

QuEChERS キットと Agilent Bond Elut EMR-Lipid クリーンアップを用いた LC/MS/MS による鶏肉および鶏卵中のフィプロニルと代謝物の分析

著者

Cuiling Wu and Limian Zhao
Agilent Technologies, Inc.

概要

本研究では、鶏肉と鶏卵に含まれるフィプロニルと代謝物の定量分析用に開発したメソッドについて述べます。開発したメソッドでは、Agilent QuEChERS 抽出キットの後に Agilent Bond Elut EMR-Lipid でクリーンアップして 6470 LC/MS/MS で分析を実施しました。このメソッドは、フィプロニルの食品汚染危機に起因する新たなアプリケーション試験の要求に対して信頼できるソリューションを提供し、回収率および再現性はほぼ満足できるものでした。

実験方法

ターゲット化合物

このアプリケーションノートでは、フィブロニル、フィブロニルスルホン、フィブロニルスルホキシド、およびフィブロニルデスルフィニルの 4 種類のターゲット化合物を対象とします。

機器メソッド

サンプルは、Agilent 1290 Infinity II バイナリポンプ (G7120A)、Agilent 1290 Infinity II 高性能オートサンプラ (G7167B)、Agilent 1290 Infinity II サーマスタットカラムコンパートメント (G7116B) で構成される Agilent 1290 Infinity LC システムで分析しました。この UHPLC システムを、Agilent Jet Stream エレクトロスプレーイオンソースを備えた Agilent G6470 トリプル四重極 LC/MS システムに接続して使用しました。データの取得と分析には、MassHunter ワークステーションソフトウェアを用いました。

HPLC 条件

パラメータ	設定値
カラム	Agilent InfinityLab Poroshell 120 EC-C18, 75 × 3.00 mm, 2.7 μm (p/n 697975-302)
流量	0.4 mL/min
カラム温度	40 °C
注入量	5 μL
移動相	A) 水 B) MeOH
グラジエント	時間 (min) %B 流量 (mL/min)
	0 60 0.4
	3.0 80 0.4
	5.0 98 0.4
	7.0 98 0.4
7.7 60 0.4	
ポストタイム	2.5 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	0 V (POS) 3,500 V (NEG)
データ取り込み	MRM は表 1 のとおり

表 1. ターゲット化合物の MRM 条件

分析対象物	極性	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)
フィブロニルスルホン	負	450.9	415	135	15
			282	135	10
フィブロニル	負	434.9	330	120	15
			250	120	30
フィブロニルスルホキシド	負	418.9	383	110	10
			262	110	30
フィブロニルデスルフィニル	負	386.9	351	100	10
			282	100	35

サンプル抽出

サンプル前処理には次の製品を使用しました。

- Agilent Bond Elut EN QuEChERS 抽出キット (p/n 5982-5650)
- Agilent Bond Elut EMR - Lipid dSPE 15 mL チューブ (p/n 5982-1010)
- Agilent Bond Elut EMR - Lipid 脱水キットパック (p/n 5982-0102)
- Agilent セラミックホモジナイザ 50 mL チューブ (p/n 5982-9313)
- Agilent Captiva ナイロンシリンジ フィルタ、0.2 μm 、13 mm (p/n 5190-5133)

