

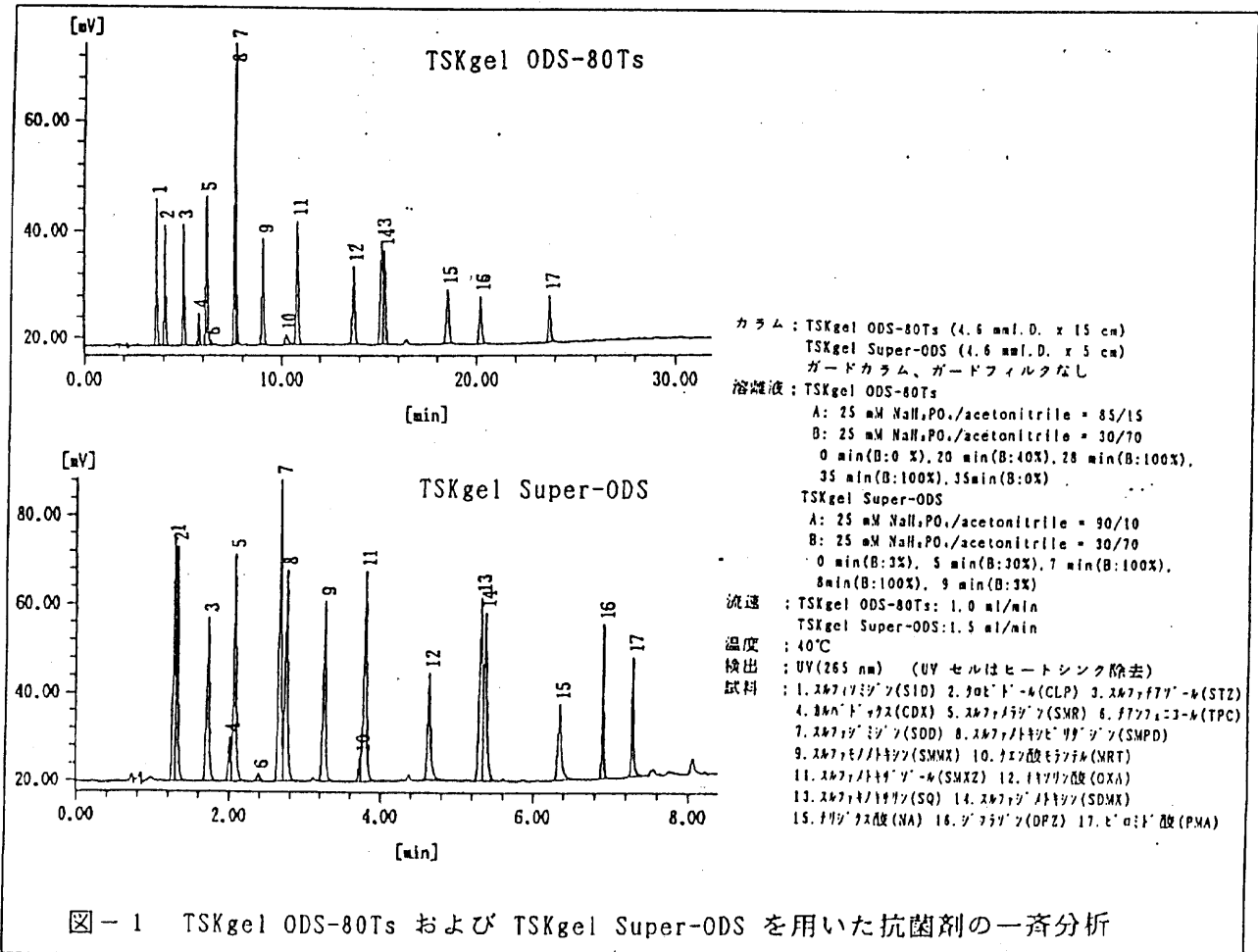
TSKgel Super-ODSを用いた抗菌性物質の一斉分析

家畜や養殖魚などの畜水産物には、生産性向上や感染症予防対策として種々の抗菌性物質（合成抗菌剤および抗生物質）が使用されていますが、これら抗菌性物質の畜水産物への残留が見られ、食品としての安全性が問題となっています。そのため残留物質について簡便な一斉分析法の整備が必要となっており、HPLC（代表例として TSKgel ODS-80Ts）を用いた一斉分析法が、現在答申中です（詳細は、メールグラム10月号で文献紹介予定）。しかしこの分析では、分析時間が約40分と長く、また各物質を全て完全分離することはできないため、検出器にMCPDを使用する必要があります。このような理由から、さらに簡便な方法が期待されます。

