

LC/MSによるサルファ剤の一斉分析

Simultaneous analysis of sulfa drugs using LC/MS

サルファ剤は、畜産類への動物医薬品として広く使用されている合成抗菌剤の一種です。厚生労働省の通知(食安発第1129002号)の一斉分析法「HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法I(畜水産物)」にも、16種類のサルファ剤が記載されており、定量試験はHPLCで、確認試験はLC/MS(/MS)で行うことが規定されています。

サルファ剤の測定例については、既報(TSK-GEL Technical Information No.118)において、UV検出器を使用した分離例を紹介しましたが、今回は、上記の16物質、及び、サルファ剤とよく併用される合成抗菌剤トリメトロprimを測定対象として、MS検出器を使用した例を紹介します。全てのサルファ剤についてシャープでテーリングのないピーク形状が得られております。各サルファ剤とも、0.02～1.0mg/Lの濃度範囲での定量性が確認されました。

表1 サルファ剤

	monitor ion (m/z)
sulfaguanidine	215
sulfacetamide	215
sulfadiazine	251
sulfathiazole	256
sulfapyridine	250
sulfamerazine	265
trimethoprim	291
sulfadimidin	279
sulfamethoxypyridazine	281
sulfamonomethoxine	281
sulfachloropyridazine	285
sulfamethoxazole	254
sulfadoxine	311
sulfadimethoxine	311
sulfabenzamide	277
sulfaquinoxaline	301
sulfanitran	336

表2 測定条件

HPLC conditions

Column:	TSKgel ODS-100V 3μm (2.0mmI.D. x 15cm)
Eluent:	A; 0.1% formic acid
	B; 0.1% formic acid in methanol
Gradient:	0 min 0 % B → 20 min 70 % B → 22 min 70 % B → 23 min 0 %
Flow rate:	0.2 mL/min
Temp.:	40 °C
Inj. volume:	2 μL

MS conditions

MS:	QTrap (Applied Biosystems)
Ion source:	ESI positive
Mode:	SIM
Temp.:	500 °C
Ionspray voltage:	5000 V

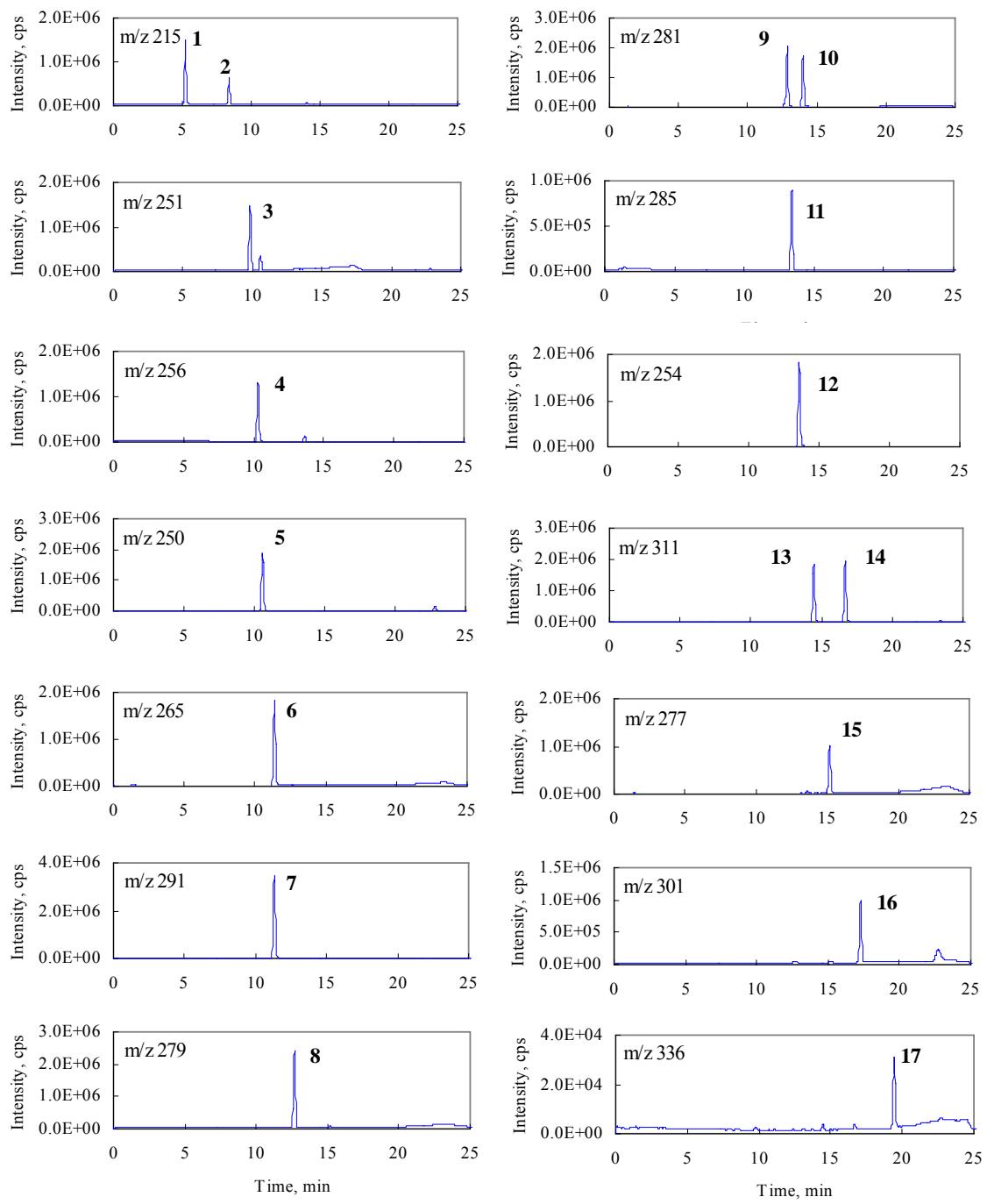


図1 各サルファ剤のSIMクロマトグラム (0.5mg/L)

1: sulfaguanidine 2: sulfacetamide 3: sulfadiazine 4: sulfathiazole 5: sulfapyridine
 6: sulfamerazine 7: trimethoprim 8: sulfadimidin 9: sulfamethoxypyridazine
 10: sulfamonomethoxine 11: sulfachloropyridazine 12: sulfamethoxazole 13: sulfadoxine
 14: sulfadimethoxine 15: sulfabenzamide 16: sulfaquinoxaline 17: sulfanitran