図 1 に手順を示します。

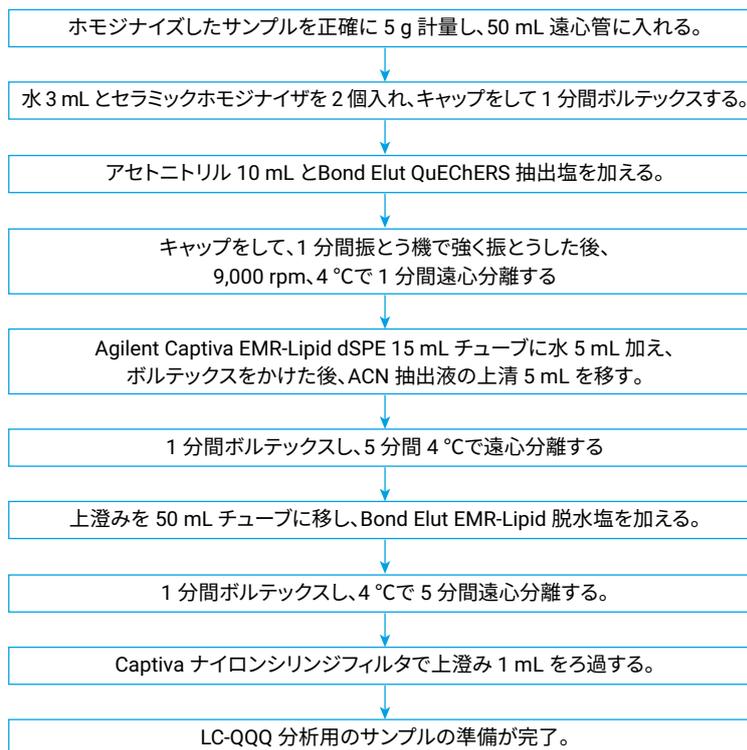


図 1. サンプル前処理のワークフローチャート

結果と考察

表 2. メソッドの回収率とRSD

分析対象物	添加濃度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	鶏肉		鶏卵	
		回収率 (%)	RSD% (n = 3)	回収率 (%)	RSD% (n = 3)
フィブロニルデスルフィニル	1	97.0	5.4	96.0	6.3
	5	101.5	4.0	91.1	1.2
	20	91.3	4.7	97.1	4.5
フィブロニルスルホン	1	94.4	3.2	99.7	3.7
	5	101.6	3.5	98.7	5.4
	20	98.2	5.3	91.2	4.5
フィブロニルスルフィド	1	97.9	3.9	94.6	5.3
	5	101.2	2.1	99.9	6.1
	20	92.4	3.7	101.5	5.5
フィブロニル	1	94.2	4.5	86.4	4.1
	5	99.8	4.2	97.8	5.1
	20	96.0	5.5	93.8	3.3

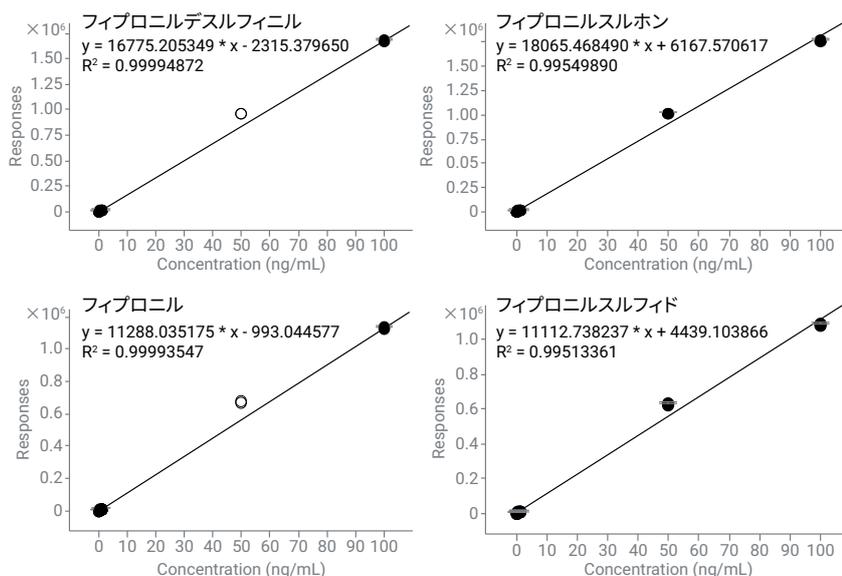


図 2. 鶏肉サンプルの検量線

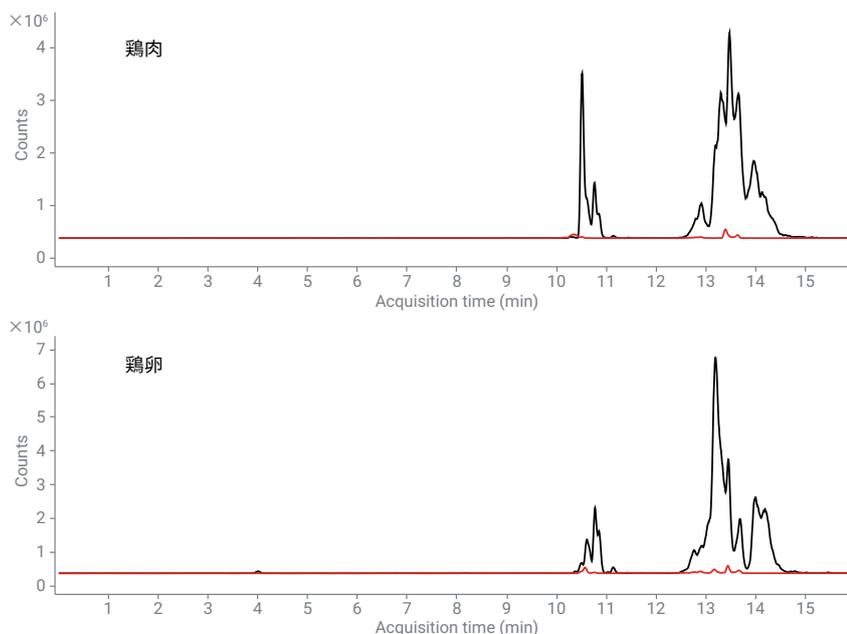


図 3. サンプルマトリックスからのリン脂質 (PL) の除去サンプルクロマトグラム (黒) : 従来の C18 + PSA クリーンアップで調製したサンプルの PL プロファイル。サンプルクロマトグラム (赤) : Bond Elut EMR-Lipid クリーンアップで調製したサンプルの PL プロファイル

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 28, 2020
5994-2006JAJP
DE.271111111

結論

LC/MS/MS による鶏肉および鶏卵中のフィブロニルおよび代謝産物の迅速かつ信頼性の高い分析を目的とした新規メソッドを確立しました。開発したメソッドは、QuEChERS 抽出キットを使用した後 Bond Elut EMR-Lipid クリーンアップを用いる方法です。開発したメソッドにより、分析対象物の優れた回収率と再現性、効率的なマトリックス洗浄が実現し、ワークフローを簡素できました。