

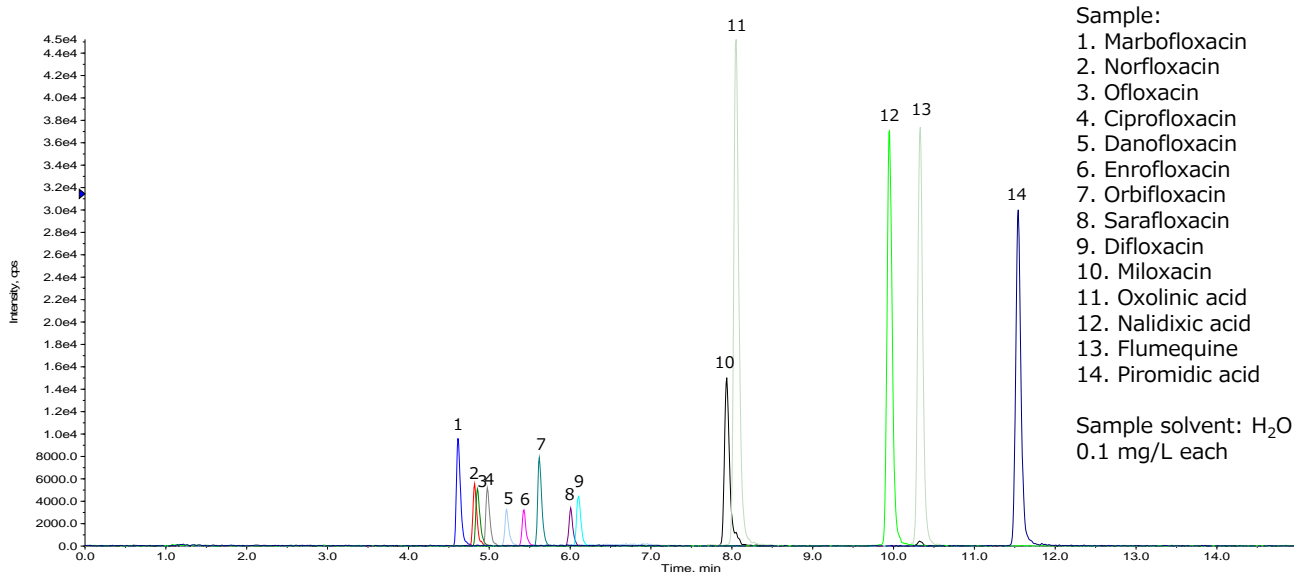
キノロン系抗菌剤 Quinolone antimicrobials

キノロン系抗菌剤は、キノリン骨格の一ヶ所をカルボニル基で置き換えた構造を持つ合成抗菌剤として知られています。また、カルボニル基を有する化学構造のため、金属とキレートを作りやすい物質としても知られています。ここでは、メタルフリーカラムを用いて金属とのキレート形成を抑制した液体クロマトグラフィー/質量分析法(LC/MS/MS)により、キノロン系抗菌剤の一斉分析を行いました。

Key words : キノロン系抗菌剤 Metal-free column メタルフリーカラム ショートカラム 医薬品
Column : USP category: L1

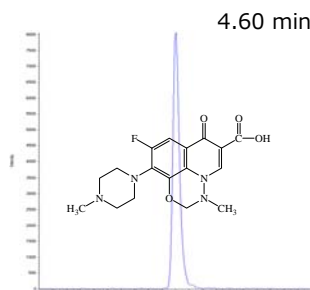
[Analytical conditions]

Column : L-column2 ODS (C18, 3 μ m, 12 nm), 2.0 mm I.D. \times 150 mm L., Metal-free column; Cat. No. 731020
Eluent : A: CH₃CN, B: 0.1% HCOOH in H₂O
A/B, 5/95-65/35 (0-15 min)
Flow rate : 0.3 mL/min
Temperature : 40°C
Detection : ESI-MS/MS(+)
Injection volume : 1 μ L
System : LC: Ultimate 3000 Bio RS (Thermo Fisher Scientific K.K.); MS/MS: 3200 Q TRAP (Sciex)

