

Application News

No.L475A

高速液体クロマトグラフィー
High Performance Liquid Chromatography

“Nexera-i” による高速高分離分析の応用 セフェム系抗生物質の分析

High Speed with High Resolution Analysis by “Nexera-i”
Analysis of Cefem Antibiotics

セフェム系抗生物質は、ペニシリンやカルバペネム系抗生物質と同様にβ-ラクタム系抗生物質の一種であり、経口剤や注射液に使用されています。一般的に、セフェム系抗生物質は副作用の頻度や程度も小さく、安全性が高いので、適応できる症例が多いのが特徴です。アプリケーションニュース No. L348 では、超高速 LC システム “Prominence UFLC” を用いたセフェム系抗生物質の高速高分離分析例をご紹介します。

ここでは、新一体型超高速液体クロマトグラフ “Nexera-i” を用いて、セフェム系抗生物質を高速高分離分析した例をご紹介します。

N. Iwata

■セフェム系抗生物質標準品の分析

Analysis of Standard of Cefem Antibiotics

セフェム系抗生物質は主に 50 種類存在しますが、今回はそのうち 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）を分析しました。Fig. 1 の上段には汎用カラム “Shim-pack VP-ODS” を、下段には高速カラム “Shim-pack XR-ODS II” を用いて採取したクロマトグラムを示します。分析条件を Table 1 に、セフェム系抗生物質 12 成分の構造式を Fig. 2 に示します。

Fig. 1 上段のクロマトグラムより、約 6 分に検出したセファクロルとセファレキシンの分離度は約 1.8 と完全分離と言われる分離度 1.5 を達成しています。下段のクロマトグラムも同様に上記の成分間の分離度は約 1.9 の結果が得られました。

また、“Shim-pack XR-ODS II” を用いることにより、分離を保ったまま分析時間、移動相消費量をそれぞれ 1/5、1/4 に抑えることができました。この条件下でのシステム負圧は約 55 MPa でした。Nexera-i は、66 MPa 耐圧を有しており、このような高速化を容易に実現可能です。

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

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (250 mm L. × 4.6 mm I.D., 4.6 μm) Shim-pack XR-ODS II (150 mm L. × 3.0 mm I.D., 2.2 μm)
Mobile Phase	: A) 0.1 % Formic Acid in Water B) Acetonitrile
Time Program	: [VP-ODS] B. Conc. 15 % (0 min) → 55 % (35 min) → 15 % (35.01- 50 min) [XR-ODS II] B. Conc. 15 % (0 min) → 55 % (6.95 min) → 15 % (6.96- 10 min) Ontime Injection 343 μL
Flow Rate	: 0.7 mL/min (VP-ODS) 0.9 mL/min (XR-ODS II)
Column Temp.	: 40 °C
Injection Volume	: 5 μL (VP-ODS) 2 μL (XR-ODS II)
Detection	: LC-2040C 3D at 260 nm
Flow Cell	: High-speed High-sensitivity Cell

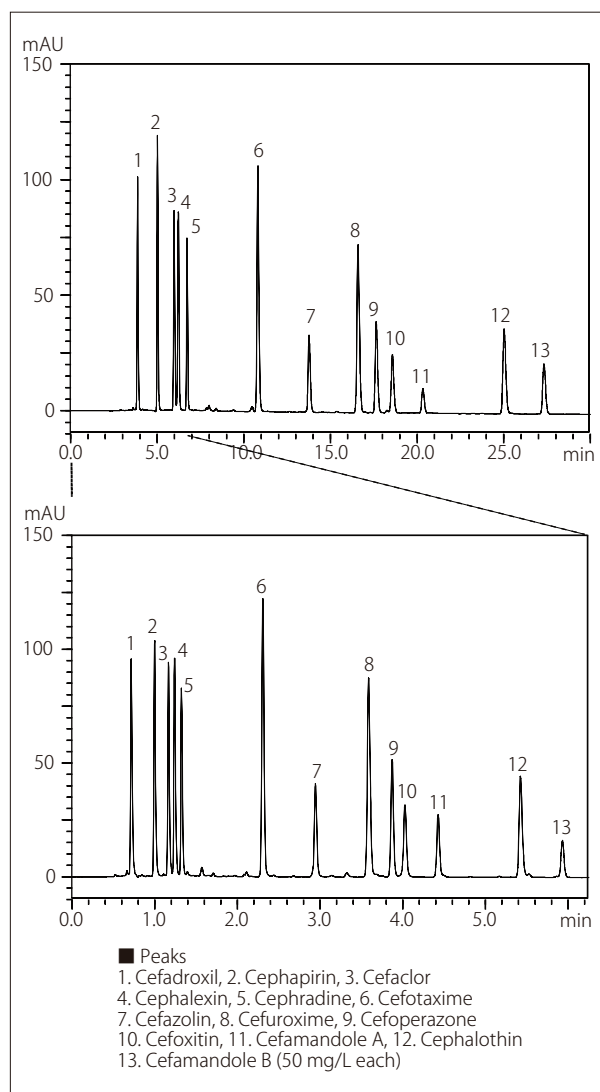


Fig. 1 セフェム系抗生物質 12 成分のクロマトグラム
上段: Shim-pack VP-ODS
下段: Shim-pack XR-ODS II
Chromatograms of a Standard Mixture of 12 Cefem Antibiotics
Upper: Shim-pack VP-ODS
Lower: Shim-pack XR-ODS II

