

高速高分離分析の応用（その4） セフェム系抗生物質の分析

High Speed with High Resolution Analysis (Part 4) Analysis of Cefem Antibiotics

セフェム系抗生物質はβ-ラクタム系抗生物質の一種であり、広い抗菌スペクトルと強い抗菌作用を有することから、一般的に注射薬や飲み薬などの医薬品として利用されています。

ここでは、超高速LCシステム“Prominence UFLC”および高速高分離用高性能カラム“Shim-pack XR-ORS”を用いてセフェム系抗生物質の高速一斉分析例をご紹介します。

T.Yamaguchi, K.Tanaka

標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

今回対象としたセフェム系抗生物質12成分（セファラジン、セファレキシン、セファピリン、セファゾリン、セファドロキシル、セファロチン、セファマンドール、セファクロル、セフォタキシム、セフォペラゾン、セフロキシム、セフォキシチン）の標準混合溶液（各50 mg/L）を汎用カラムShim-pack VP-ODS（上段）とShim-pack XR-ODS（下段）で分析した例をFig.1に、またその分析条件をTable 1に示します。検出器としては、フォトダイオードアレイ検出器SPD-M20Aを用いています。

Shim-pack XR-ODSでは、移動相線速度をShim-pack VP-ODSの約2.4倍に高めて分析することにより、高分離を保ちつつ1サイクルの分析時間を約1/7に短縮することができました。

なお、これらセフェム系抗生物質の構造式を次ページFig.2に示します。セフェム系抗生物質は、β-ラクタム環（四員環ラクタム）とヘテロ六員環を構造上に持つことが特徴です。

セファマンドールは、2本のピークが確認されたので、セファマンドールAおよびBと表記しています。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack XR-ODS (100 mm L. × 3.0 mm I.D., 2.2 μm) Shim-pack VP-ODS (250 mm L. × 4.6 mm I.D., 4.6 μm)
Mobile Phase	: A; 0.1 % Formic Acid-Water B; Acetonitrile
Time Program	: [XR-ODS] B.Conc. 15 % (0 min)→55 % (3.5 min)→15 % (3.51 - 6.5 min) [VP-ODS] B.Conc. 15 % (0 min)→55 % (30 min)→15 % (30.01 - 45 min)
Flow Rate	: 1.0 mL/min (XR-ODS) 1.0 mL/min (VP-ODS)
Column Temp.	: 40 °C
Injection Vol.	: 4 μL (XR-ODS) 10 μL (VP-ODS)
Detection	: SPD-M20A at 260 nm
Flow Cell	: Semi-micro Cell (XR-ODS) Conventional Cell (VP-ODS)

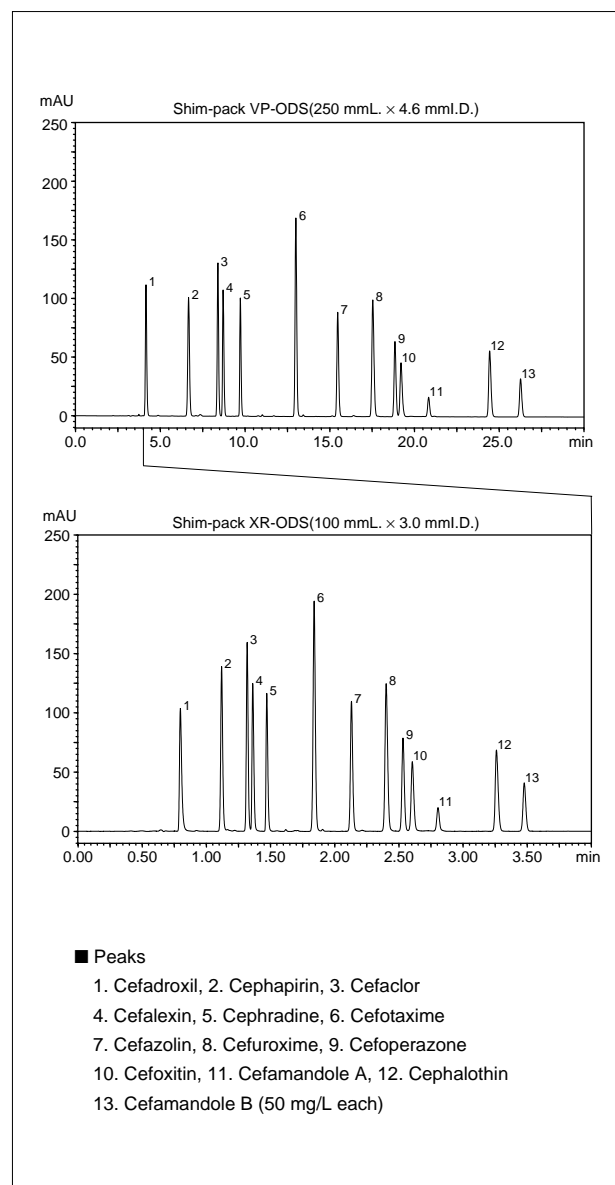


Fig.1 セフェム系抗生物質12成分のクロマトグラム
(上段:Shim-pack VP-ODS 下段:Shim-pack XR-ODS)
Chromatograms of a Standard Mixture of 12 Cefem Antibiotics
(Upper:Shim-pack VP-ODS, Lower:Shim-pack XR-ODS)

