

生体試料分析システムCo-Sense for BAによる 血漿中の薬物分析(その7)

Determination of Drugs in Blood Plasma by “Co-Sense for BA”(Part 7)

「Co-Sense for BA」は、ろ過した血漿や血清試料の直接注入を可能とした自動前処理カラムスイッチングHPLCシステムで、内面逆相型前処理カラムShim-pack MAYI-ODSを用いた原理および応用例をアプリケーションニュースNo.L285, 286, 293, 305, 307, 315でご紹介してきました。

前処理カラムMAYIシリーズには、MAYI-ODSの他に内面陽イオン交換型であるMAYI-SCXもラインアップされており、MAYI-ODSで保持が難しいような塩基性薬物に対応することができます。MAYI-SCXは、シリカゲル外表面

をポリマーでコーティングし、細孔内面にスルホン酸基を化学結合させた充てん剤が充てんされており、タンパク質のような高分子を速やかに排出する一方、細孔内へ浸透する塩基性薬物をイオン交換的に保持することができます。

ここでは、前処理カラムとしてShim-pack MAYI-SCXを用いた“Prominence”シリーズ「Co-Sense for BA」による血漿中の塩基性薬物分析についてご紹介します。

M.Takahashi, K.Yamabe

アテノロールの分析

Analysis of Atenolol

Fig.1は、アテノロール添加血漿*の分析結果で、Table 1に分析条件を示します。試料注入後2分間前処理カラムMAYI-SCXによりタンパク質の排出とアテノロールの濃縮を行い、その後バルブを切り換えて、酢酸(アンモニウム)緩衝液(pH4.7)とアセトニトリルの混合移動相により前処理カラムに保持されたアテノロールを分析カラムへ導きました。この時、前処理カラムから溶出したアテノロールが分析カラム入口で先端濃縮されるように、グラジエ

ント条件を最適化しました。

Table 2に、アテノロール標準液(10 µg/mL)およびアテノロール添加血漿による面積再現性を示します。また、Fig.2は、濃度範囲0.5~100 µg/mLのアテノロール添加血漿における直線性で、寄与率(R^2)0.9998以上の良好な直線関係が得られました。なお、回収率はいずれの添加血漿においても98%以上と良好な結果でした。

*本試料では、市販ラット血漿を0.45 µmメンブランフィルターでろ過後用いています。

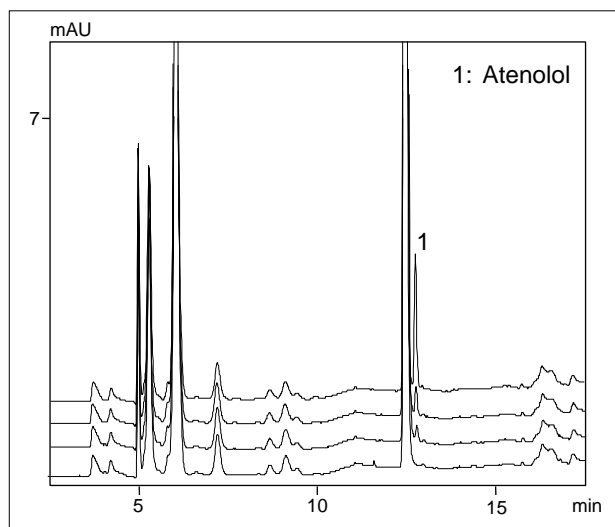


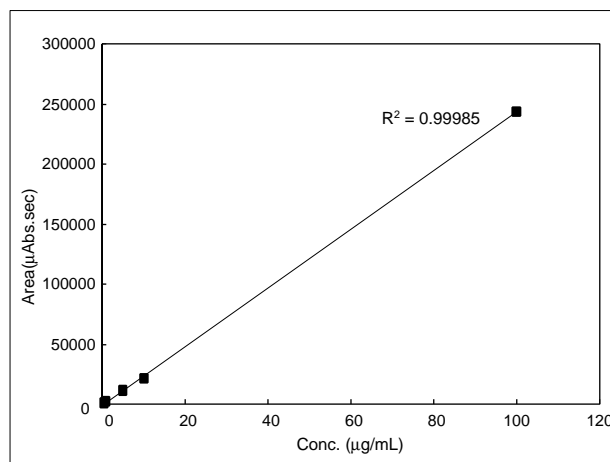
Fig.1 アテノロール添加血漿のクロマトグラム
Chromatograms of Atenolol in Plasma
(5, 1, 0.5µg/mL spiked and blank, 10µL injected)

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

For Sample Injection	
Column	: Shim-pack MAYI-SCX (10mmL. × 4.6mmI.D.)
Mobile Phase	: 0.1% Acetic acid
Flow Rate	: 3.0mL/min
Extraction Time	: 2min
Inj. Volume	: 10µL
Dilution Factor	: 8
For Separation	
Column	: Shim-pack VP-ODS (150mmL. × 4.6mmI.D.)
Mobile Phase	: A: 100mM (Ammonium) acetate buffer (pH4.7) B: Acetonitrile Linear gradient B 2%→35% (5min→14min)
Flow Rate	: 1.0mL/min
Column Temp.	: 40°C
Detection	: SPD-20A at 274nm

