

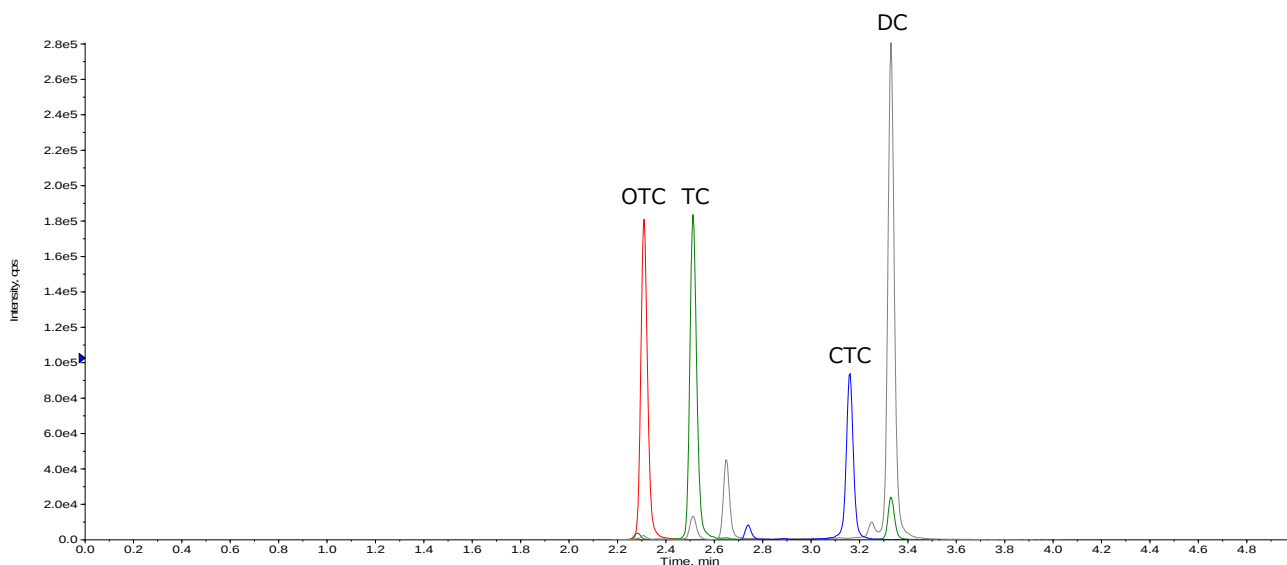
テトラサイクリン系抗生物質 Tetracycline antibiotics

テトラサイクリン(TC: Tetracycline)、オキシテトラサイクリン(OTC: Oxytetracycline)、クロルテトラサイクリン(CTC: Chlortetracycline)、ドキシサイクリン(DC: Doxycycline)はテトラサイクリン系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使用して、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。

Key words : テトラサイクリン系抗生物質 金属配位 Metal-free column
Column : USP category: L1

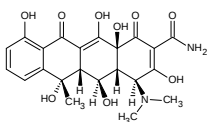
[Analytical conditions]

Column : L-column2 ODS (C18, 3 μ m, 12 nm), 2.0 mm I.D. $\times$ 50 mm L., Metal-free column; Cat. No. 731140
Eluent : 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(+)
Injection volume : 5 μ L
System : LC: Ultimate 3000 Bio RS (Thermo Fisher Scientific K.K.); MS/MS: 3200 Q TRAP (AB Sciex)

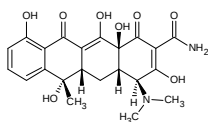


Sample:

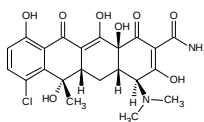
Oxytetracycline (OTC)
オキシテトラサイクリン
 m/z 461 $\rightarrow$ 426



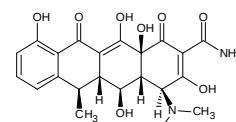
Tetracycline (TC)
テトラサイクリン
 m/z 445 $\rightarrow$ 410



