

## 5種類のYMC-Triart 逆相カラムによる下痢性貝毒のLC/MS/MS分析例

### ーカラムスクリーニングによる最適なカラムの検討ー

D150706A

国内では昭和55年7月に下痢性貝毒について、マウス毒性試験による規制値0.05 MU（マウスユニット）を超える貝類の流通を規制してきましたが、海外では既により高精度な機器分析法が導入されています。国内では「下痢性貝毒（オカダ酸群）の検査について」（平成27年3月6日付け食安基発0306第3号及び食安監発0306第1号）に示され、オカダ酸（OA）、ジノフィシストキシン-1（DTX1）及びジノフィシストキシン-2（DTX2）並びにそれらのエステル化合物が機器分析法の対象となりました。この通知には、オカダ酸群の分析操作例と妥当性確認の方法が示されており、各検査機関では、この分析操作例を参考に検査法を検討することができます。

本データシートでは、オカダ酸群分析操作例に基づき5種類のYMC-Triart 逆相カラムを用い分離選択性の評価を行いました。

### オカダ酸群分析操作例



### 測定条件

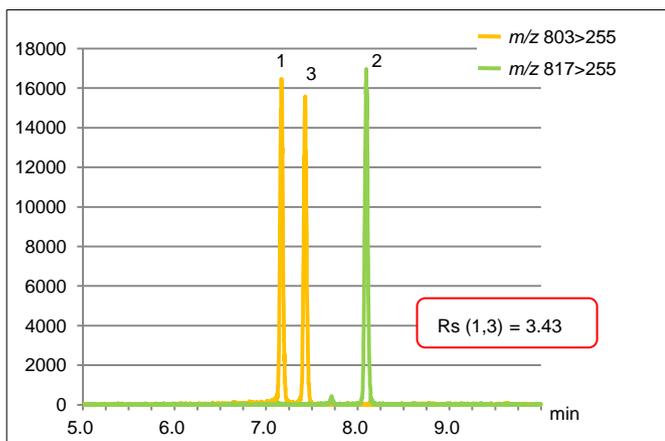
Column	: YMC-Triart C18 (1.9 μm, 12 nm) YMC-Triart C18 ExRS (1.9 μm, 8 nm) YMC-Triart C8 (1.9 μm, 12 nm) YMC-Triart Phenyl (1.9 μm, 12 nm) YMC-Triart PFP (1.9 μm, 12 nm) 75 X 2.1 mm I.D.
Eluent	: A) water containing 2 mM HCOONH <sub>4</sub> and 50 mM HCOOH B) acetonitrile/water (95/5) containing 2 mM HCOONH <sub>4</sub> and 50 mM HCOOH 40%B (0-2.5 min), 40%-100%B (2.5-7.5 min), 100%B (7.5-12.5 min)
Temperature	: 40°C
Flow rate	: 0.2 mL/min
Injection	: 5 μL
Detection	: AB SCIEX QTRAP® 4500, ESI, Negative, MRM Okadaic acid ( <i>m/z</i> 803>255) Dinophysistoxin-1 ( <i>m/z</i> 817>255) Dinophysistoxin-2 ( <i>m/z</i> 803>255)

### YMC-Triart 逆相カラムのラインナップ

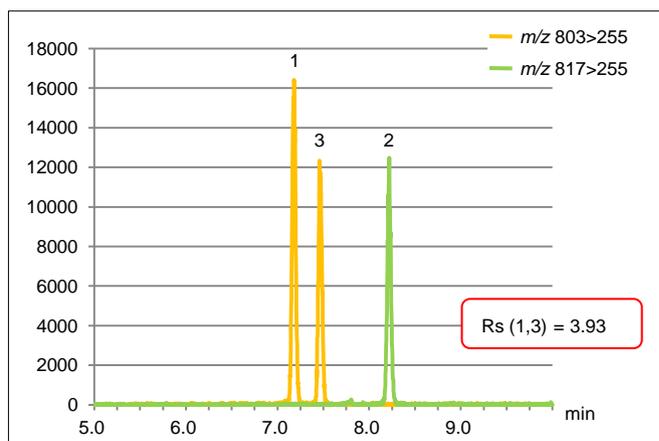
官能基	Triart C18	Triart C18 ExRS	Triart C8	Triart Phenyl	Triart PFP
	Si-C <sub>18</sub> H <sub>37</sub> 汎用タイプ	Si-C <sub>18</sub> H <sub>37</sub> 高C18密度タイプ	Si-C <sub>8</sub> H <sub>17</sub>		
基材	有機シリカハイブリッド				
粒子径	1.9 μm, 3 μm, 5 μm				
細孔径	12 nm	8 nm	12 nm		
官能基結合様式	トリファンクショナル				
エンドキャッピング	あり				なし
使用pHレンジ	1~12			1~10	1~8
使用温度上限	70°C for pH 1~7, 50°C for pH 7~12			50°C	
水100%移動相使用	○	×	×	○	○
USP分類	L1	L1	L7	L11	L43