Table 2 ピーク面積再現性
Repeatability of Peak Area

	STD (10 μ g/mL)	Plasma (10 μ g/mL)
1st	21172	21015
2nd	21331	21159
3rd	21304	21109
4th	21390	21117
5th	21200	21156
AVE	21279	21111
CV(%)	0.43	0.28

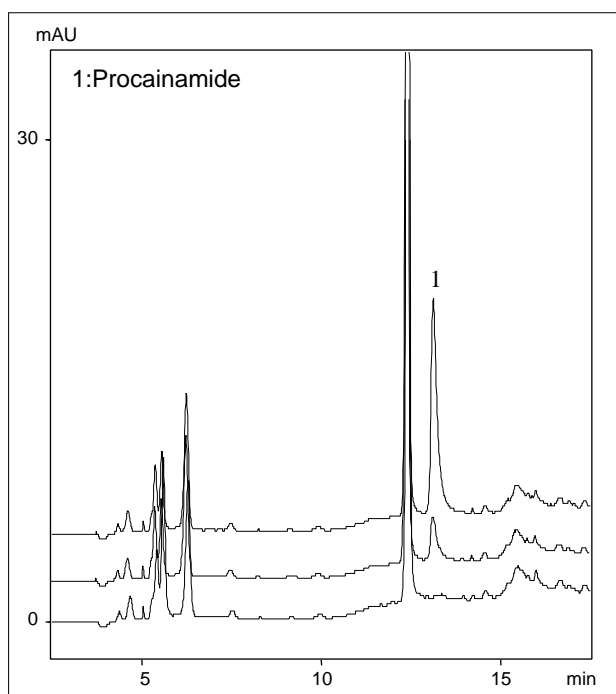
Fig.2 アテノロール添加血漿の直線性
Linearity of Atenolol in Plasma
(0.5, 1, 5, 10, 100 μ g/mL, 10 μ L injected)

プロカインアミドの分析

Analysis of Procainamide

Fig.3は、プロカインアミド添加血漿の分析結果で、Table 3に分析条件を示します。分析用移動相として、100mM酢酸アンモニウム溶液とアセトニトリルの混合移動相を使用することにより、プロカインアミドと直前の夾雑ピークとの分離を行いました。

Fig.4は、プロカインアミド添加血漿における直線性で、寄与率(R^2)0.9999以上の良好な直線関係が得られました。また、回収率は90%以上と良好な結果でした。

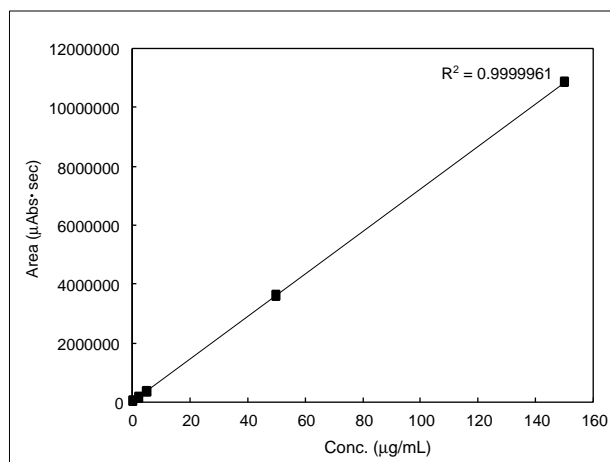
Fig.3 プロカインアミド添加血漿のクロマトグラム
Chromatograms of Procainamide in Plasma
(2.5, 0.5 μ g/mL spiked and blank, 20 μ L injected)Table 3 分析条件
Analytical Conditions

For Sample Injection

Column	: Shim-pack MAYI-SCX (10mmL. \times 4.6mmI.D.)
Mobile Phase	: 0.1% Acetic acid
Flow Rate	: 3.0mL/min
Extraction Time	: 2min
Inj. Volume	: 20 μ L
Dilution Factor	: 8

For Separation

Column	: Shim-pack VP-ODS (150mmL. \times 4.6mmI.D.)
Mobile Phase	: A: 100mM Ammonium acetate B: Acetonitrile Linear gradient B 2% \rightarrow 35% (5min \rightarrow 14min)
Flow Rate	: 1.0mL/min
Column Temp.	: 40 $^{\circ}$ C
Detection	: SPD-20A at 280nm

Fig.4 プロカインアミド添加血漿の直線性
Linearity of Procainamide in Plasma
(0.5, 2.5, 5, 50, 150 μ g/mL, 20 μ L injected)

初版発行：2005年4月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。