

L-column2 Application Data Sheet for LC

Application No. L2131

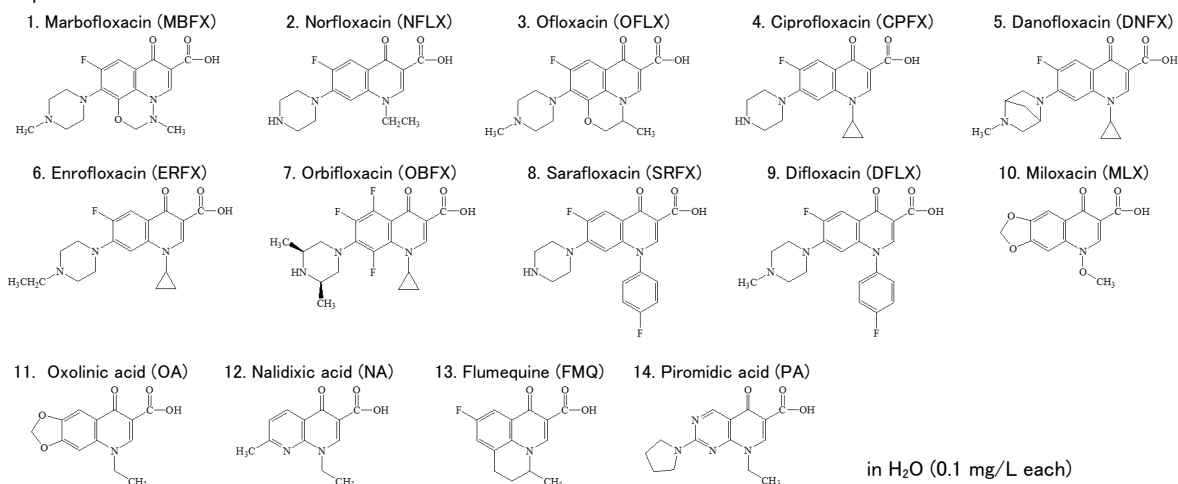
キノロン系抗菌剤の一斉分析(LC/MS/MS)

Analysis of Quinolone antimicrobials by LC/MS/MS

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。また、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。

キーワード : キノロン系抗菌剤; メタルフリーカラム; LC/MS/MS
Key words : Quinolone antimicrobial; Metal-free column; LC/MS/MS
Column : L-column2 ODS (USP category : L1)

Sample :



[Analytical conditions]

Column : L-column2 ODS (C18, 3 μ m, 12 mm); Cat. No. 731020
Column size : 2.0 mm I.D. \times 150 mm L.; Metal-free column
Mobile phase : 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(+)
Inj. Vol. : 1 μ L
System : LC: Ultimate 3000 Bio RS (Thermo Fisher Scientific K.K.); MS/MS: 3200 Q TRAP (Sciex)

