

## 超高速分析の応用(その3) 複数検出器を活用した医薬品の分析

### Ultra Fast Analysis (Part3)

### Analysis of drugs by using multiple detectors

超高速分析は近年、LCユーザから大きな関心を集めており、さまざまな分野に浸透しつつあります。

短時間に多成分が検出されるような超高速分析に対応した高速液体クロマトグラフ質量分析計LCMS-2020が開発されました。

ここでは超高速液体クロマトグラフUFLCからの溶出液をMSの他に荷電化粒子検出器Corona CAD (ESA Biosciences社注)、フォトダイアードアレイ検出器を接続し、医薬品多成分を一斉分析した例をご紹介します。

Y. Nakae

Fig.1 にこの分析で使用した装置の流路図を示します。UFLCシステムからの溶出液をフォトダイアードアレイ (PDA) 検出器で検出し、その後、MSとCorona CADに

分岐させて分析しました。

Fig.2に、この分析において対象成分とした医薬品の構造式を示します。

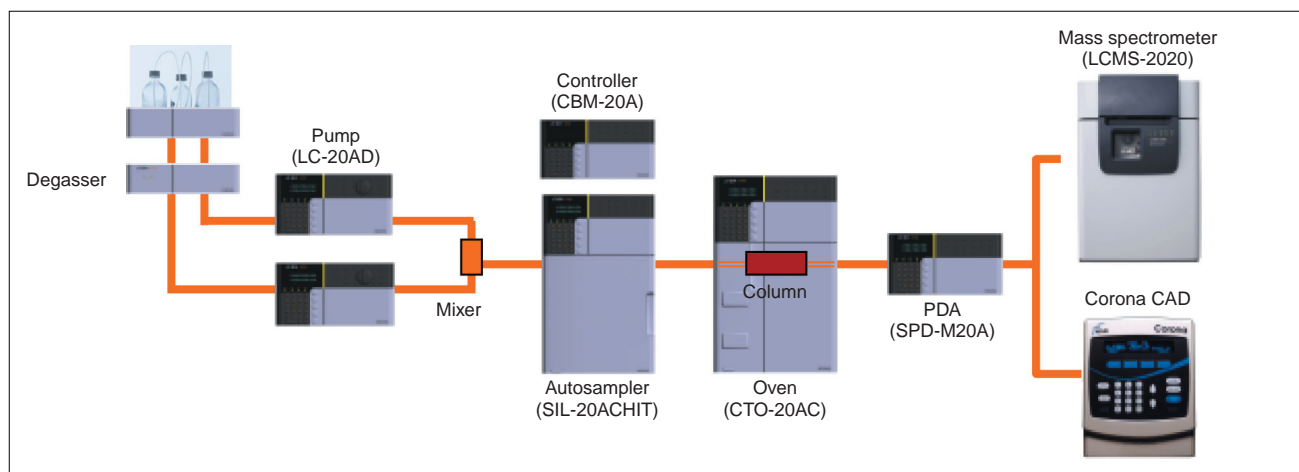


Fig.1 流路図  
Flow diagram of the system

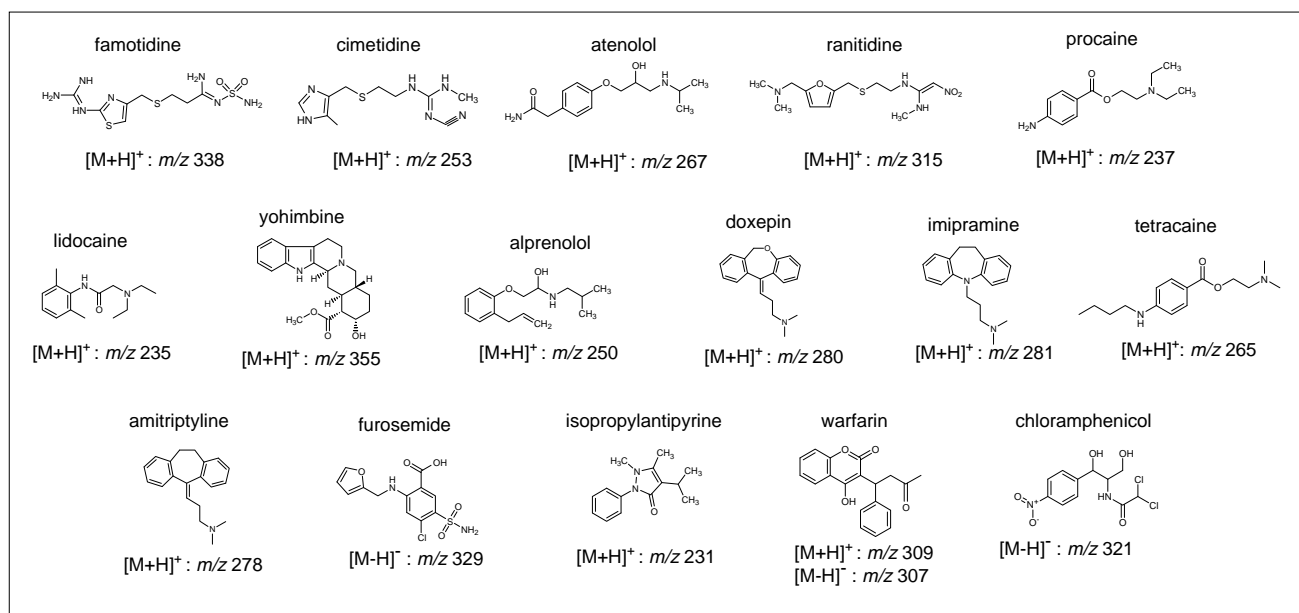


Fig.2 構造式  
Structures of test drugs

## 医薬品6成分の分析

Analysis of 6 test drugs

