

## Co-Sense for BA LC-MSシステムを用いた薬物の分析(2)

### Drug analysis using Co-Sense for BA LC-MS system (2)

Co-Sense for BAは、オンラインで除タンパクを行うことができる自動前処理カラムスイッチングHPLCシステムです。前処理カラムとして用いられるShim-pack MAYIシリーズはシリカゲルを基材とした制限浸透型カラムであり、外表面は親水性ポリマーでコーティングしてあります。内表面は逆相モード用、陽イオン交換モード用あるいは陰イオン交換モード用に化学修飾されており、測

定対象成分によって選択することが可能です。Shim-pack MAYI-ODS (G) を用いた逆相モードによる分析例はアプリケーションニュースNo.C24でご紹介しましたが、ここでは陽イオン交換モード用Shim-pack MAYI-SCX (G) を用いた塩基性薬物のLC-MS分析例をご紹介します。吸光度検出器を用いたShim-pack MAYI-SCX (G) の応用例はアプリケーションニュースNo.L327をご覧ください。

S. Kawano

テスト化合物は三環系抗うつ剤である、ドキシペミン、デシプラミン、イミプラミン、ノルトリプチリン、アミトリプチリン、クロミプラミンとしました。これらをラット血漿に添加した試料を注入しました。システム構成をFig.1に示します。オートサンプラによって注入された試料は前処理カラムに送られ、薬物はトラップされますが、タンパク質は保持されずに排出されます。次にValve Aの

流路が切り換わり、分析用移動相によって薬物は分析カラムに送られて分離されます。薬物が溶出する間、Valve Bにより流路はMSと接続されます。Fig.2にテスト化合物各10 ng/mLのSIMクロマトグラムを示します。モニターイオンは各成分のプロトン化分子としました。ピークテーリングは抑えられ、高感度分析が可能でした。

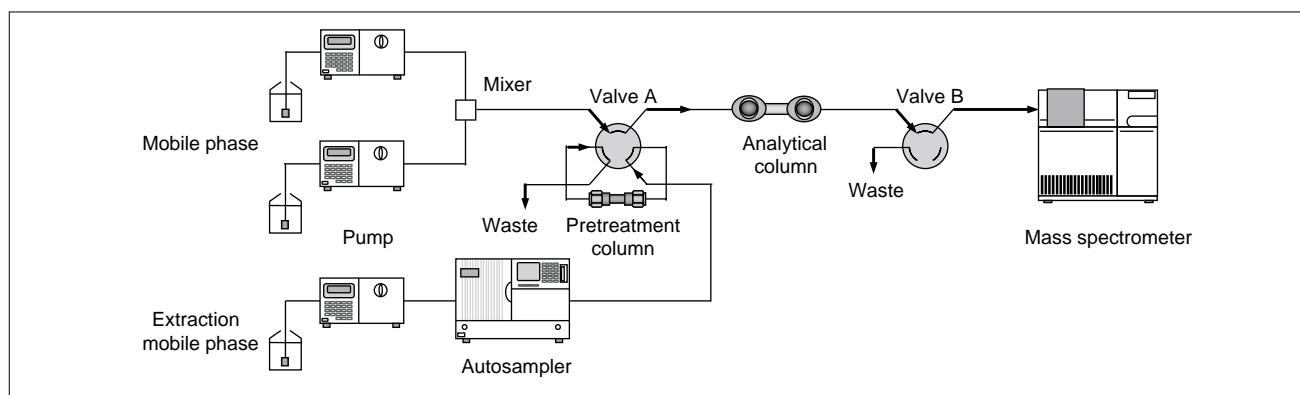


Fig.1 Co-Sense for BA LC-MSシステムの流路図  
Flow diagram of Co-Sense for BA LC-MS system

