

キノロン系抗菌薬 Quinolone antibiotics

キノロン系抗菌剤は、キノリン骨格の1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。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。カルボニル基を有する化学構造の為、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、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。

キーワード : C18, ODS, オクタデシルシリル化シリカゲル, キノロン系抗菌薬
Key words : Octadecyl silanized silica gel, Peptides, Quinolone antibiotics
Column : L-column3 C18 (USP category: L1)

[Analytical conditions]

Column : L-column3 C18 (C18, 3 μ m, 12 nm); 2.1 mm I.D. $\times$ 150 mm L.; Cat. No. 811020
Eluent : Fig. 1: A: CH₃CN; B: 5 mM NH₃ in H₂O, Fig. 2: A: CH₃CN; B: 5 mM HCOOH in H₂O
A/B, 1/99-60/40 (0-15 min)
Flow rate : 0.3 mL/min
Temperature : 40 $^{\circ}$ C
Detection : ESI-MS/MS(+)
Injection volume : 1 μ L (50 μ g/L in CH₃CN)
System : MS/MS: 3200 Q TRAP (SCIEX)
Sample : 動物薬混合標準溶液: PL動物薬LC/MS Mix 2(キノロン剤)(林純薬工業株)を希釈調製

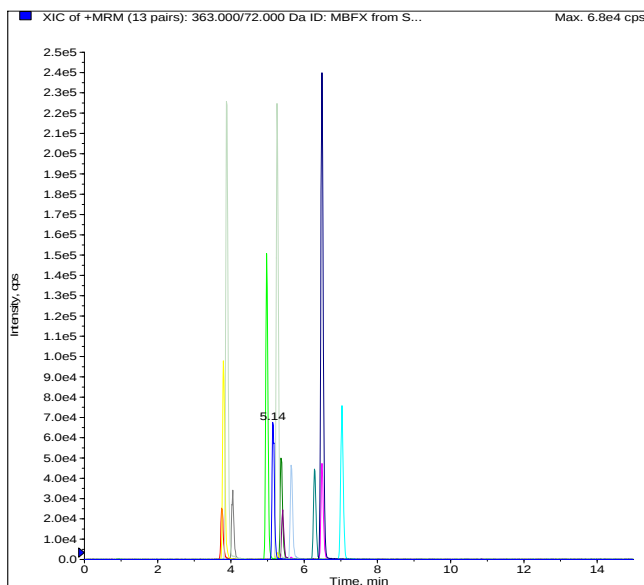


Fig. 1 Mass chromatogram of Quinolone antibiotics.
(Alkaline solution)

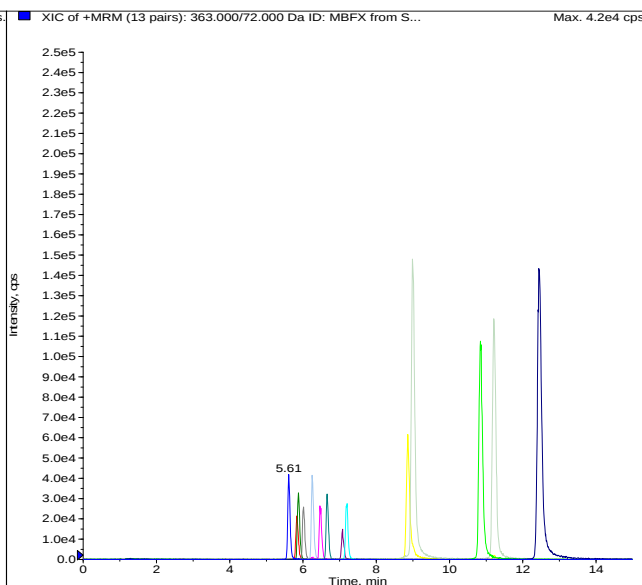
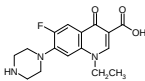
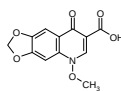
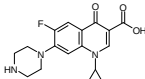
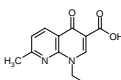
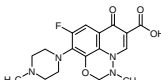
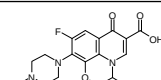
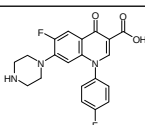
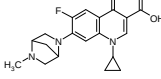
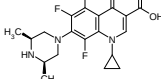
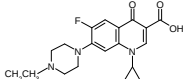
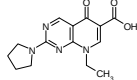
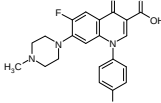


Fig. 2 Mass chromatogram of Quinolone antibiotics.
(Acidic solution)

アルカリ性条件では酸性条件と比較して、検出感度が向上し、ピーク形状が改善しました。

Table Retention time and S/N of Quinolone antibiotics.

		アルカリ性溶離液				酸性溶離液			
		保持時間	面積	高さ	S/N	保持時間	面積	高さ	S/N
Norfloxacin (NFLX) ノルフロキサシン		3.756	122529	24252	728	5.836	105147	20699	621
Miloxacin (MLX) ミロキサシン		3.802	443246	93837	3753	8.864	427509	58740	2350
Ciprofloxacin (CPFX) シプロフロキサシン		4.046	148123	31034	931	6.016	118978	23908	717
Nalidixic acid (NA) ナリジクス酸		4.979	649281	143017	5721	10.849	797504	105005	4200
Marbofloxacin (MBFX) マルボフロキサシン		5.153	303373	64530	1936	5.614	185104	38660	1160
Ofloxacin (OFLX) オフロキサシン		5.374	236872	49362	1481	5.876	154683	31453	944
Sarafloxacin (SRFX) サラフロキサシン		5.412	111651	23093	693	7.081	63483	12752	383
Danofloxacin (DNFX) ダノフロキサシン		5.650	227036	44984	1350	6.257	188702	39515	1185
Orbifloxacin (OBFX) オルビフロキサシン		6.287	217647	42757	1283	6.660	147982	30649	919
Enrofloxacin (ERFX) エンロフロキサシン		6.490	214446	45217	1357	6.475	123869	24015	720
Piromidic acid (PA) ピロミド酸		6.486	1107672	224547	8982	12.453	1233750	138849	5554
Difloxacin (DFLX) ジフロキサシン		7.031	365741	71718	2152	7.192	135803	26028	781

(第23回LC&LC/MSテクノプラザ2018, 第24回LC&LC/MSテクノプラザ2019, 第66回質量分析総合討論会2018)ポスター発表