

L-column2 Application Data Sheet for LC

Application No. L2122

ショートカラムによる塩基性医薬品のハイスループット分析(LC/MS/MS)

Basic drugs by LC/MS/MS

近年のHPLC分析において、装置とカラムの性能向上により、時間短縮と分離を両立したハイスループット(High-Throughput; HT)分析が可能となりました。ここでは塩基性医薬品9種をカラム長さ20 mmのショートカラムと高速グラジエントを組み合わせた液体クロマトグラフィー/質量分析法(LC/MS/MS)により、Multiple Reaction Monitoring (MRM)モードで一斉分析を行いました。

キーワード : 塩基性医薬品;ハイスループットスクリーニング; LC/MS/MS
Key words : Basic drugs; High-throughput screening; LC/MS/MS
Column : **L-column2 ODS** (USP category : L1)

Sample :

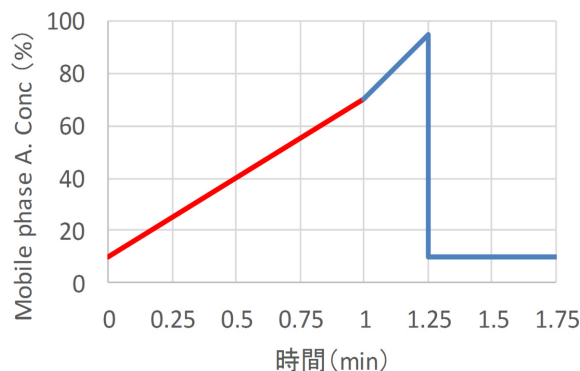
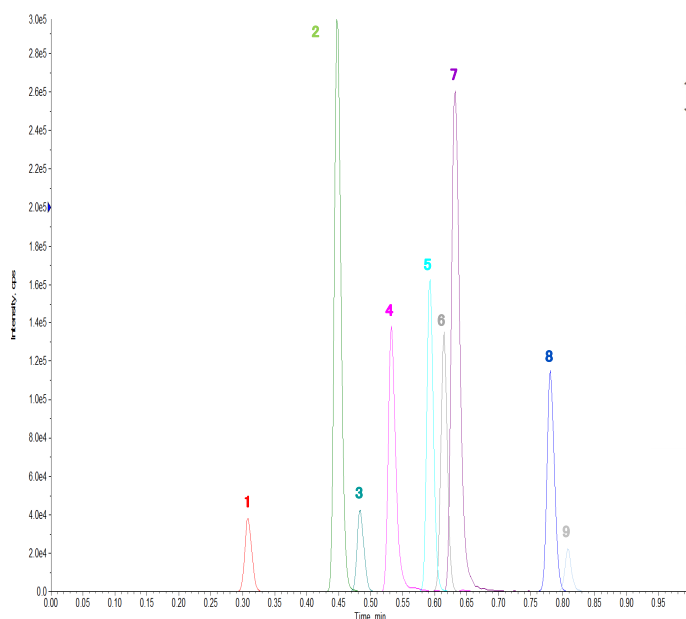
No	Chemicals	Q1 (m/z)	Q3 (m/z)	Time (min)
1	Antipyrine	189.1	56.1	0.31
2	Ketotifen	310.0	96.1	0.45
3	Alprenolol	250.2	115.9	0.48
4	Amoxapine	314.1	271.2	0.53
5	Cyproheptadine	288.1	96.3	0.59
6	Fexofenadine	502.3	171.2	0.61
7	Oxatomide	427.2	167.1	0.63
8	Terfenadine	472.4	57.1	0.78
9	Ibutilast	230.3	58.1	0.81

in CH₃CN/H₂O (50/50) (500 μg/L each)

[Analytical conditions]

Column : **L-column2 ODS** (C18, 3 μm, 12 nm); Cat. No. 711770
Column size : 2.1 mm I.D. × 20 mm L.
Mobile phase : A: CH₃CN; B: 0.1% HCOOH in H₂O
A/B, 10/90-70/30 (0-1 min)
Flow rate : 1.2 mL/min
Temperature : 40°C
Detection : ESI-MS/MS(+)
Inj. Vol. : 1 μL
System : LC: Ultimate 3000 Bio RS (Thermo Fisher Scientific K.K.); MS/MS: 3200 Q TRAP (AB Sciex)