Fig.3に医薬品6成分を分析したクロマトグラムを、Table 1に分析条件を示します。ここでは6成分の医薬品を2分以内に分析することができました。

chloramphenicolやfurosemideのような酸性化合物は、

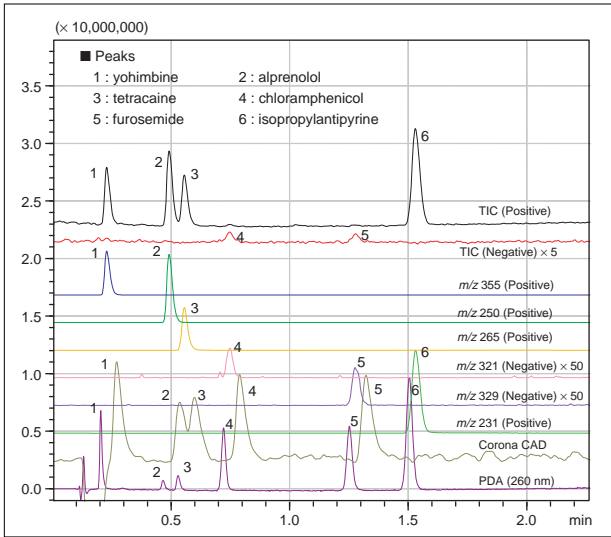


Fig.3 標準混合溶液のクロマトグラム(5 ng 注入時)  
Chromatograms of standard solution (5 ng each)

脱プロトン化分子を生じます。酸性移動相を用いた場合、ネガティブモードにおいて感度が低下しますが、PDAクロマトグラムのピークを参照し、成分を確認することができます。

Table 1 分析条件  
Analytical conditions

Column	: Shim-pack XR-ODS (3.0 mmI.D. × 30 mmL., 2.2 μm)	
Mobile phase A	: 0.1 % formic acid - water	
Mobile phase B	: acetonitrile	
Gradient program	: 20 % B (0 min) - 35 % B (2.00 min) - 20 % B (2.01 - 3.00 min)	
Flow rate	: 1.5 mL/min (Corona CAD: 1.0 mL/min, LCMS-2020: 0.5 mL/min)	
Injection volume	: 1 μL	
Column temperature	: 50 °C	

