

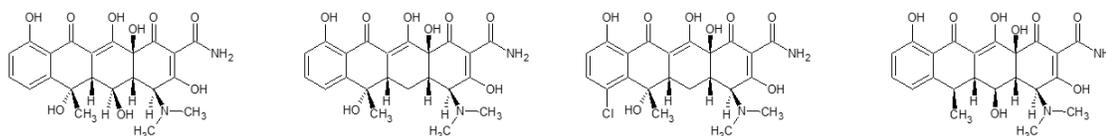
テトラサイクリン類の一斉分析(LC/MS/MS)

Analysis of Tetracyclines by LC/MS/MS

テトラサイクリン(TC)、オキシテトラサイクリン(OTC)、クロルテトラサイクリン(CTC)及びドキシサイクリン(DC)はテトラサイクリン系の抗生物質で、食品衛生法により食品中の残留基準値が設定されています。ここではメタルフリーカラムを用いてテトラサイクリン類を液体クロマトグラフィー/質量分析法(LC/MS/MS)により、MRMモードで一斉分析を行いました。

キーワード : テトラサイクリン; オキシテトラサイクリン; クロルテトラサイクリン; ドキシサイクリン; メタルフリーカラム; LC/MS/MS
Key words : Tetracycline; Oxytetracycline; Chlortetracycline; Doxycycline; Metal-free column; LC/MS/MS
Column : L-column2 ODS (USP category : L1)

Sample : 1. Oxytetracycline (461→426) 2. Tetracycline (445→410) 3. Chlortetracycline (479→410) 4. Doxycycline (445→428)



in H₂O (0.5 mg/L each)

[Analytical conditions]

Column : L-column2 ODS (C18, 3 μ m, 12 nm); Cat. No. 731140
Column size : 2.0 mm I.D. \times 50 mm L; Metal-free column
Mobile phase : A: CH₃CN; B: 0.1% HCOOH in H₂O
A/B, 5/95-50/50 (0-5 min)
Flow rate : 0.3 mL/min
Temperature : 15°C
Detection : ESI-MS/MS(+)
Inj. Vol. : 5 μ L
System : LC: Ultimate 3000 Bio RS (Thermo Fisher Scientific K.K.); MS/MS: 3200 QTRAP (Sciex)

■メタルフリーカラムを使用したテトラサイクリン類の一斉分析

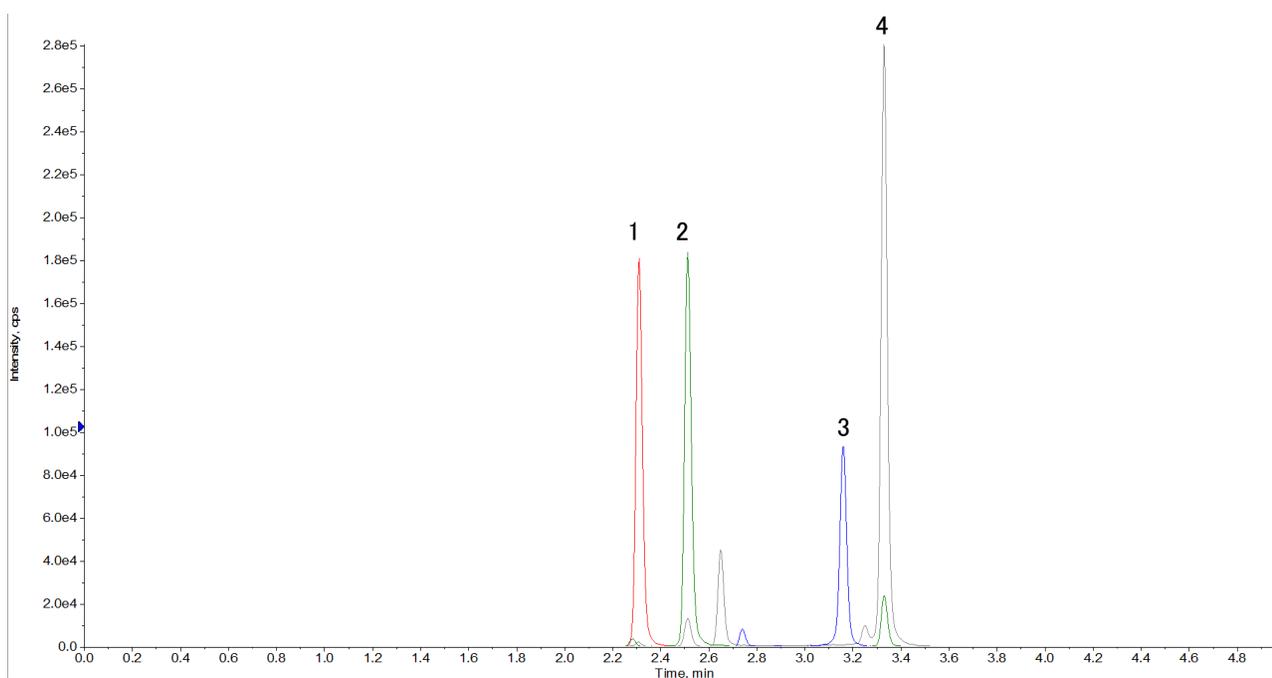


Fig.1 Mass chromatogram of TCs.