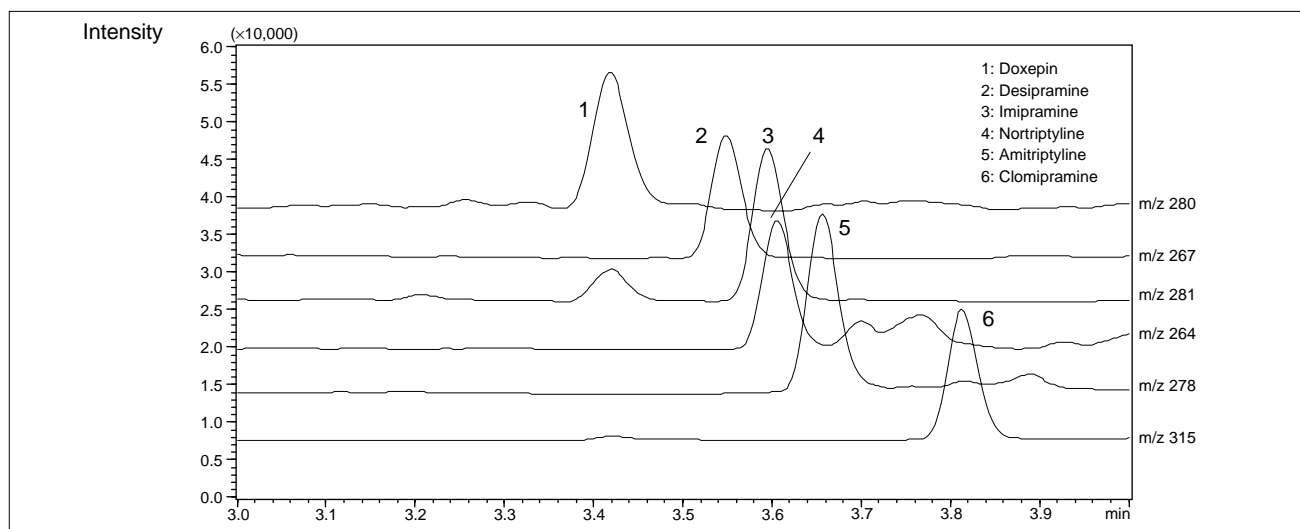


Fig.2 テスト化合物(各10 ng/mL)のSIMクロマトグラム  
Representative SIM chromatograms of test compounds (10 ng/mL each)

Fig.3に各成分50 ng/mLを注入して150回連続分析した場合の最初のSIMクロマトグラムと150回目のSIMクロマトグラムを示します。どの成分もピーク面積値の相対標準偏差は11%以下、保持時間の相対標準偏差は0.12%以下であり、いずれも最小限の変動を与え、安定した測定を行うことができました。

