LC-MS/MS による河川水中のオセルタミビルカルボキシレートの分析

Analysis of Oseltamivir Carboxylate in river water by LC-MS/MS

インフルエンザ治療薬として処方されるオセルタミビルリン酸塩(OP)は、体内でオセルタミビルカルボキシレート(OC)に代謝され、ウイルスの増殖を抑制します。投与量の74%は尿中に排泄されますが、OC は、下水処理(活性汚泥法)による除去が困難であることから、環境中での生態系への影響が懸念されています。インフルエンザ流行期における環境水からの検出例¹⁾も報告されています。

今回、OPをアルカリ加水分解することによって得られたOCを用いて、LC-MS/MSによる分析条件の検討を行った結果を紹介します。分離カラムとして、TSKgel ODS-100V 3μ m を使用しました。この分析条件において、1.0-500 μ g/L の濃度範囲で検量線の直線性が確認され、装置検出限界(IDL)は、0.2 μ g/L でした。今回の前処理操作により、500 倍に濃縮した場合、0.4 μ g/L に相当します。河川水に、OCを 5 μ g/L の濃度に添加し、添加回収試験を行った結果、85 %以上の回収率が得られました。

1) Ghosh,G.C. et al., Environ. Health. Perspect., 118, 103-107 (2010)

Oseltamivir phosphate (OP)

Oseltamivir carboxylate (OC)

図1 OP 及び OC の構造式

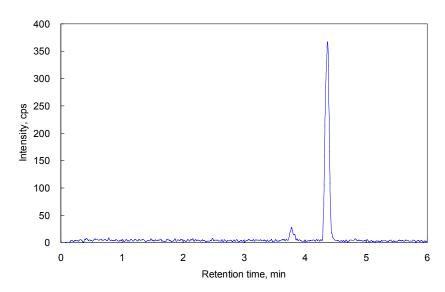


図 2 OC 標準試料(5 µg/L)の MRM クロマトグラム

表1 分析条件

Column: TSKgel ODS-100V 3µm (2.0 mml.D. x 7.5 cm)
Eluent: A; 20 mmol/L anmonium formate (pH3.75)

B; methanol

Gradient: 0 min(B 20 %)→7 min(B 100 %)→8 min(B 100 %)→9 min(B 20 %)

Flow rate: 0.2 mL/min Column temp.: 40 $^{\circ}$ C Injection vol.: 2 μ L

Instrument: Agilent 1200SL series

QTRAP (MDS SCIEX)

Ion source: ESI (Positive)

ESI (Positive) m/z: 285.1/196.7

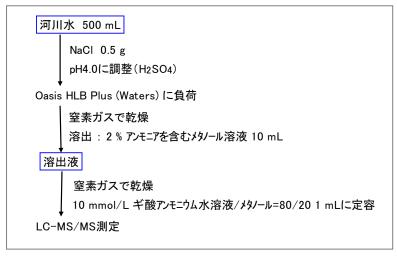


図3 試料の前処理操作 文献1)を参考として実施した。

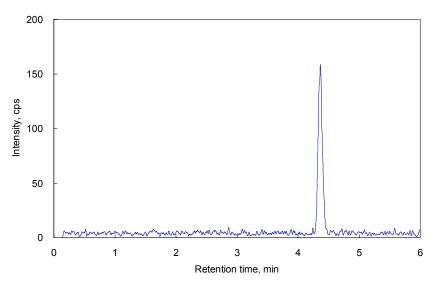


図 4 河川水(OC 5 ng/L 添加) 処理液の MRM クロマトグラム