Chlortetracycline (CTC)
クロルテトラサイクリン
 m/z 479 $\rightarrow$ 410



Doxycycline (DC)
ドキシサイクリン
 m/z 445 $\rightarrow$ 428

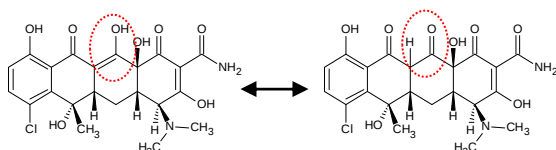


Sample solvent: H₂O
0.5 mg/L each

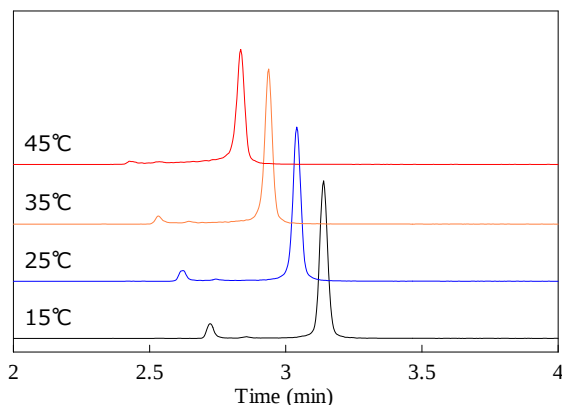
2015.10 Saka

■ クロルテトラサイクリン、ドキシサイクリンのカラム温度の比較

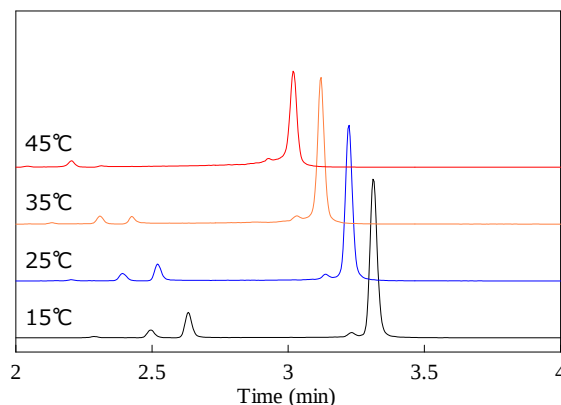
テトラサイクリン類にはケトエノール(Keto-Enol)互変異性が存在し、特にクロルテトラサイクリンやドキシサイクリンのピークブレイディングが起こります。カラム温度を15℃に設定することで、この変化を抑えることができ、ピークブレイディングや感度が改善されました。



ケトエノール互変異性(クロルテトラサイクリン)



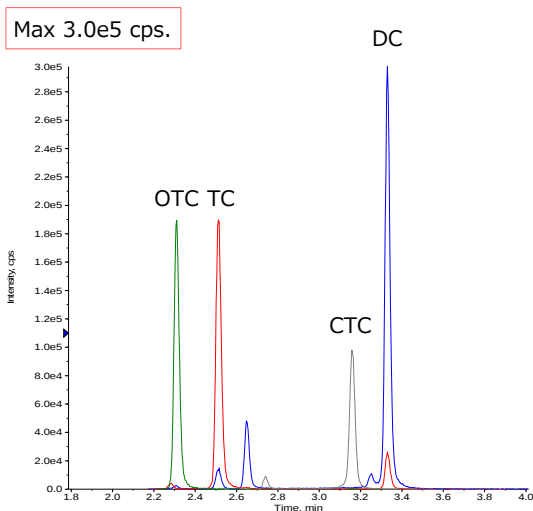
温度の違いによる比較(クロルテトラサイクリン)



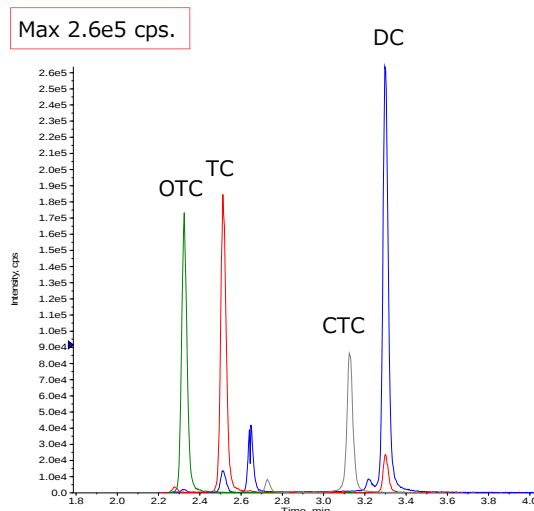
温度の違いによる比較(ドキシサイクリン)

■ メタルフリーカラムとステンレスカラムの比較

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、ピークブレイディ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。システムは、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。



メタルフリーカラム(2.0 mm I.D. × 50 mm L.)



ステンレスカラム(2.1 mm I.D. × 50 mm L.)

2015.10 Saka