■キノロン系抗菌剤の一斉分析

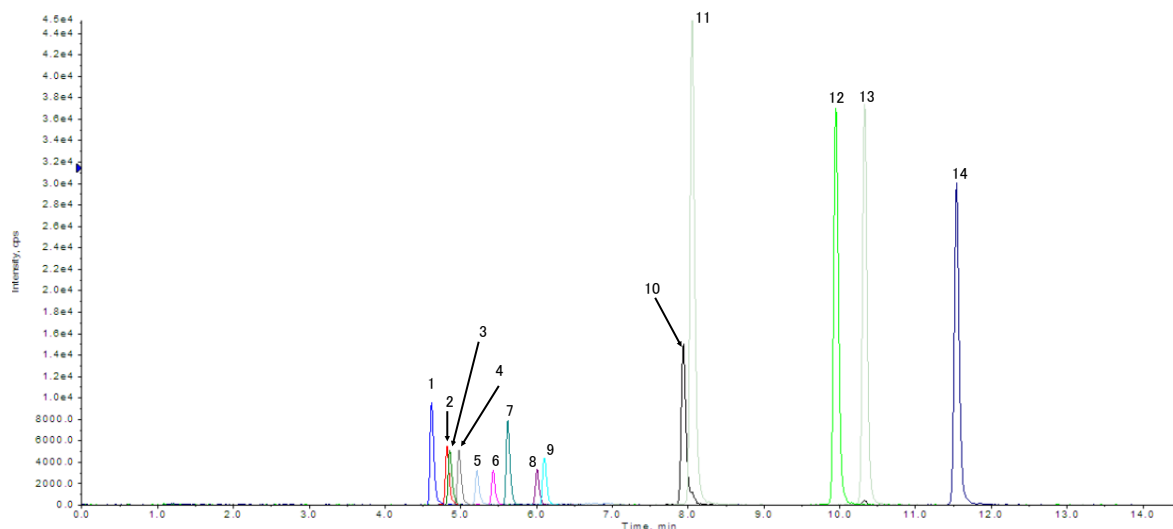


Fig. 1 Mass chromatogram of Quinolone antimicrobials using LC/MS/MS

Extracted Ion Chromatogram

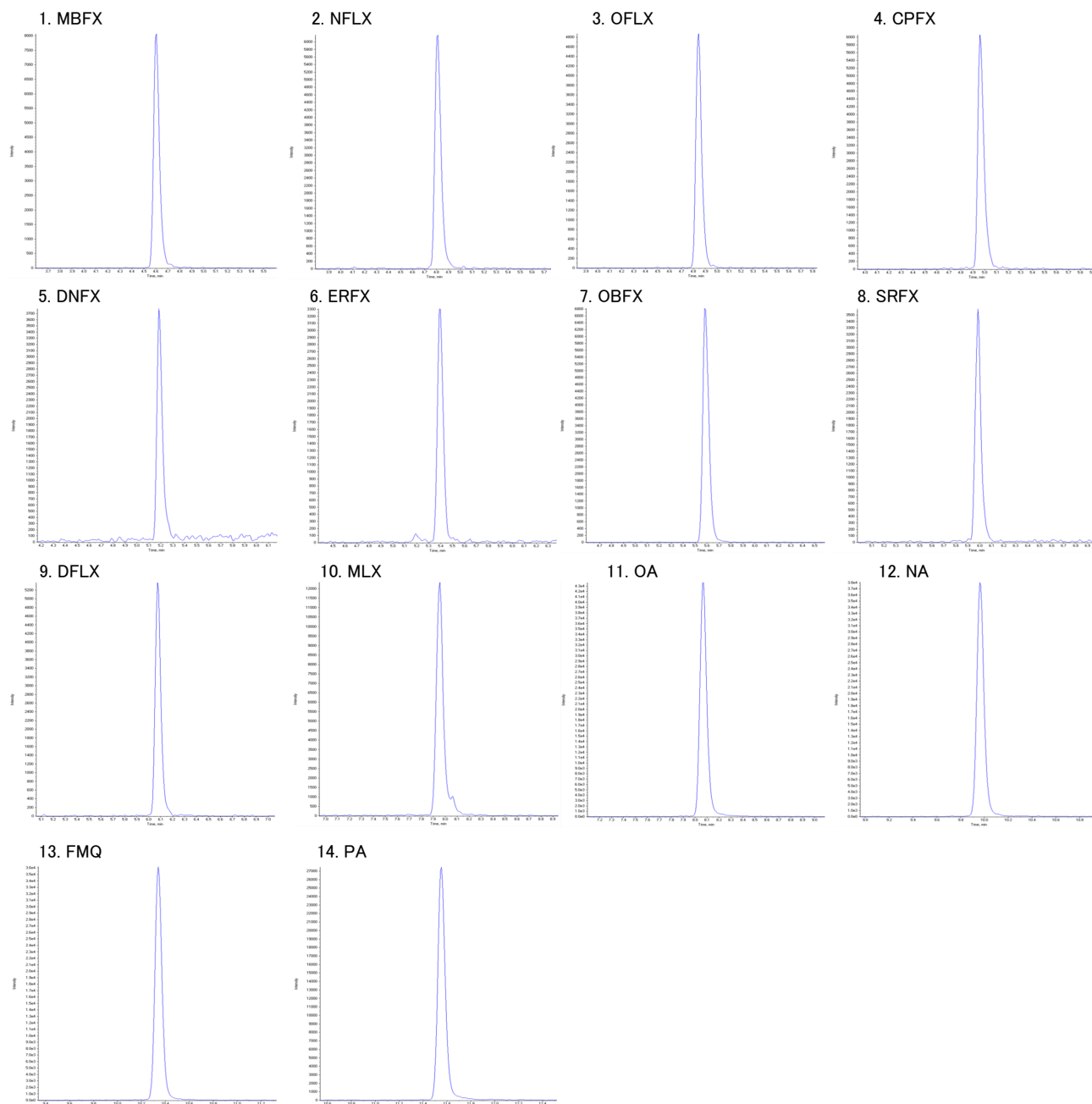


Table MRM transitions of Quinolone antimicrobial

No.	Name	Q1 (<i>m/z</i>)	Q3 (<i>m/z</i>)	No.	Name	Q1 (<i>m/z</i>)	Q3 (<i>m/z</i>)
1	Marbofloxacin (MBFX)	363	72	8	Sarafloxacin (SRFX)	386	368
2	Norfloxacin (NFLX)	320	302	9	Difloxacin (DFLX)	400	382
3	Ofloxacin (OFLX)	362	261	10	Miloxacin (MLX)	264	246
4	Ciprofloxacin (CPFXX)	332	314	11	Oxolinic acid (OA)	262	244
5	Danofloxacin (DNFX)	358	340	12	Nalidixic acid (NA)	233	215
6	Enrofloxacin (ERFXX)	360	342	13	Flumequine (FMQ)	262	244
7	Orbifloxacin (OBFXX)	396	352	14	Piromidic acid (PA)	289	271

