

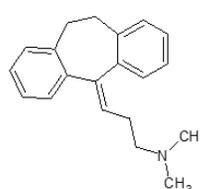
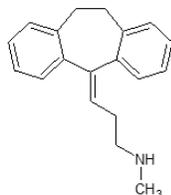
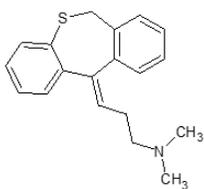
マイクロカラムを使用した塩基性医薬品の一斉分析(LC/MS/MS)

Analysis of basic drugs by LC/MS/MS using micro column

マイクロカラムは、内径2.1 mmのセミマイクロカラムと比較して内径が細く、高感度化やサンプル量の少ないときに有効です。ここでは内径0.3 mmのマイクロカラムを用いて3種の塩基性医薬品を液体クロマトグラフィー/質量分析法(LC/MS/MS)により、MRMモードで超高感度分析を行いました。

キーワード : ミクロカラム; キャピラリーカラム; ドスレピン; ノルトリプチリン; アミトリプチリン; 高感度; LC/MS/MS
Key words : Micro column; Capillary column; Dosulepin; Nortriptyline; Amitriptyline; High sensitivity; LC/MS/MS
Column : L-column2 ODS (USP category : L1)

Sample : 1. Dosulepin hydrochloride、 (296→223) 2. Nortriptyline hydrochloride、 (264→91) 3. Amitriptyline hydrochloride (278→91)



in CH₃CN/H₂O (20/80) (500 ng/L each)

[Analytical conditions 1]

Column : L-column2 ODS (C18, 3 μm, 12 nm); Cat. No. 711280
Column size : 0.3 mm I.D. × 150 mm L.
Mobile phase : A: CH₃CN; B: 0.1% HCOOH in H₂O
A/B, 20/80-70/30 (0-15 min)
Flow rate : 5 μL/min
Temperature : 40°C
Detection : ESI-MS/MS(+)
Inj. Vol. : 1 μL
System : LC: Ultimate 3000 RSLCnano キャピラリー仕様 (Thermo Fisher Scientific K.K.); MS/MS: 3200 QTRAP (Sciex)

■ 内径0.3 mmカラムを使用した塩基性医薬品の超高感度分析 (500ng/L each)

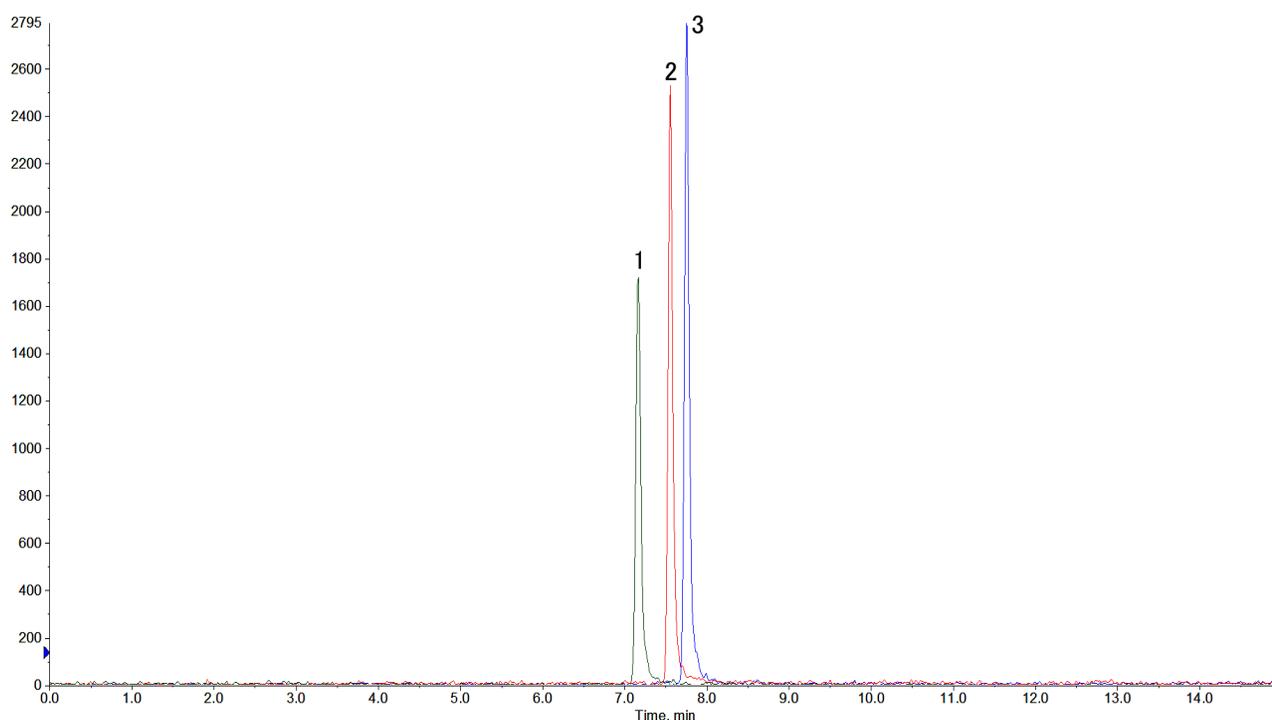


Fig.1 Mass chromatogram of 500 fg each of basic drugs using 0.3 mm I.D. column.