マトリックス添加標準溶液のLC/MS/MSクロマトグラム (ほたて貝全体 5 ppb添加)

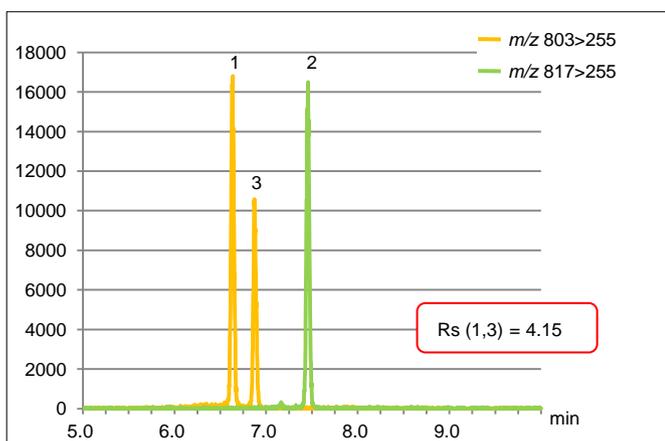
YMC-Triart C18



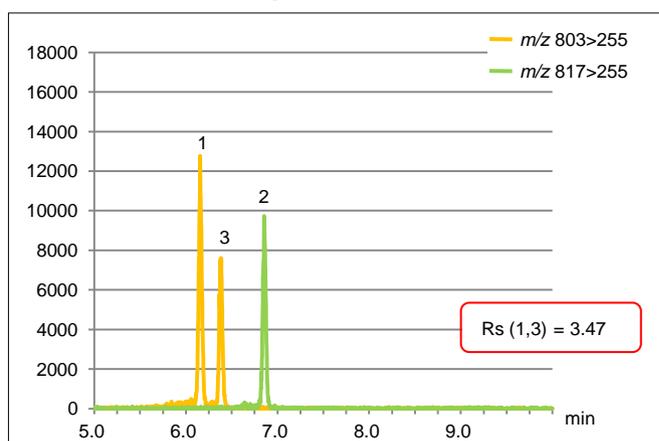
YMC-Triart C18 ExRS



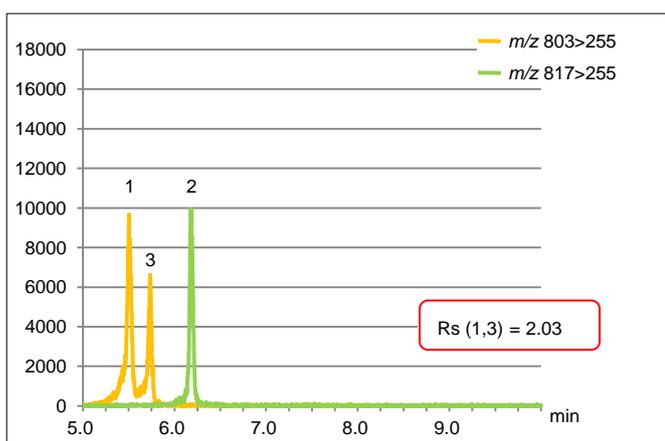
YMC-Triart C8



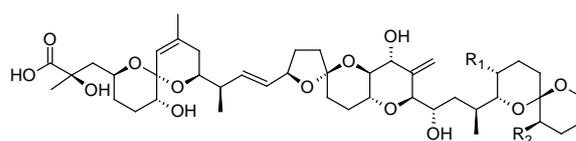
YMC-Triart Phenyl



YMC-Triart PFP



オカダ酸群の化学構造式



	R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub>
1. Okadaic acid (OA)	CH <sub>3</sub>	H
2. Dinophysistoxin-1 (DTX1)	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>
3. Dinophysistoxin-2 (DTX2)	H	CH <sub>3</sub>

YMC-Triart 逆相カラムを用いて分離選択性を比較した結果、Triart C18, Triart C18 ExRS, Triart C8で良好なクロマトグラムが得られました。オカダ酸とジノフィシトキシン-2は観測イオンが同じですが、毒性等価係数が異なるため評価にはLCでの分離が必須となります。移動相に50 mMギ酸を含む低pH条件なので、pH1から使用可能な耐酸性に優れたYMC-Triart 逆相カラムが有効です。