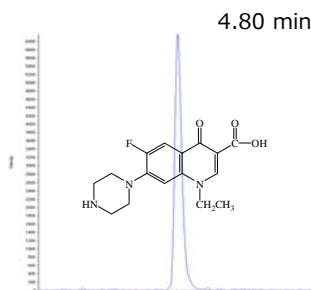


■ Extracted Ion Chromatogram

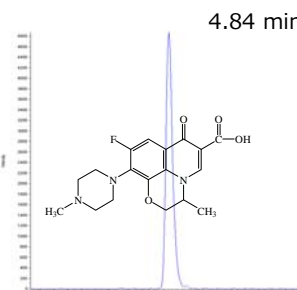
1. Marbofloxacin (MBFX)
マルボフロキサシン
Q1(m/z) 363, Q3(m/z) 72



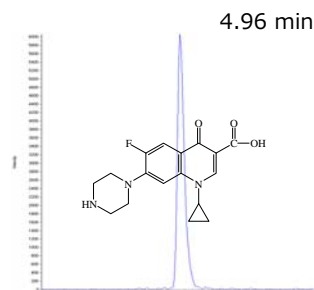
2. Norfloxacin (NFLX, NFX)
ノルフロキサシン
Q1(m/z) 320, Q3(m/z) 302



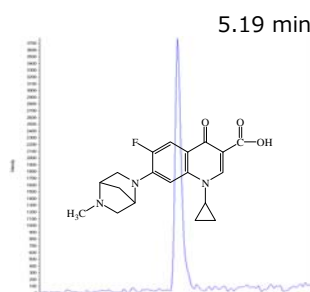
3. Ofloxacin (OFLX)
オフフロキサシン
Q1(m/z) 362, Q3(m/z) 261



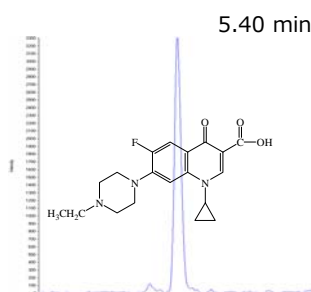
4. Ciprofloxacin (CPFX)
シプロフロキサシン
Q1(m/z) 332, Q3(m/z) 314



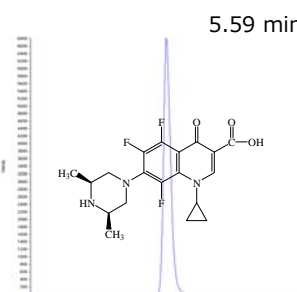
5. Danofloxacin (DNFX)
ダノフロキサシン
Q1(m/z) 358, Q3(m/z) 340



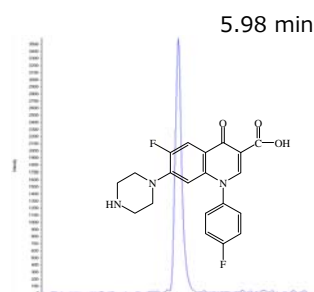
6. Enrofloxacin (ERFX)
エンロフロキサシン
Q1(m/z) 360, Q3(m/z) 342



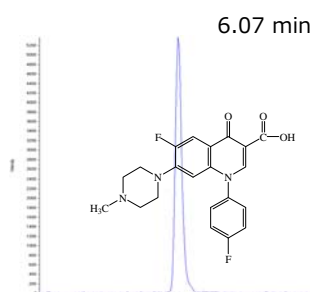
7. Orbifloxacin (OBFX)
オルビフロキサシン
Q1(m/z) 396, Q3(m/z) 352