準偏差は11%以下、保持時間の相対標準偏差は0.12%以下であり、いずれも最小限の変動を与え、安定した測定を行うことができました。

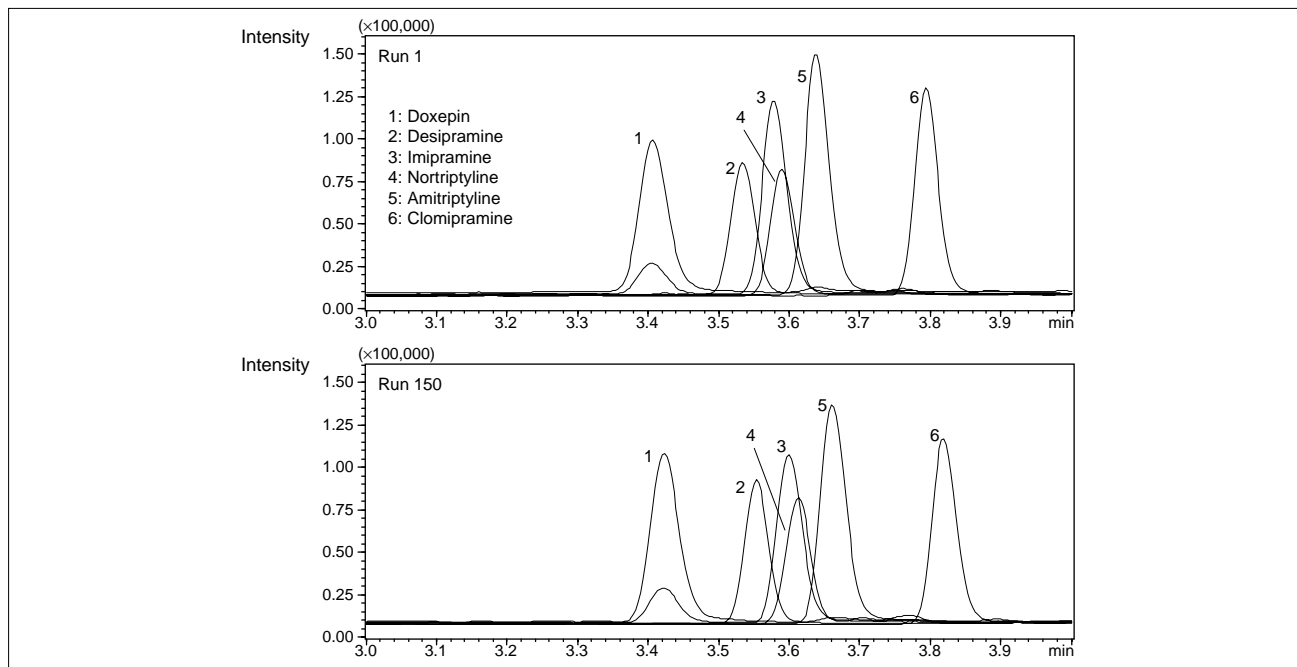


Fig.3 連続注入時のSIMクロマトグラム(上:1回目、下:150回目、各50 ng/mL)  
SIM chromatograms of repeat injections (upper: 1st run, lower: 150th run, 50 ng/mL each)

Table 1 分析条件  
Analytical conditions for LC-MS

Pretreatment	
Column	: Shim-pack MAYI-SCX(G) (4.6 mm I.D. × 10 mmL.)
Mobile phase	: water containing 0.1% acetic acid
Flow rate	: 3.0 mL/min
Column temperature	: 40 °C
Injection volume	: 20 µL
Pretreatment time	: 1.0 min
Analysis	
Column	: Phenomenex Gemini C18 (2.0 mm I.D. × 50 mmL., 5 µm) with a SecurityGuard C18 cartridge (2.0 mm I.D. × 4 mmL.)
Mobile phase A	: 100mM ammonium acetate buffer (pH 5.0)
Mobile phase B	: acetonitrile
Time program	: 20%B(0-1.0 min)→90%B(4.0 min)→20%B(4.01-7.0 min)
Flow rate	: 0.5 mL/min
Column temperature	: 40 °C
Valve B (to MS)	: 3.0-4.0 min
Probe voltage	: +4.5 kV (ESI-Positive mode)
Nebulizing gas flow	: 1.5 L/min
Drying gas pressure	: 0.2 MPa
CDL temperature	: 250 °C
Block heater temperature	: 200 °C
CDL, Q-array voltages	: using default values
SIM	: m/z 280 (doxepin), 267 (desipramine), 281 (imipramine), 264 (nortriptyline), 278 (amitriptyline), 315 (clomipramine)

掲載データは薬事承認された装置で採取されたものではありません。

本資料は初版または改訂版発行時の情報に基づいて作成されています。

初版発行：2006年3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

●東京 ☎(03)3219-1691  
●京都 ☎(075)813-1691

<http://www.an.shimadzu.co.jp>

会員制情報提供サービス「Shim-Solutions Club」にご登録下さい。  
<http://solutions.shimadzu.co.jp/>  
いろいろな情報提供サービスが受けられます。

3100-03601-11A-IK  
2006.3