■CTC及びDCのカラム温度の比較

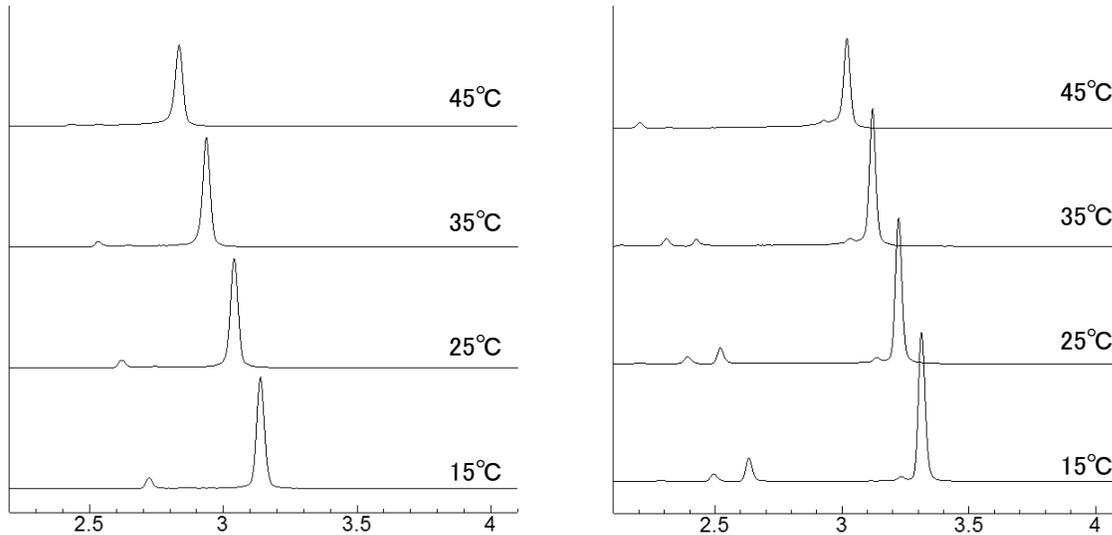


Fig.2 Comparison with column temperature of CTC (left) and DC (right).

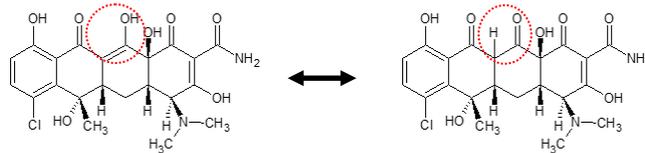


Fig.3 Keto-enol tautomerism of CTC

テトラサイクリン類にはケトエノール互変異性が存在し、特にCTCやDCのピークリーディングが起こります。カラム温度を通常より低い15°Cに設定することで、この変化を抑えることができ、ピークリーディングや感度が改善されました。

■メタルフリーカラムとSUSカラムの比較

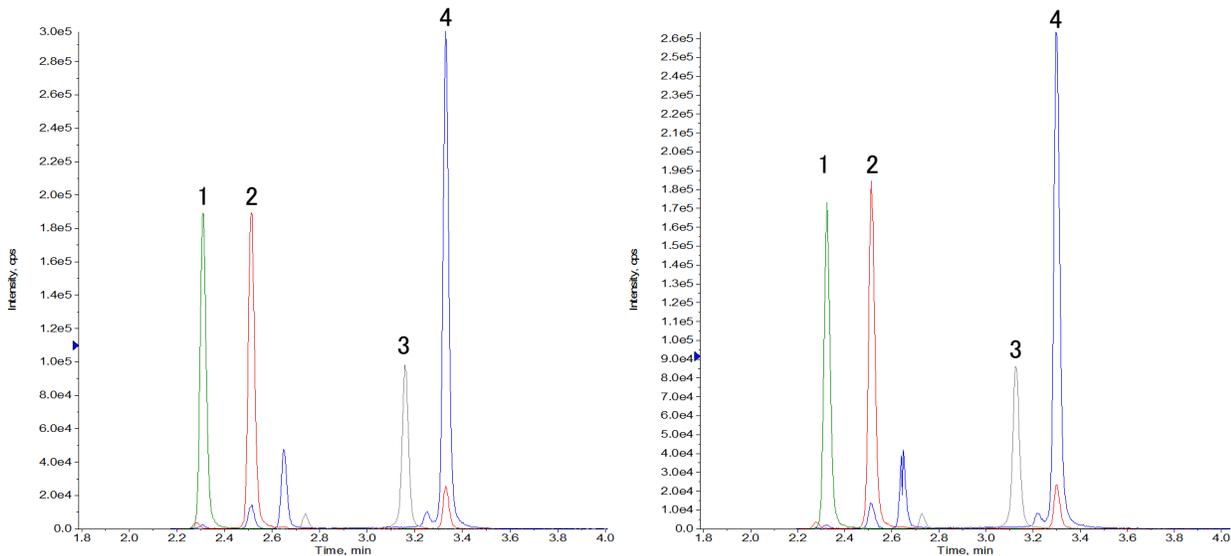


Fig.4 Comparison with metal-free column (left) and SUS column (right) of TCs.

ステンレスカラムでは金属とキレートを作りやすいテトラサイクリン類が吸着して、ピークテーリングや感度の減少を引き起こします。それに対してメタルフリーカラムではテトラサイクリン類のシャープなピークが得られ、キャリアオーバーも減少しました。これは内面に金属を使用していないことに起因します。メタルフリーなシステム環境と、L-column2 メタルフリーカラムの組合せで再現性の良い結果が得られます。



配管やエレクトロードなどの部品を非金属製のものに交換することをお勧めいたします。

Saka1510