(a) PDA		
Wavelength	: 200 -350 nm	
(b) Corona CAD		
Gas	: N <sub>2</sub> , 35 psi	Range : 100 pA
Filter	: None	
(c) MS		
Probe voltage	: +4.5 kV (ESI-Positive mode), -3.5 kV (ESI-Negative mode)	
Nebulizing gas flow	: 1.5 L/min	
Drying gas pressure	: 15 L/min	
DL temperature	: 250 °C	BH temperature : 200 °C
DL voltage/Q - array voltage	: using default values	
Scan range	: m/z 160 - 600	

## 医薬品14成分の分析

Analysis of 14 test drugs

Fig.4に医薬品14成分を分析したマスクロマトグラムを、Table 2に分析条件を示します。PDAやCorona CADのようなHPLC用の汎用的な検出器では分離が不十分でも、MSではその選択性の高さにより分離することが可能です。

また、従来のMSのスキャンスピードでは超高速分析に

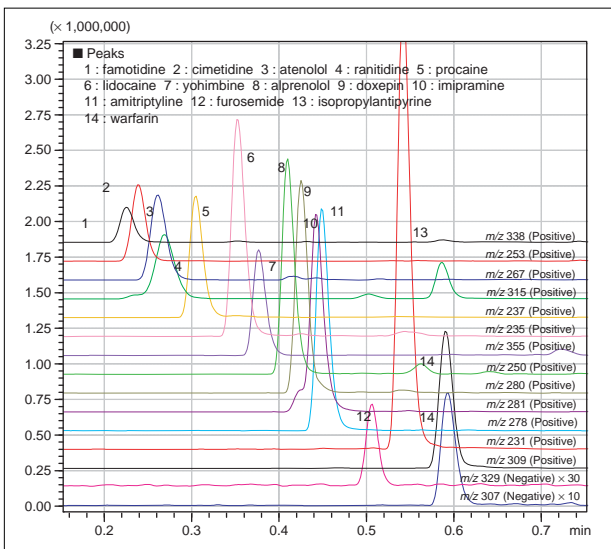


Fig.4 標準混合溶液のマスクロマトグラム(5 ng 注入時)  
Mass chromatograms of standard solution (5 ng each)

対応できない場合があります。LCMS-2020のスキャンスピードが最高15,000 u/sec, 正負切替時間が15 msecと高速ですので、ピーク幅が小さい超高速分析において正負同時スキャンを行っても、十分な測定ポイントが得られます。この分析ではデータの取込み時間を50 msecと設定しましたので、1つのピークにつき約30ポイントで測定することができました。

Table 2 分析条件  
Analytical conditions

Column	: Shim-pack XR-ODS (3.0 mmI.D. × 30 mmL., 2.2 μm)	
Mobile phase A	: 0.1 % formic acid - water	
Mobile phase B	: acetonitrile	
Gradient program	: 20 % B (0 min) - 95 % B (0.500 min) - 20 % B (0.51 - 1.5 min)	
Flow rate	: 1.5 mL/min (LCMS-2020: 0.5 mL/min)	
Injection volume	: 1 μL	
Column temperature	: 50 °C	

MS		
Probe voltage	: +4.5 kV (ESI-Positive mode), -3.5 kV (ESI-Negative mode)	
Nebulizing gas flow	: 1.5 L/min	
Drying gas pressure	: 15 L/min	
DL temperature	: 250 °C	BH temperature : 200 °C
DL voltage/Q - array voltage	: using default values	
Scan range	: m/z 160 - 600	

注) CoronaおよびCADはESA Biosciences, Inc.の米国およびその他の国における商標または登録商標です。

A 改訂版発行 : 2009年1月  
初版発行 : 2009年1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。