

SPE と HPLC、蛍光検出を用いた ブタ組織中のフルメキンおよび オキシリン酸の分析

著者

Meicheng Su, Man Jia,
and Gang Chen
Institute of Quality Standard
and Testing Technology
for Agro-Products of CAAS,
Beijing, China

Dan Li
China Institute of Veterinary
Drugs Control,
Beijing, China

Xuiling Qu, Yao Xiao,
Congcong Zhang,
and Xia Yang
Agilent Technologies, Inc.
Beijing, China

概要

この研究では、豚肉、ブタ肝臓、ブタ脂肪中のフルメキンおよびオキシリン酸の定量分析用のメソッドを開発して検証しました。メソッドでは、Agilent Bond Elut C18 SPE と HPLC/FLD 分析を組み合わせて使用しています。今回のメソッドでは、回収率と再現性に優れた信頼性の高いソリューションが実現しています。さらに、さまざまなブタ組織中のフルメキンおよびオキシリン酸の残留分析にも有用です。

実験方法

ターゲット化合物

このアプリケーションでは、フルメキンとオキシリン酸という 2 種類のターゲット化合物を用いています。

機器メソッド

サンプルの分析には、Agilent 1260 Infinity II LC システムと Agilent 蛍光検出器 (FLD) システムを連結して使用しました。データの取り込みと解析には、Agilent ChemStation ソフトウェアを使用しました。

HPLC 条件

パラメータ	設定値
カラム	Agilent ZORBAX Eclipse Plus C18、 250 × 4.6 mm、5 µm (p/n 959990-902)
流量	0.8 mL/min
カラム温度	30 °C
注入量	20 µL
移動相	0.02 mol/L リン酸 : ACN : THF (68 : 16 : 16)
検出波長	Ex = 325 nm、Em = 369 nm

サンプル抽出

図 1 に手順を示します。

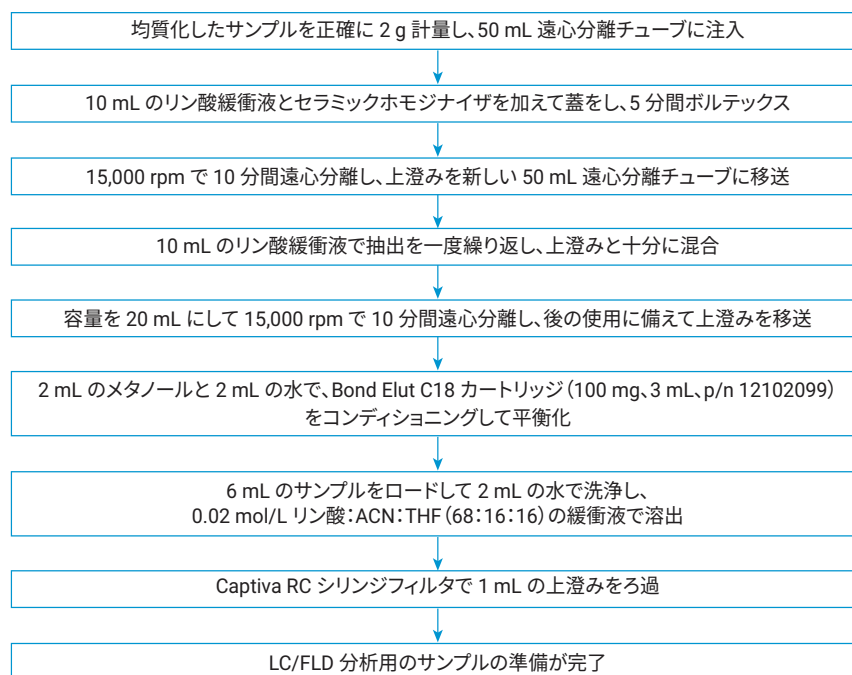


図 1. サンプル前処理のワークフロー図

結果と考察

表 1. 豚肉に対するメソッドの回収率と RSD

成分	スパイクレベル (ng/g)	バッチ	回収率 (%)			バッチ内 RSD	バッチ間 RSD	平均回収率 (%)
フルメキン	20	1	76.27	79.25	81.28	3.19	6.27	78.93
		2	78.70	79.58	78.04	0.98		78.77
		3	86.99	91.59	84.61	4.04		87.73
	100	1	94.39	89.27	85.17	5.15	5.08	89.61
		2	92.13	93.65	87.88	3.28		91.22
		3	95.90	99.68	99.89	2.28		98.49
	300	1	98.85	98.09	96.66	1.14	1.82	97.87
		2	95.57	98.45	98.07	1.61		97.36
		3	90.21	99.72	93.91	5.07		94.61
オキシリン酸	20	1	79.09	80.76	84.31	3.28	7.94	81.39
		2	85.22	77.79	80.34	4.65		81.12
		3	89.44	93.74	95.71	3.45		92.96
	100	1	86.59	86.76	87.58	0.61	8.51	86.98
		2	87.20	85.26	85.88	1.15		86.11
		3	99.76	100.13	99.94	0.19		99.94
	300	1	100.00	99.55	92.00	4.62	1.08	97.18
		2	99.91	97.84	98.82	1.05		98.86
		3	99.51	99.57	98.34	0.70		99.14

