

LC/MS による抗ヒスタミン剤の一斉分析

Analysis of Antihistamines by LC/MS

抗ヒスタミン剤には塩基性化合物が多く、HPLC 分析を行う際には、カラムに吸着してテーリングが起こります。今回は、抗ヒスタミン剤 14 種類を LC/MS で一斉分析を行いました。移動相にギ酸とアセトニトリルを用いたグラジエント分析で、カラムは UHPLC 用である **L-column2 ODS**, 2 μ m, 2.1 $\times$ 100 mm を使用しましたが、2 μ m カラムとしては圧力が低いため、汎用の装置で分析することができました。また、このときのカラム圧力は最大で 26 MPa と低く、充填剤が高度エンドキャッピングされているため、吸着しやすい抗ヒスタミン剤がシャープなピークで検出できました。

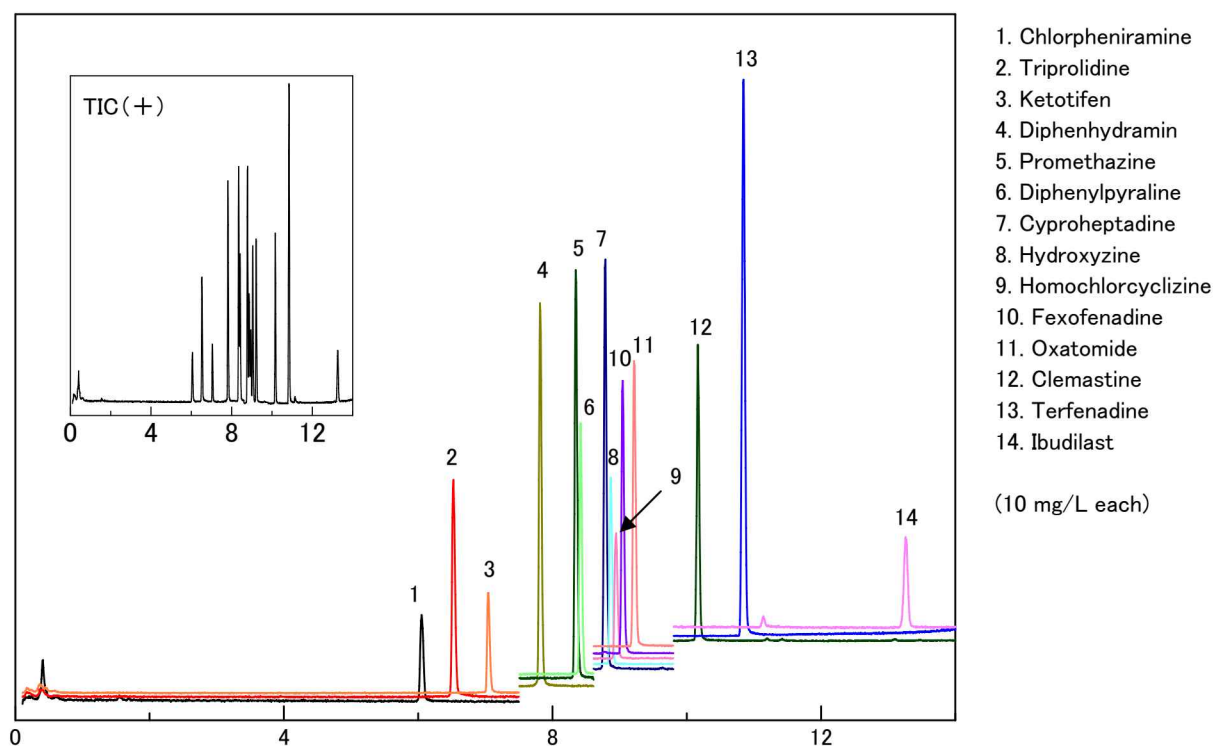


Fig. Chromatogram of Antihistamines.

【Analytical conditions】

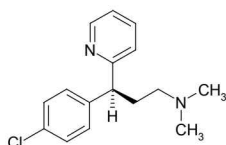
Column: **L-column2 ODS** (C18, 2 μ m, 12 nm) 2.1 mm I.D. $\times$ 100 mm L.
Mobile phase: A: 0.1% HCOOH in CH₃CN; B: 0.1% HCOOH in H₂O
A/B, 10/90 $\rightarrow$ 60/40 $\rightarrow$ 100/0 (0 $\rightarrow$ 10 $\rightarrow$ 15 min)
Flow rate: 0.3 mL/min
Temperature: 40°C
Detection: ESI-MS(+)
Injection volume: 1 μ L

L-column 2 Application Data for LC

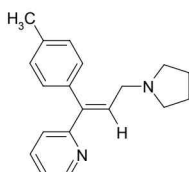
Application No.2068

Sample:

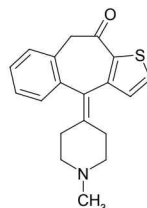
1. Chlorpheniramine



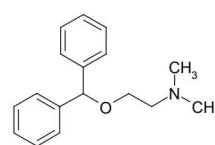
2. Triprolidine



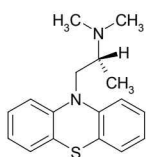
3. Ketotifen



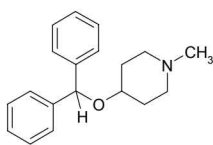
4. Diphenhydramin



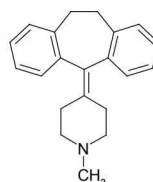
5. Promethazine



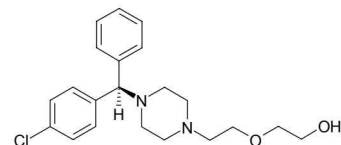
6. Diphenylpyraline



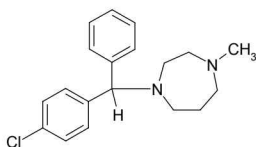
7. Cyproheptadine



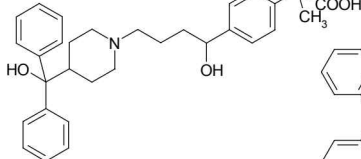
8. Hydroxyzine



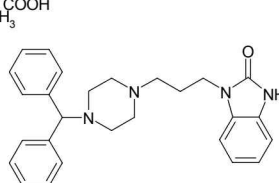
9. Homochlorcyclizine



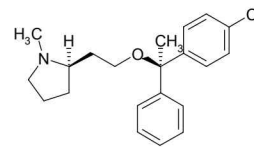
10. Fexofenadine



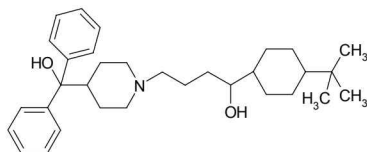
11. Oxatomide



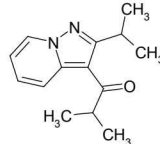
12. Clemastine



13. Terfenadine



14. Ibudilast



No.	Name	t _R (min)	m/z
1	Chlorpheniramine	6.05	275.6
2	Triprolidine	6.52	279.8
3	Ketotifen	7.04	310.7
4	Diphenhydramin	7.81	256.8
5	Promethazine	8.35	285.8
6	Diphenylpyraline	8.42	282.8
7	Cyproheptadine	8.79	288.9
8	Hydroxyzine	8.87	375.8
9	Homochlorcyclizine	8.95	315.8
10	Fexofenadine	9.05	502.9
11	Oxatomide	9.22	427.8
12	Clemastine	10.17	344.7
13	Terfenadine	10.85	473.0
14	Ibudilast	13.26	231.7