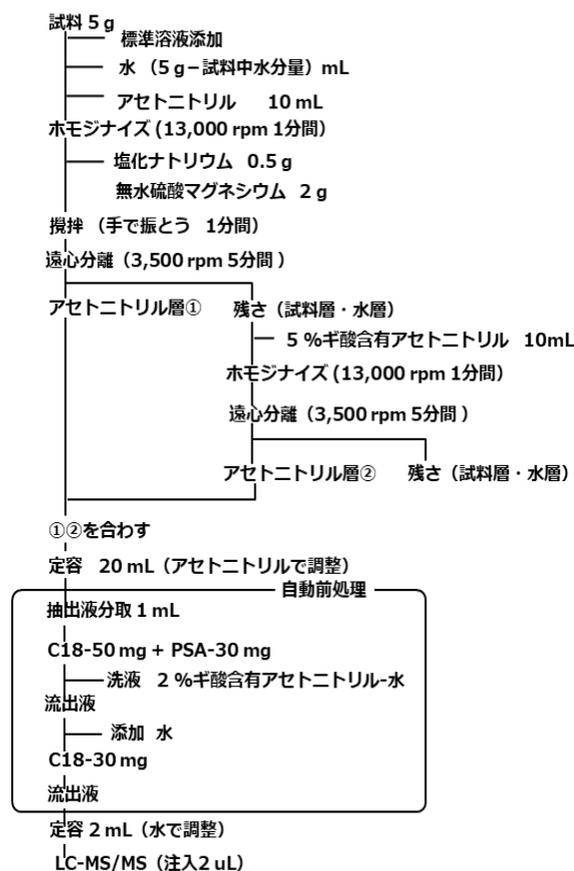
【方法】試料：鶏ささみ、豚ヒレ、牛ヒレ(市販品)、標準試薬：PL動物薬LC/MS Mix1及び2、固相カートリッジ：Smart-SPE(アイスティサイエンス)、自動前処理装置：全自動固相抽出装置ST-L400(アイスティサイエンス)、LC-MS/MS：Nexera X2及びLCMS-8045(島津製作所)

添加回収試験：予冷式ドライアイス凍結粉碎をした試料に試料中濃度0.01ppmとなるよう標準溶液を添加し添加回収試験を行った。

前処理：試料をアセトニトリル及びギ酸含有アセトニトリルで繰り返し抽出を行い、それらをあわせて定容した。抽出液はC18、PSAを用いて精製した。

【結果】サルファ剤(葉酸拮抗剤を含む)及びキノロン剤の計41成分の添加回収試験を行ったところ一部の成分を除いて回収率70-120%、RSD20%未満の良好な結果が得られた。

【考察】主にサルファ剤はアセトニトリルで、キノロン剤はギ酸含有アセトニトリルで溶媒(アセトニトリル)層に移行した。これらの抽出液をあわせることで物性の異なる両者を同じ前処理方法で分析することができた。また1分析時間が18分の高速LC/MS/MSメソッドを用いた測定とあわせて前処理から測定までの「迅速・簡便・高精度」化を図ることが可能となった。



図：前処理フロー

1)小西ら,第108回日本食品衛生学会学術講演会要旨集,p.116(2014)