ODSカラムにおいて、従来の分析時間を短縮する手段としては TSKgel Super-ODS による分析が考えられるので、この抗菌性物質の分析を試みました。

今回の一斉分析では、17種（答申は21種）について検討しましたが、TSKgel ODS-80Ts による分析でも非常に保持力の弱いサンプルがあるため、TSKgel Super-ODS では答申中の溶離条件では分離がやや悪くなってしまいます（グラジエント条件は、4分の1に短縮しています）。そのため溶離条件の初期有機溶媒濃度を15%から10%へ減らした最適条件で分離すると、TSKgel ODS-80Ts の分離パターンにかなり類似してきます（図-1）。しかし根本的に吸着の弱い成分の分離は改善できませんでしたので溶離液の組成を 25 mM NaH₂PO₄（約 pH 4.5）から 0.1% リン酸（約 pH 2.5）に変更し、かつ溶媒組成を最適化して分析したところ、17種の抗菌性物質について、全て相互分離できるようになりました（図-2）。分析時間も約8分で、従来の約4分の1に短縮できました。尚、答申中の分離パターンに比べ、一部溶出順序の変化が見られました（SMR, CDX, TPC, SDD）。

このように TSKgel Super-ODS を用いると、従来の5マイクロンODSによる分離が、約4分の1の時間で分析できるようになります。尚、保持力の弱い試料を含む場合は、5%程度有機溶媒濃度を下げる等の条件変更でほぼ同じ分離パターンが得られます。



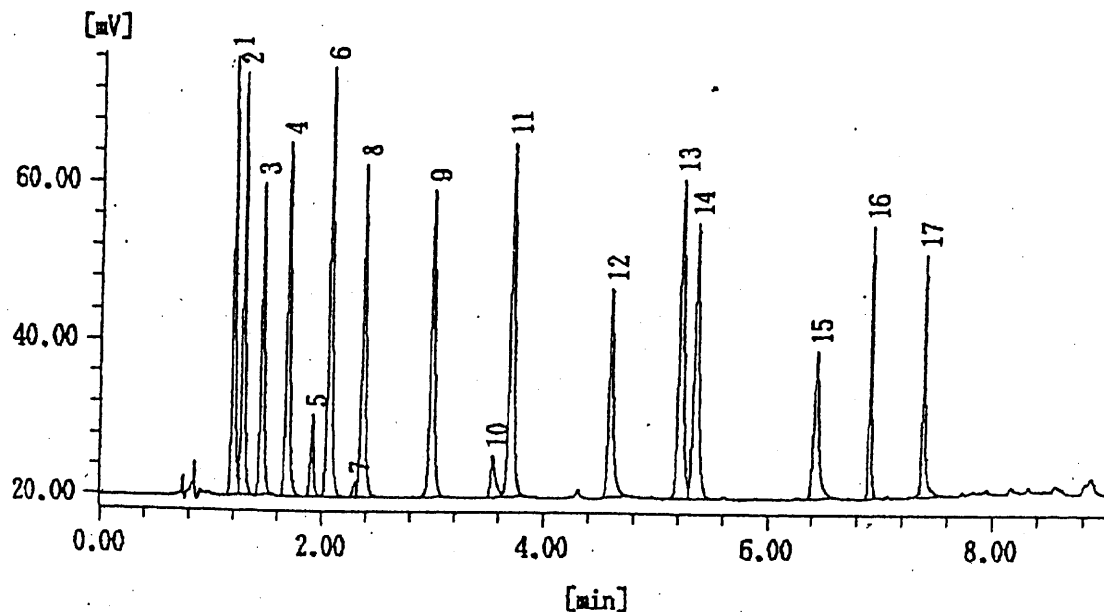


図-2 TSKgel Super-ODSを用いた抗菌剤の超高速一斉分析

カラム ; TSKgel Super-ODS (4.6 mm I.D. x 5 cm) ガードフィルタなし

溶離液 ; A: 0.1% リン酸 / アセトニトリル = 90/10

B: 0.1% リン酸 / アセトニトリル = 30/70

0 min (B: 3%), 5 min (B: 30%), 7 min (B: 100%), 8 min (B: 100%), 9 min (B: 0%)

流速 ; 1.5 ml/min

温度 ; 40°C

検出 ; UV (265 nm) (UV セルはヒートシンク除去)

試料 ; 抗菌性物質 (10 μl, 2 μg/ml each)

1. スルフィゾジゾン (SID) 2. クロビドール (CLP) 3. スルファチアゾール (STZ) 4. スルファミラジソン

5. カルバドックス (CDX) 6. スルファジミジソン (SDD) 7. スルファメトキシピリダジソン (SMPD)

8. チアゾフェニコール (TPC) 9. スルファモメトキシソン (SMMX) 10. クエン酸モラントール (MRT)

11. スルファメキサゾール (SMXZ) 12. オキシリソ酸 (OXA) 13. スルファキノキサリン (SQ)

14. スルファジメトキシソン (SDMX) 15. ナリジクス酸 (NA) 16. ジフラゾソン (DFZ) 17. ヒロミド酸 (PMA)