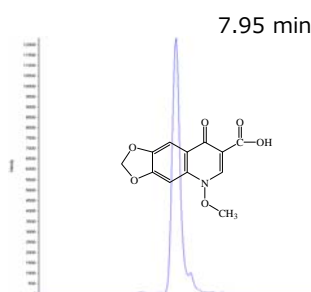
8. Sarafloxacin (SRFX)
サラフロキサシン
Q1(m/z) 386, Q3(m/z) 368



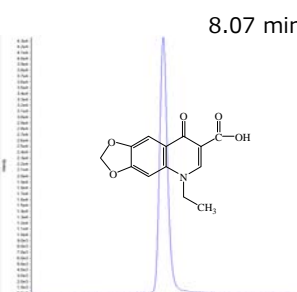
9. Difloxacin (DFLX)
ジフロキサシン
Q1(m/z) 400, Q3(m/z) 382



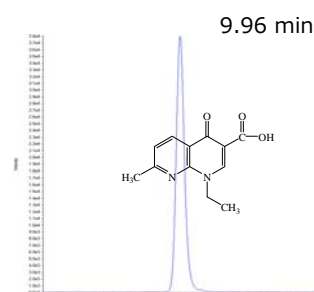
10. Miloxacin (MLX)
ミロキサシン
Q1(m/z) 264, Q3(m/z) 246



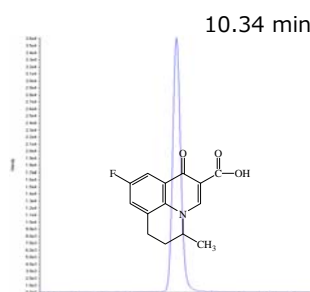
11. Oxolinic acid (OA)
オキソリン酸
Q1(m/z) 262, Q3(m/z) 244



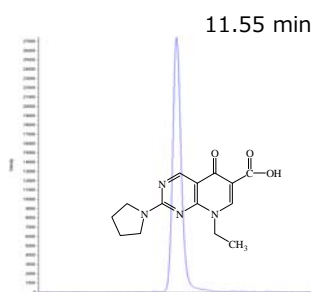
12. Nalidixic acid (NA)
ナリジクス酸
Q1(m/z) 233, Q3(m/z) 215



13. Flumequine (FMQ)
フルメキン
Q1(m/z) 262, Q3(m/z) 244



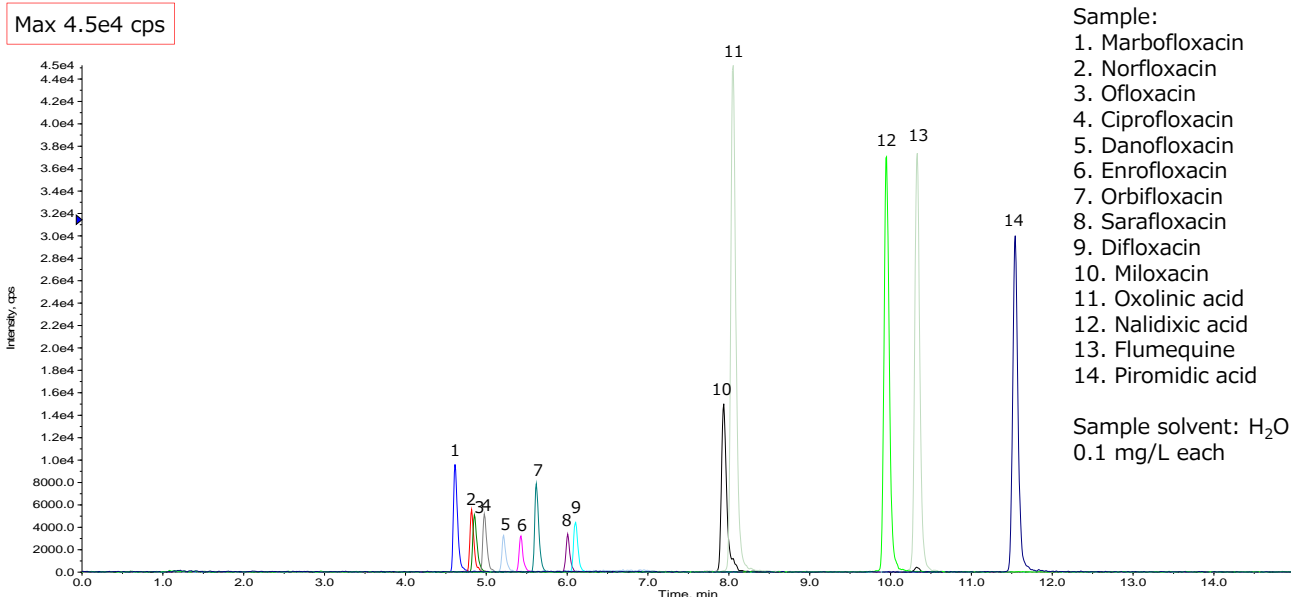
14. Piromidic acid (PA)
ピロミド酸
Q1(m/z) 289, Q3(m/z) 271



