

LCMS-2020を用いた総合感冒薬の超高速分析

Ultra Fast Analysis of Combination Cold Remedy using LCMS-2020

超高速LC/MSによるハイスループット分析では超高速LCのシャープなピークに追従できる超高速MS測定が必要になります。“LCMS-2020”は、高速に正負イオン化モードを切替えるUFswitching機能（正負イオン化切替時間15 msec）、高速にスキャン測定を行うUFscanning機能（ス

キャンスピード最大15,000 u/sec）を実現しており、LCの超高速化に対応できる質量分析計です。

今回は超高速高分離LCシステム“Prominence UFLCxR”と“LCMS-2020”を用いた総合感冒薬の超高速分析例をご紹介します。

T.Goda T.Tsukamoto

総合感冒薬の分析

Analysis of Combination Cold Remedy

総合感冒薬Aを1錠粉碎し、このうち10 mgを10 mLの純水に溶解した後、ろ過してLC/MS分析に供しました。イオン化にはエレクトロスプレーイオン化（ESI）法を用い、正負イオン同時分析を行いました。

Fig.1に総合感冒薬Aのトータルイオンクロマトグラム（TIC）とマスクロマトグラムを、Fig.2に確認された7成分の構造式を示しました。移動相流量を1.8 mL/minと高流量にすることにより、カラム平衡化時間も含め1.5分という高速分析が可能でした。なお、移動相はスプリットすることなく全量をMSに直接導入しました。

各成分のマスペクトルをFig.3に示しました。いずれの成分も正イオンモードでプロトン化分子が確認できました。また、2. acetaminophenにつきましては負イオンモードで脱プロトン化分子も確認できました。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Advanced Materials Technology HALO C18 (3.0 mmI.D. × 50 mmL, 2.7 μm)
Mobile Phase A	: 5 mM Ammonium formate and 5 mM Formic acid - water
Mobile Phase B	: Acetonitrile
Time Program	: 7 %B (0 min) → 45 %B (1 min) → 7 %B (1.01-1.5 min)
Flow Rate	: 1.8 mL/min
Injection Volume	: 1 μL
Column Temp.	: 60 °C
Probe Voltage	: 4.5 kV /-3.5 kV (ESI-Positive mode/Negative mode)
DL Temperature	: 250 °C
BH Temperature	: 200 °C
Nebulizing Gas Flow	: 1.5 L/min
Drying Gas Flow	: 20 L/min
DL,Q-array Voltage	: Default values
Scan Range	: m/z 100 - 700 (60 msec/Scan)