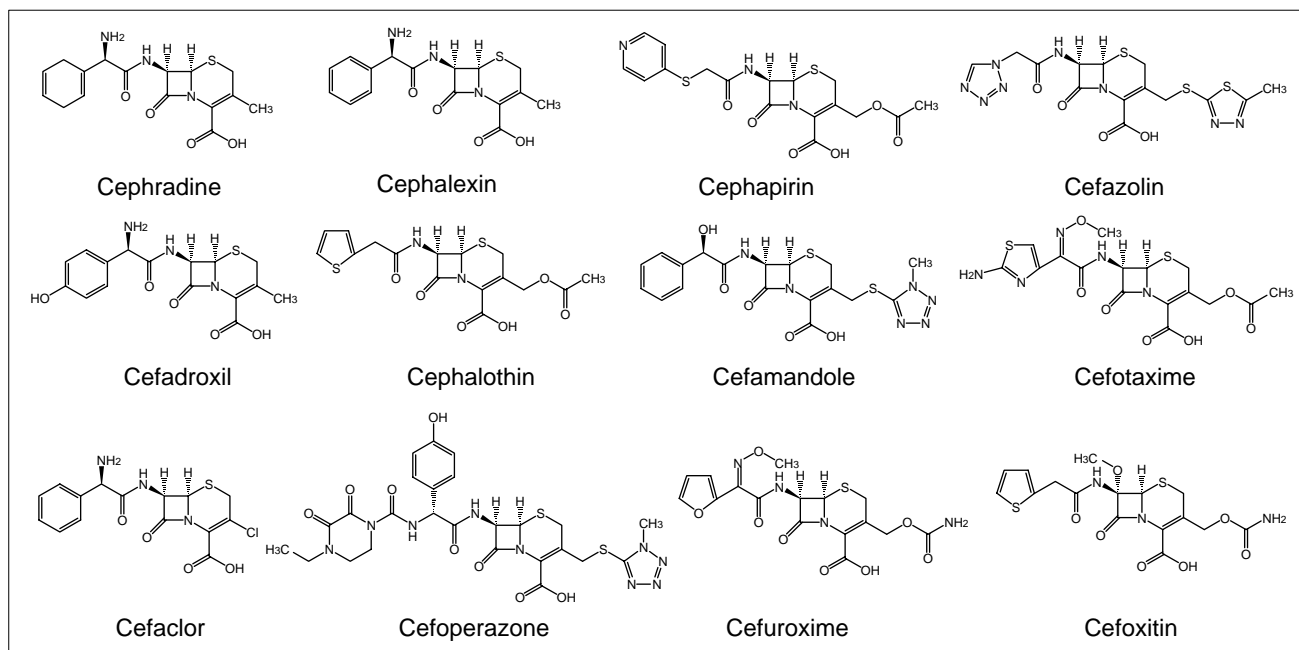


Fig.2 セフェム系抗生物質12成分の構造式
Structures of 12 Cefem Antibiotics

吸収スペクトル

UV-VIS Spectra

Fig.3にSPD-M20Aにより得られたセフェム系抗生物質12成分のスペクトルを示します。

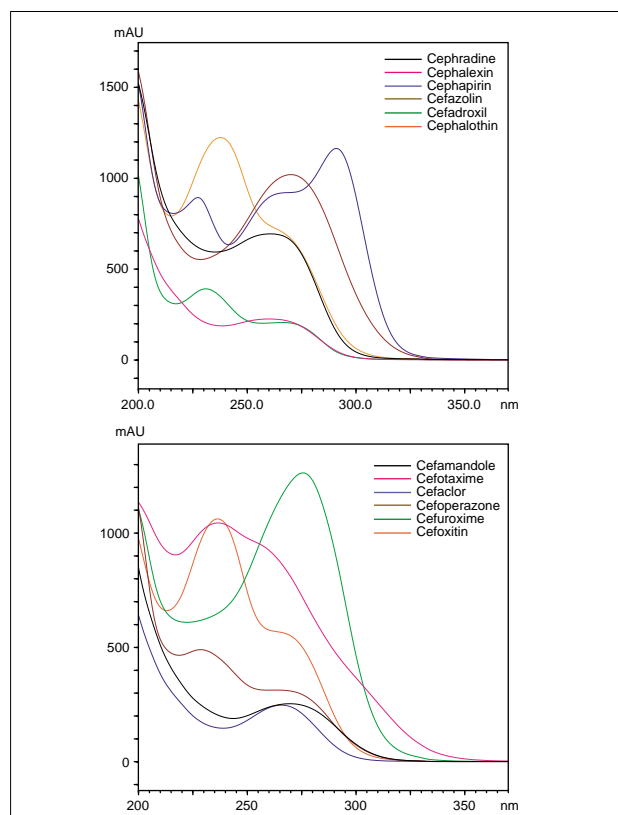


Fig.3 セフェム系抗生物質12成分のスペクトル
Spectra of 12 Cefem Antibiotics

再現性

Repeatability

“Prominence UFLC”では、高速グラジエントにおける移動相流量の迅速な変化に対応する優れた追従性を示す送液ユニット、また気密性の高い計量デバイスや高性能バルブを採用したオートサンブラにより、優れた再現性と高い堅牢性を実現しました。

Table 2には、“Prominence UFLC”を用いてセフェム系抗生物質12成分（各50 mg/L）を分析した際の保持時間とピーク面積値の再現性（n=10）を示します。

Table 2 セフェム系抗生物質の再現性
Repeatability of Peak Area and Retention Time of Cefem Antibiotics

Compounds	Retention Time	Peak Area
	%RSD	%RSD
Cefadroxil	0.067	0.38
Cephapirin	0.065	0.22
Cefaclor	0.057	0.13
Cefalexin	0.055	0.31
Cephadrine	0.055	0.24
Cefotaxime	0.051	0.26
Cefazolin	0.052	0.14
Cefuroxime	0.052	0.10
Cefoperazone	0.046	0.15
Cefoxitin	0.048	0.20
Cefamandole A	0.045	0.49
Cephalothin	0.042	0.08
Cefamandole B	0.039	0.29

初版発行：2006年12月

 **島津製作所** 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。