■メタルフリーカラムとステンレスカラムの比較

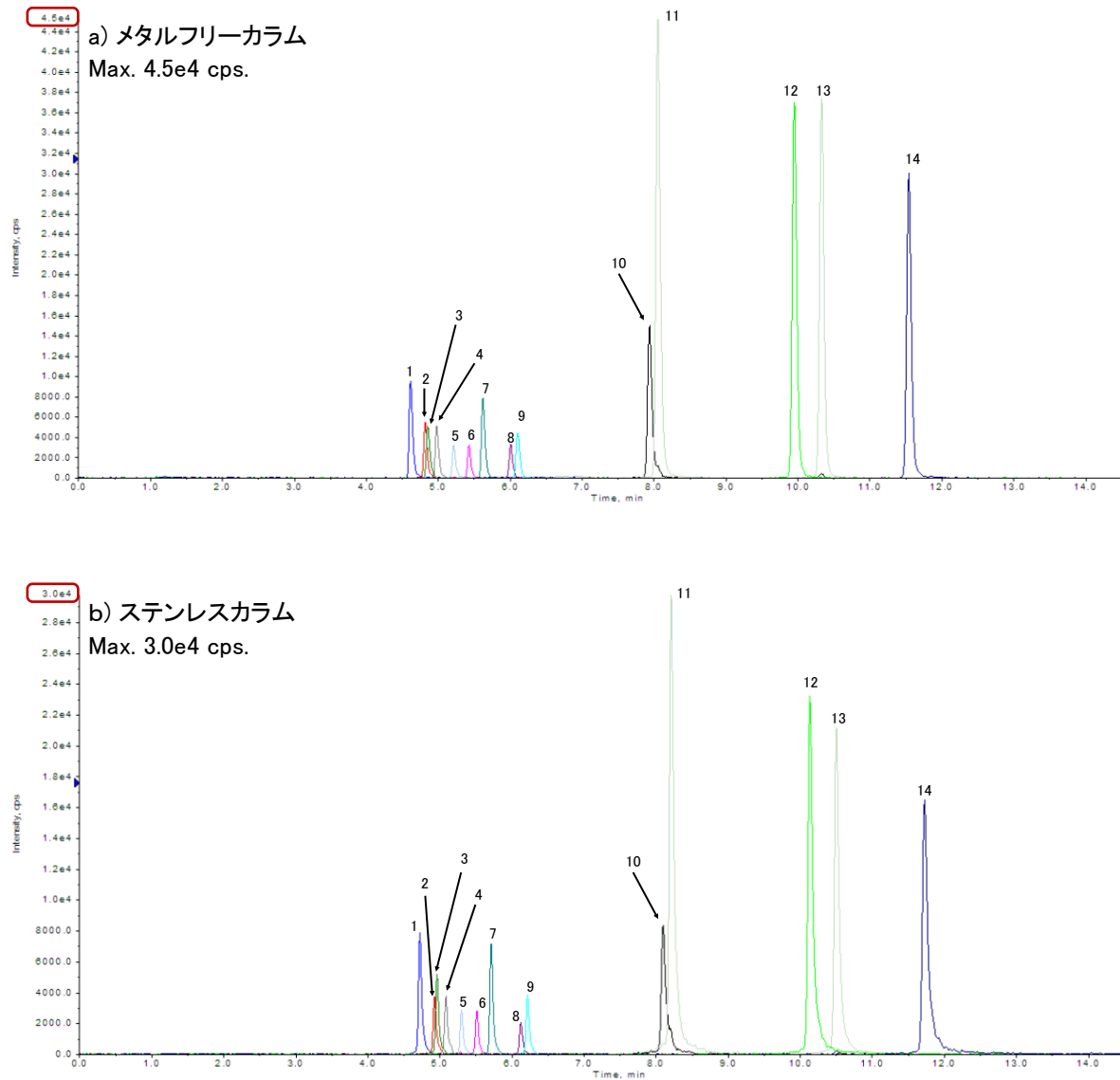


Fig. 2 Comparison with metal-free column (a) and SUS column (b) of Quinolone antimicrobials

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。

■メタルフリーカラム(ショートカラム2.0 mm I.D. × 30 mm L.)を用いたLC/MS/MSによる分析

[Analytical conditions 2]

Column : *L-column2 ODS* (C18, 3 μ m, 12 nm); Cat. No. 731630
 Column size : 2.0 mm I.D. × 30 mm L.; Metal-free column