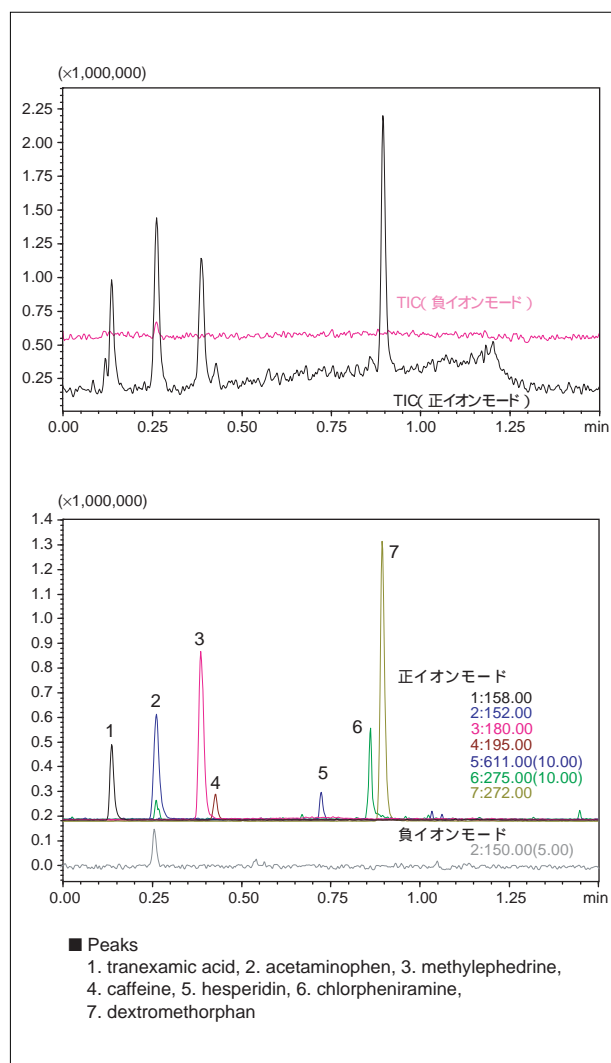


Fig.1 総合感冒薬AのTIC(上)およびマスクロマトグラム(下)
TIC (upper) and Mass Chromatograms (lower) of Combination Cold Remedy A

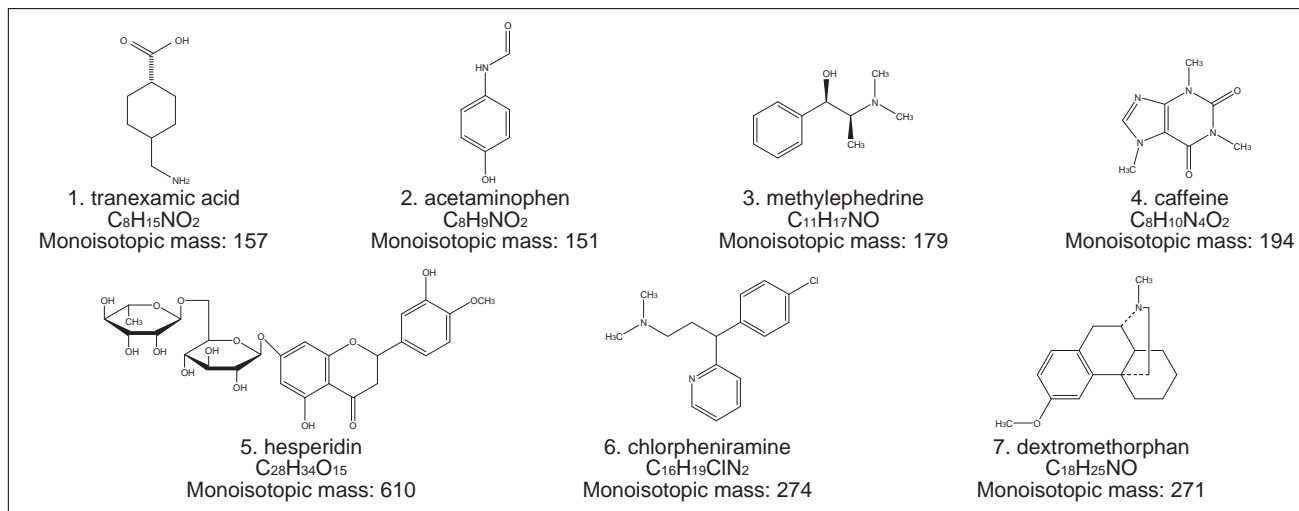


Fig.2 総合感冒薬A 中の7成分の構造式
Structural Formula of Ingredients in Combination Cold Remedy A