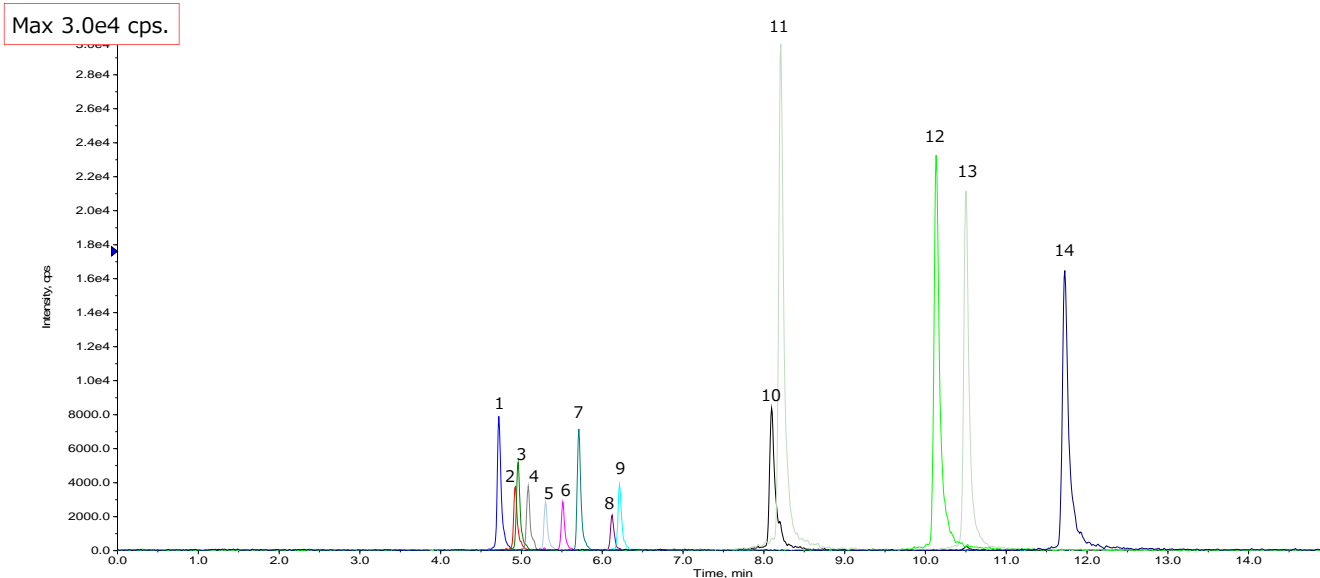
2016.02 Naka

■ 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キノロン系抗菌剤が吸着して、ピークテーリ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キノロン系抗菌剤のシャープなピークが得られました。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. × 150 mm L.)



ステンレスカラム(2.1 mm I.D. × 150 mm L.)