■ 塩基性医薬品のハイスループット分析

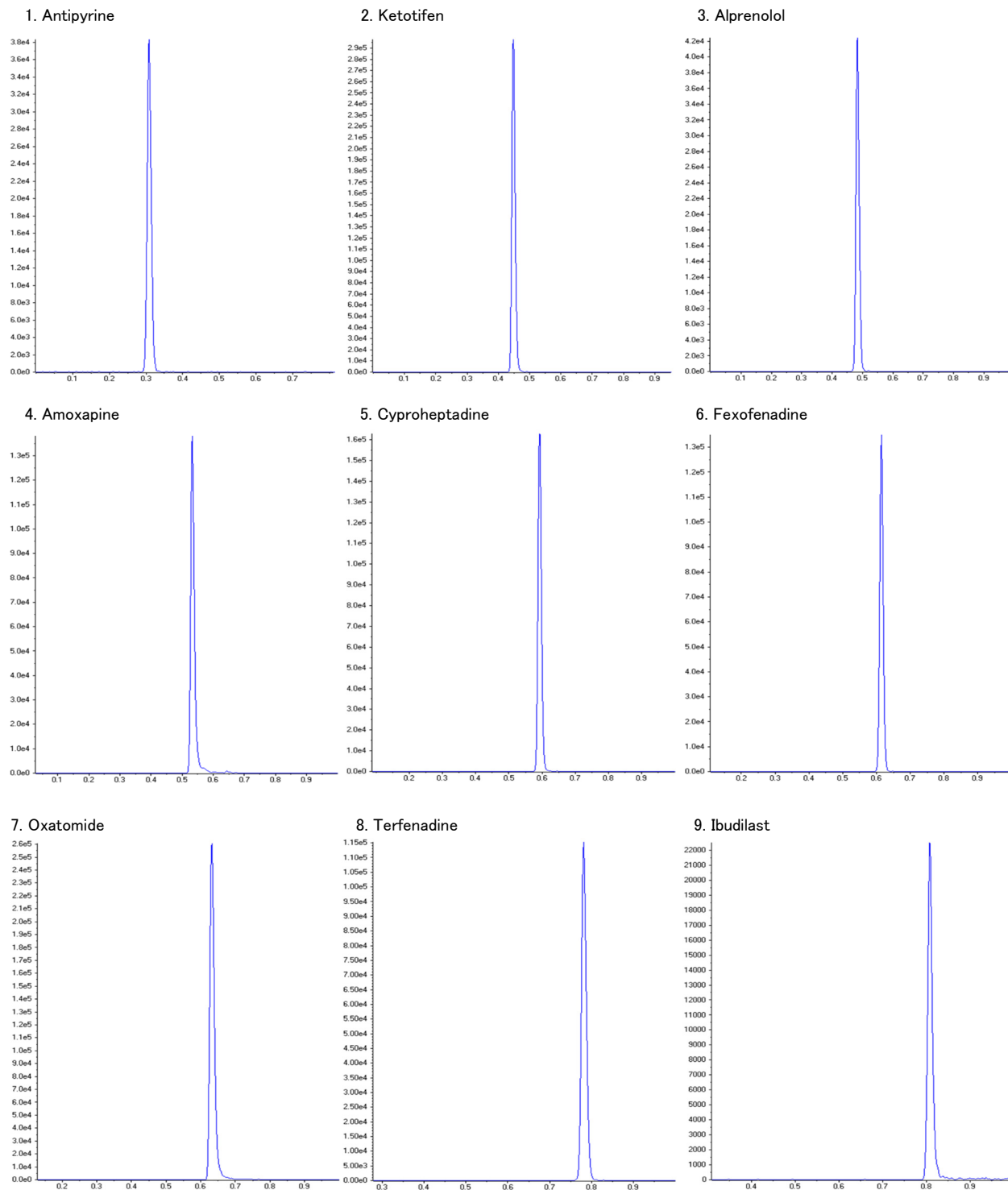


1サイクル総時間 1.75分
(分析時間1分+洗浄及び平衡化時間0.75分)

Fig. Mass chromatogram of basic drugs

分析時間1分、洗浄・再平衡化を含め1サイクル2分以内の分析が可能です。

■MRMクロマトグラム



この分析条件の場合、最大カラム圧力は10 MPa(※注)となります。カラム耐圧の許容範囲内の高流速グラジエント分析で大幅な時間短縮が可能となり、ショートカラムの使用でグラジエントの平衡化時間も短縮できます。分離に余裕がある場合は、よりカラム長さの短い10 mmのショートカラムを使用することで、さらなる時間短縮が可能です。

※注 カラムを付けた状態の表示圧力からカラムを外した状態での表示圧力を差し引いています。



装置のホールドアップボリュームが大き過ぎると、グラジエントの追従性が損なわれ、分離が悪化します。検出器のサンプリング時間は短く設定しないと、本来のピーク形状よりブロードになる場合があります。

Aka1508