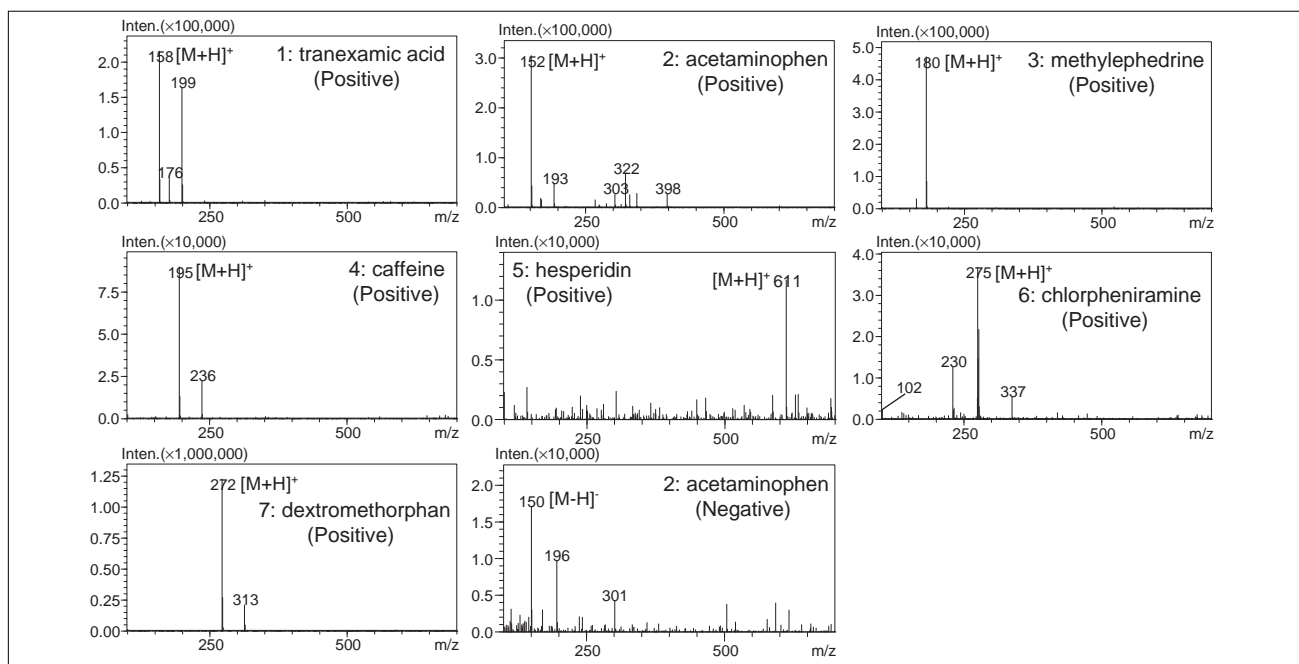


Fig.3 総合感冒薬A 中の7成分のマスペクトル
Mass Spectra of Ingredients in Combination Cold Remedy A

超高速MS測定

Ultra Fast Mass Analysis

今回の分析では、スキャンスピード15,000 u/secで測定を行いました。本分析条件の質量走査範囲m/z 100~700では1回のスキャンに要する取り込み時間は60 msec となります (Fig.4)。短時間で取り込みを行うことによって、“Prominence UFLC_{XR}”で得られるシャープなピークに対しても十分なポイント数を確保することができ、良好なピーク形状のクロマトグラムが得られました。

このように超高速分析に対応した“LCMS-2020”と超高速高分離LCシステム “Prominence UFLC_{XR}”を用いることにより、1.5分の分析で総合感冒薬中の主要な7成分に

ついて良好な分離が得られ、各成分のマスペクトルを確認することができました。

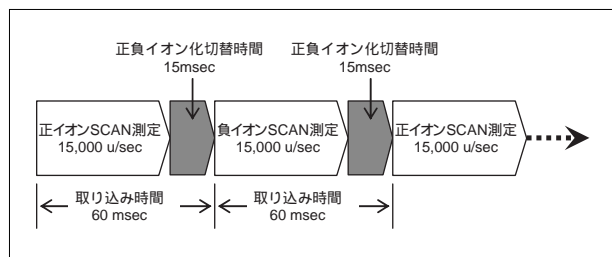


Fig.4 取り込み時間と正負イオン切替時間
Sampling Rate and Positive/Negative Switching Time

初版発行：2009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

☎ 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。