表 2. ブタ肝臓に対するメソッドの回収率と RSD

成分	スパイクレベル (ng/g)	バッチ	回収率 (%)			バッチ内 RSD	バッチ間 RSD	平均回収率 (%)
フルメキン	20	1	91.49	98.59	93.68	3.88	2.67	94.59
		2	99.99	99.92	98.82	0.66		99.58
		3	97.90	99.84	97.32	1.36		98.35
	100	1	77.98	83.65	71.20	8.75	9.2	77.61
		2	72.46	72.66	70.36	1.81		71.83
		3	85.27	83.09	90.20	4.04		86.19
	300	1	91.09	83.90	92.28	4.91	11.17	89.09
		2	92.19	98.57	97.94	3.59		96.23
		3	79.93	74.32	76.53	3.69		76.93
オキシリン酸	20	1	79.50	80.71	77.10	2.38	9.11	79.10
		2	79.57	84.21	79.96	3.22		81.25
		3	98.35	95.59	86.22	7.37		93.39
	100	1	75.62	81.38	73.42	5.60	12.34	76.81
		2	76.29	75.88	75.44	0.56		75.87
		3	95.59	87.71	98.38	5.62		93.89
	300	1	83.01	86.59	81.93	2.98	9.68	83.84
		2	80.34	82.11	76.59	3.68		79.68
		3	96.14	92.81	98.47	2.89		95.81

表 3. プタ脂肪に対するメソッドの回収率と RSD

成分	スパイクレベル (ng/g)	バッチ	回収率 (%)			バッチ内 RSD	バッチ間 RSD	平均回収率 (%)
フルメキン	20	1	80.39	80.31	83.78	2.43	6.63	81.49
		2	92.10	99.82	86.09	7.43		92.67
		3	82.82	86.13	85.76	2.14		84.90
	100	1	78.65	79.61	83.99	3.53	1.51	80.75
		2	80.18	77.92	81.24	2.13		79.78
		3	81.55	81.14	83.92	1.83		82.20
	300	1	81.40	79.95	77.49	2.48	2.3	79.61
		2	80.67	78.98	76.24	2.84		78.63
		3	82.69	83.04	80.86	1.42		82.20
オキシリン酸	20	1	77.57	82.61	72.51	6.51	4.37	77.56
		2	90.30	75.42	76.80	10.17		80.84
		3	86.45	80.87	86.61	3.86		84.64
	100	1	78.44	83.49	81.24	3.12	2.49	81.06
		2	79.60	81.16	81.06	1.08		80.61
		3	87.11	80.80	85.14	3.83		84.35
	300	1	78.55	80.58	80.90	1.59	1.75	80.01
		2	80.03	84.91	82.03	2.98		82.32
		3	82.94	81.47	83.42	1.23		82.61

結論

今回のメソッドでは、Agilent Bond Elut C18 と蛍光検出を組み合わせ使用し、さまざまなブタ組織中のフルメキンおよびオキシリン酸を分析しています。5 ~ 500 ng/mL の間で優れた回収率と直線性が得られています。Bond Elut C18 による高効率のクリーンアップでは、ターゲットピークに干渉は生じていません。平均回収率はそれぞれ 71.8 ~ 99.5 % および 75.8 ~ 99.9 % の範囲で、再現性は許容できる値です (RSD < 15 %)。両方のターゲットの定量下限は 20 ng/g で、検出下限は 5 ng/g です。

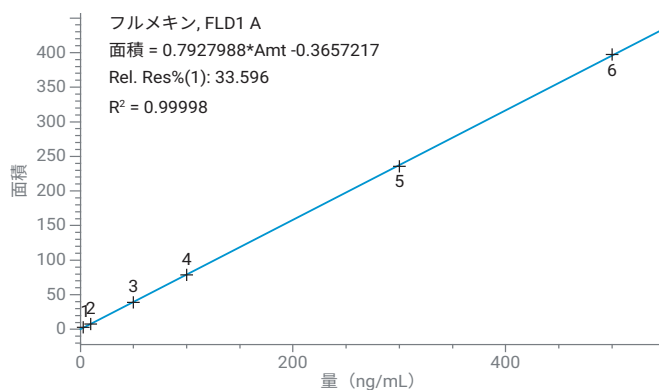
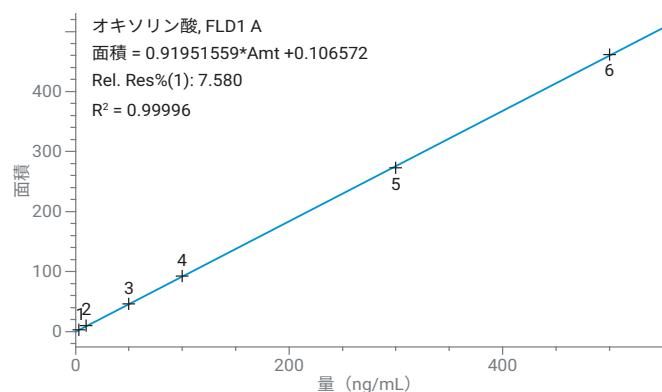


図 2. フルメキンとオキシリン酸の検量線

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2020
Printed in Japan, May 4, 2020
5994-1943JAJP
DE.5196527778