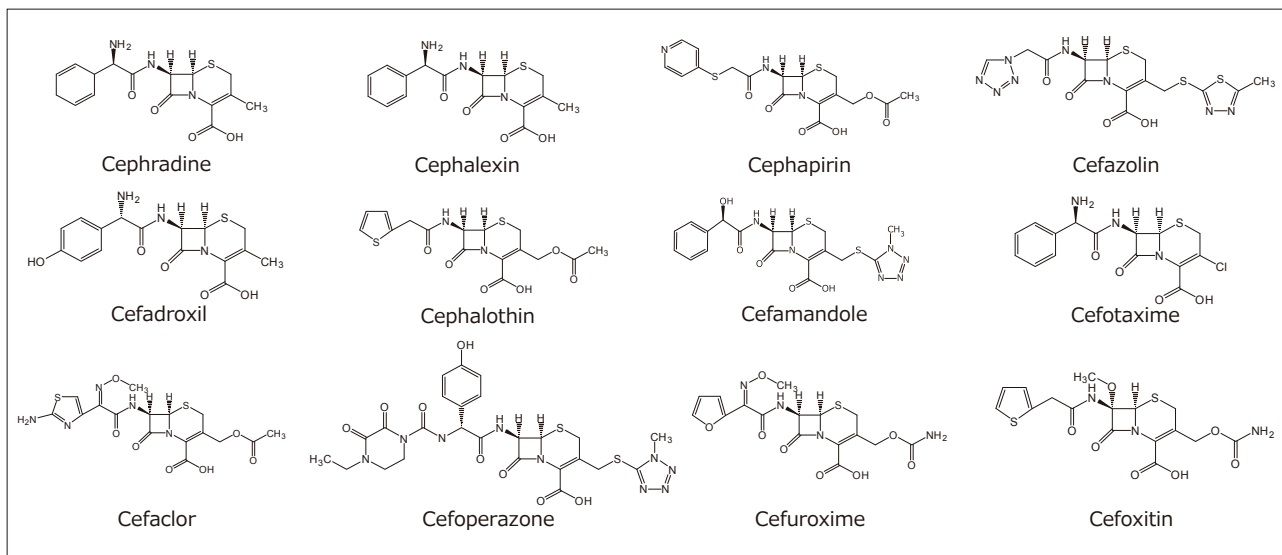


Fig. 2 セフェム系抗生物質 12 成分の構造式
Structures of 12 Cefem Antibiotics

■ 吸収スペクトル

UV-VIS Spectra

Fig. 3 に LC-2040C 3D 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。

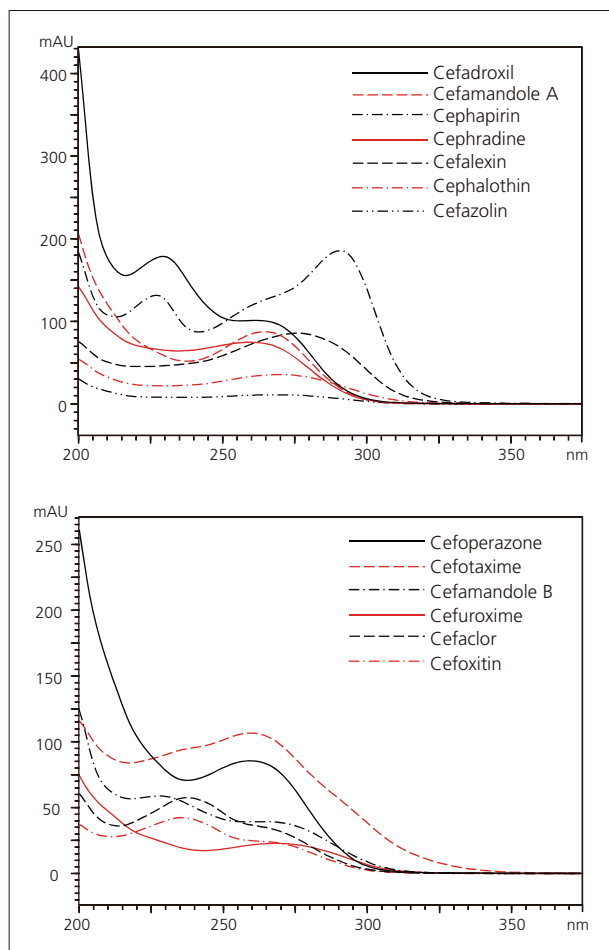


Fig. 3 セフェム系抗生物質 12 成分のスペクトル
Spectra of 12 Cefem Antibiotics

■ 再現性

Repeatability

Table 2 に “Nexera-i” 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 6 回再現性を示します。分析条件は Table 1 の XR-ODS II と同じです。

いずれの成分も保持時間、ピーク面積値ともに良好な再現性が得られました。

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

ID#	Compounds	Retention Time	Peak Area
		%RSD (n=6)	%RSD (n=6)
1	Cefadroxil	0.14	0.14
2	Cephapirin	0.09	0.17
3	Cefaclor	0.22	0.25
4	Cephalexin	0.19	0.29
5	Cephadrine	0.24	0.29
6	Cefotaxime	0.07	0.10
7	Cefazolin	0.06	0.09
8	Cefuroxime	0.05	0.07
9	Cefoperazone	0.05	0.11
10	Cefoxitin	0.04	0.14
11	Cefamandole A	0.04	0.17
12	Cephalothin	0.03	0.09
13	Cefamandole B	0.03	0.21

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

A改訂版発行：2014年10月
初版発行：2014年9月
島津コールセンター ☎ 0120-131691
(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。