 Mobile phase : 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(+)
 Inj. Vol. : 1 μ L
 System : LC: Ultimate 3000 Bio RS (Thermo Fisher Scientific K.K.); MS/MS: 3200 Q TRAP (Sciex)

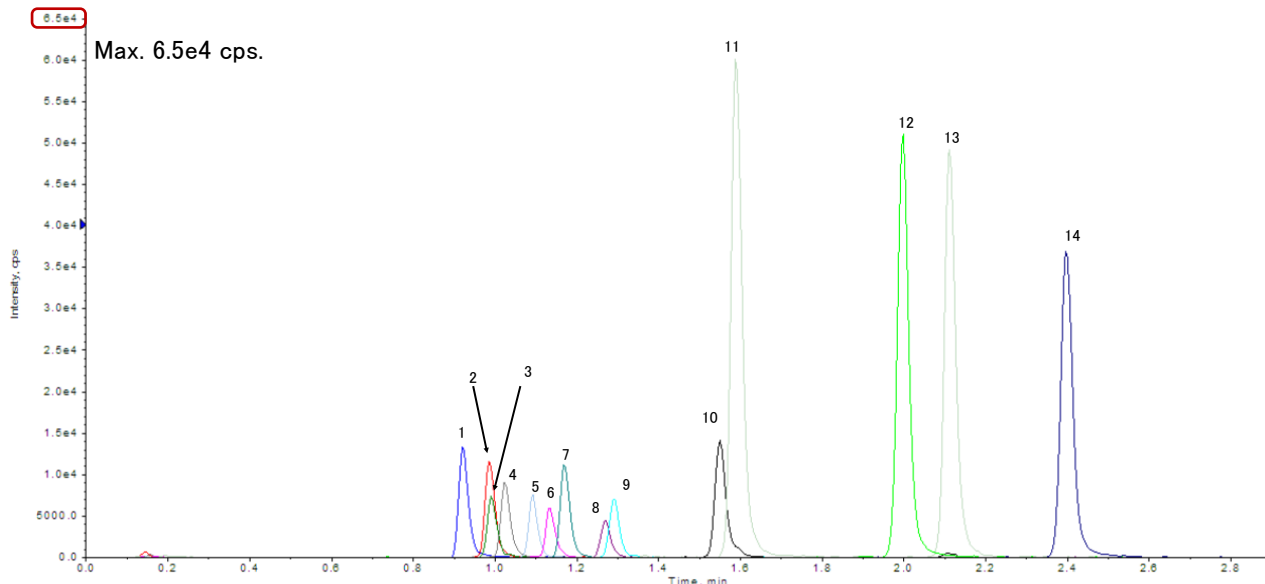


Fig. 3 Mass chromatogram of Quinolone antimicrobials using metal-free short column

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(Fig.1)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。



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。