

Bond Elut Plexa SPE と LC/MS/MS を用いた 鶏卵中のアンプロリウムの分析

著者

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

Congcong Zhang, Cuiling Wu,
and Juan An
Agilent Technologies, Inc.
Beijing, China

概要

この研究では、鶏卵中のアンプロリウムの定量分析用のメソッドを開発して検証しました。固相抽出 (SPE) 製品の Agilent Bond Elut Plexa によるクリーンアップの後、Agilent 6470 LC/MS/MS で分析を実施しました。今回のメソッドでは、中国、米国、および日本の規制の最大残留基準 (MRL) に適合する、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。

実験方法

機器メソッド

サンプルの分析には、Agilent 1260 Infinity UHPLC システムと、Agilent Jet Stream エレクトロスプレーイオンソース搭載の Agilent G6470 トリプル四重極 LC/MS 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 MassHunter ワークステーションソフトウェアを使用しました。

サンプル抽出

手順を図 1 に示しています。

HPLC 条件

パラメータ	設定値
カラム	Agilent InfinityLab Poroshell 120 HILIC-Z, 100 × 3.00 mm, 2.7 μm (p/n 685975-324)
流量	0.4 mL/min
移動相	A) 0.1 % ギ酸と 5 mM 酢酸アンモニウムを含む水 B) アセトニトリル
グラジエント	時間 (分) %B 流量 (mL/min)
	0 85 0.4
	2.0 85 0.4
	4.0 60 0.4
6.0 60 0.4	
ポストタイム	4分

MS 条件

パラメータ	設定値
ガス温度	250 °C
ガス流量	7 L/min
ネブライザ	35 psi
シースガスヒーター	325 °C
シースガス流量	11 L/min
キャピラリー	3500 V (POS)
ノズル	300 V
データ取り込み	MRM (表 1 参照)

表 1. ターゲット化合物の MRM 条件

分析対象物	プリカーサイオン (m/z)	プロダクトイオン (m/z)	フラグメンタ (V)	CE (V)
アンプロリウム	243.1	150.1	135	10
		94.1	135	5

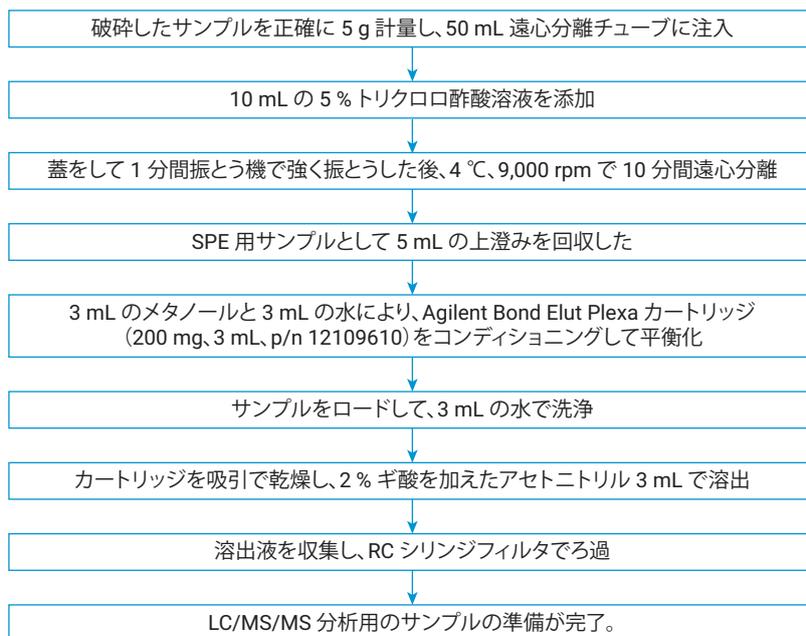


図 1. サンプル前処理のワークフロー図

結果と考察

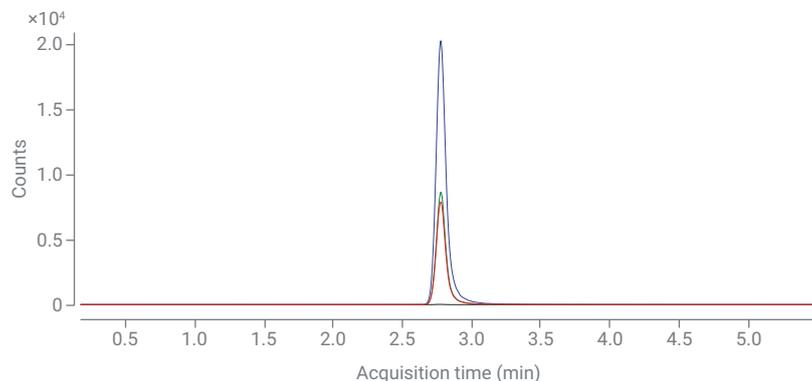


図 2. アンプロリウムの MRM クロマトグラム。250 ng/mL のアンプロリウム標準原液（青）、SPE クリーンアップ済み鶏卵マトリックスにアンプロリウムをポストスパイクした結果（終濃度 250 ng/mL、緑）、100 ng/g の濃度でアンプロリウムを鶏卵にプレススパイクした結果（赤）、鶏卵のブランクサンプル（黒）

表 2. メソッドの回収率と RSD

分析対象物	スパイクレベル (ng/g)	回収率 (%)			平均回収率 (%)	RSD% (n = 3)
アンプロリウム	10	71.6	66.4	74.4	70.8	5.7
	20	83.3	79.9	82.7	82.0	2.2
	100	91.3	89.5	95.7	92.2	3.5

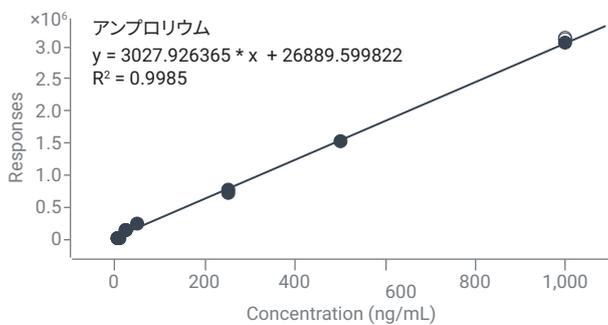


図 3. 鶏卵サンプルにスパイクしたアンプロリウムの検量線

結論

Agilent Bond Elut Plexa と LC/MS/MS を用いたシンプルなメソッドにより、鶏卵中のアンプロリウムを高速かつ高い信頼性で分析しています（表 2）。マトリックス効果は 40 %（図 2）、定量下限は 10 ng/g、検出下限は 1 ng/g です（図 3）。今回のメソッドでは、優れた成分回収率、再現性、およびシンプルなワークフローを実現しています。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンター

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 1, 2020
5994-1945JAJP
DE.2886574074