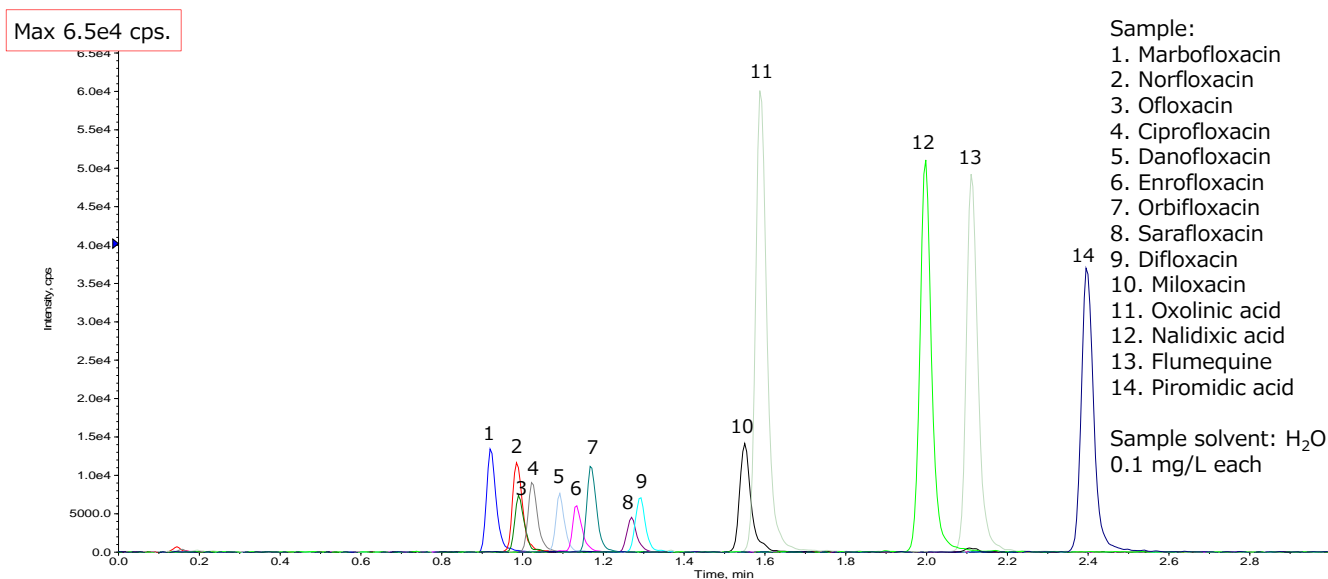
2016.02 Naka

■ メタルフリーカラム(ショートカラム, カラム長さ30 mm)を用いたLC/MS/MSによる分析

キノロン系抗菌剤は、動物用医薬品としても用いられ、食品衛生法に基づくポジティブリスト制度により食品への残留が規制されています。近年、輸入食品の増加に伴い、分析の迅速化が求められています。ここでは、カラム長さ150 mmでの分析条件を応用し、カラム長さ30 mmを用いて一斉分析を行いました。その結果、メタルフリーカラム(ショートカラム)と、L-column2 充填剤の組合せの効果により、高感度で、良好なピークが得られ、大幅に分析時間を短縮したハイスループット分析が可能となりました。

[Analytical conditions]

Column : L-column2 ODS (C18, 3 μ m, 12 nm), 2.0 mm I.D. \times 30 mm L., Metal-free column; Cat. No. 731630
 Eluent : A: CH₃CN, B: 0.1% HCOOH in H₂O
 A/B, 5/95-50/50 (0-3 min)
 Flow rate : 0.6 mL/min
 Temperature : 40°C
 Detection : ESI-MS/MS(+)
 Injection volume : 1 μ L
 System : LC: Ultimate 3000 Bio RS (Thermo Fisher Scientific K.K.); MS/MS: 3200 Q TRAP (Sciex)



2016.02 Naka