■内径0.3mmと2.1mmのカラム比較 (50 ng/L each)

[Analytical conditions 1]

Column : *L-column2 ODS* (C18, 3 μ m, 12 nm);
Cat. No. 711280
Column size : 0.3 mm I.D. \times 150 mm L.
Mobile phase : A: CH₃CN; B: 0.1% HCOOH in H₂O
A/B, 20/80–70/30 (0–15 min)
Flow rate : 5 μ L/min
Temperature : 40°C
Detection : ESI-MS/MS(+)
Inj. Vol. : 1 μ L
System : LC: Ultimate 3000 RSLCnano キャピラリー仕様
(Thermo Fisher Scientific K.K.);
MS/MS: 3200 QTRAP (Sciex)

[Analytical conditions 2]

Column : *L-column2 ODS* (C18, 3 μ m, 12 nm);
Cat. No. 711020
Column size : 2.1 mm I.D. \times 150 mm L.
Mobile phase : A: CH₃CN; B: 0.1% HCOOH in H₂O
A/B, 20/80–70/30 (0–15 min)
Flow rate : 0.2 mL/min
Temperature : 40°C
Detection : ESI-MS/MS(+)
Inj. Vol. : 5 μ L
System : LC: Ultimate 3000 BioRS (Thermo Fisher Scientific
K.K.);
MS/MS: 3200 QTRAP (Sciex)

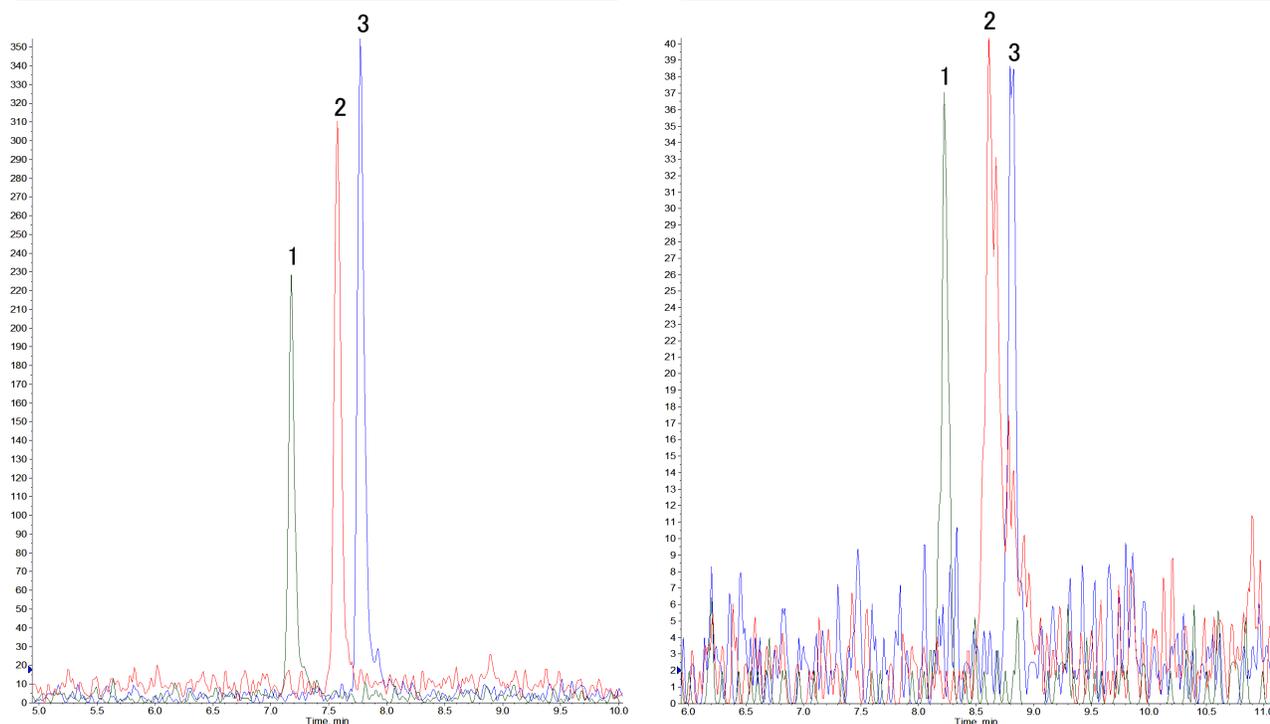


Fig.2 Comparison with 0.3 mm I.D. (left) and 2.1 mm I.D. column (right).

ここでは、50 ng/Lの濃度における内径0.3 mmと2.1 mmのカラムを比較しています。0.3 mmカラムの注入量が2.1 mmカラムの1/5の1 μ Lですが、ピーク3のアミトリプチリンのS/Nは10倍(7→74)向上しております。このように分析システム(キャピラリーLC、25 μ m配管、25 μ mエレクトロード)、注入量(1 μ L)、流速(5 μ L/min)などの最適化を行えば、マイクロカラムは感度面で非常に有利となり、再現性の良い結果が得られます。



移動相は必ずろ過してからお使いください。LC/MS用など高純度の溶媒の使用をお勧めします。

Saka1603