

Fast-GC/MSを用いた分析について ドラッグの分析

Drug Screening with Fast-GC/MS

分析ラボでは、より多くのサンプルを、より安いコストで分析し、生産性を高めることが重視されています。特に、クロマトグラフィー分析では、分析時間を短縮化することによって生産性を高めることが検討されています。この要請を実現するものとしてFast-GC/MSが注目されています。Fast-GC/MSは、内径の細い、短いカラムを使うことで高分離を実現し、しかも、分離を犠牲にすることなく分析時間の短縮化をはかることができます。Fast-GC/MSが可能になったのは、GC/MSの基本性能が改良されたことと、分析カラムの性能が向上したこと

によります。装置の改良点としては、(1)急速加熱および冷却可能なカラムオープン(2)高いカラムヘッド圧力設定とその制御が可能なキャリヤガス流量制御ユニット(3)高速スキャンが可能な質量分析計(MS)が上げられます。また、内径が細いカラムを使用するためサンプル負荷容量が少なくなりその分MS側の感度アップが重要になります。

本アプリケーションでは、ドラッグの分析を例にとってFast-GC/MSの有効性をご紹介します。

標準試料の分析(スプリット注入法)

Analysis of the standard samples

Fig.1にFast-GC/MSで測定した標準試料のトータルイオンクロマトグラムを示します。通常、この分析には14分要していましたが、Fast-GC/MSを使うとたった3minで分析できます。本分析では、サンプル濃度が高いため、0.1 μ Lのサンプルを1:80のスプリット比で

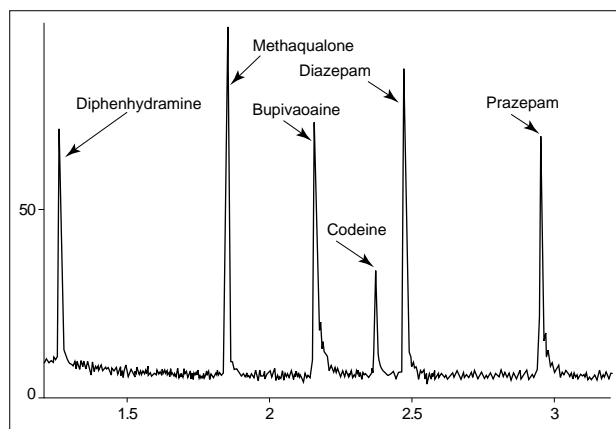


Fig.1 Standard measured with Fast-GC/MS

注入しています。Fig.2は典型的なドラッグを分析した結果です。PapaverineとNoscapineを分析するために分析時間はその分、長くなっています。これらの分析では、サンプル濃度が高いためスプリット分析を行っています。その結果、ピーク形状はシャープになっています。

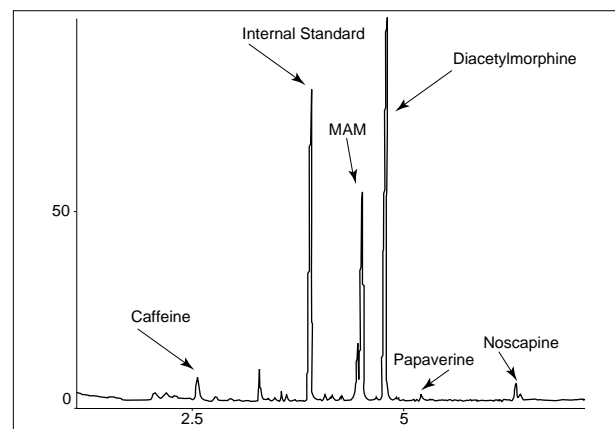


Fig.2 Street drug

実サンプルの分析(スプリットレス注入法)

Analysis of the real samples

Fast-GC/MSを使った実際のドラッグの分析では、前処理についても注意を払う必要があります。液-液抽出を行った場合、ステロイドもドラッグと一緒に抽出されてきます。分析カラムでの保持時間が長いステロイドを、カラムから溶出させるためには分析時間をその分、長く

してやる必要があります。したがって、Fast-GC/MSでは、保持時間の長い夾雑物を前処理で取り除いておくことが重要になってきます。ドラッグの分析では固相抽出法を使うとこの問題は解決することができます。

実サンプルを分析する上での他の問題点は、感度です。スプリット注入法では、シャープなピークが得られませんが感度が低くなってしまいう欠点があります。そこで、微量成分を分析するためにスプリットレス注入法が使われます。しかし、Fast-GC/MSでスプリットレス注入法を使うと、ピークが広がるため、ピークをシャープにするための工夫が必要になってきます。ここでは、カラムヘッド圧力とカラムオープンの初期温度を最適化することによってピークをシャープにすることを検討してみました。Fig.3に初期温度を150と80の場合のトータルイオンクロマトグラムを示します。初期温度を低くすることによってサンプルバンド幅が短くなり、ピークがシャープになりました。初期温度の保持時間は最低1分以上必要でした。また、カラムヘッド圧力を高くすることによっても、ピークをシャープにすることができました。

ピーク形状の影響する他の要因は、サンプルの注入量です。注入量は0.5 μ Lが限界でそれ以上注入するとピークが広がることが認められました。

これらの検討結果をもとにFast-GC/MSと通常のGC/MS法の比較を行いました。Fig.4は、尿中のドラッグをそれぞれの方法で測定した結果です。Fast-GC/MSで分析時間短縮化が行われています。Fig.5は尿中のドラッグをFast-GC/MSで測定しその結果得られたマスクロマトグラムです。通常のGC/MSで検出された全ての成分を検出することができました。

分析システム

Instrumentation

GC/MS : GCMS-QP5050A (GC : 高速昇温モデル, 高圧対応 AFC-17H (オプション))

Class ソフト : Class-5000 Ver.2.2

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Carrier gas	: Helium
Columns	: Fast GC; Chrompack CP-SIL5 10m \times 0.1mm I.D. df=0.12 μ m Normal GC; DB-5ms; 30m \times 0.25mm I.D. df=0.25 μ m
Temperature Program	: Fast GC; 80 (1 min)-40 /min-320 ; 0.5min splitless, 0.5 μ L injection volume Normal GC; 70 (2 min)-20 /min-200 -7 /min-300 (3 min)-25 /min-320 (2.5 min)
Split ratio	: 1 min splitless
Injection volume	: 1 μ L
Injector temperature	: 280
Detector temperature	: 320
Scan rate	: Fast-GC/MS, 6000 dalton/sec Normal-GC/MS 1000 dalton/sec
Mass range	: 55-499 dalton
Gain	: 1.6 kV

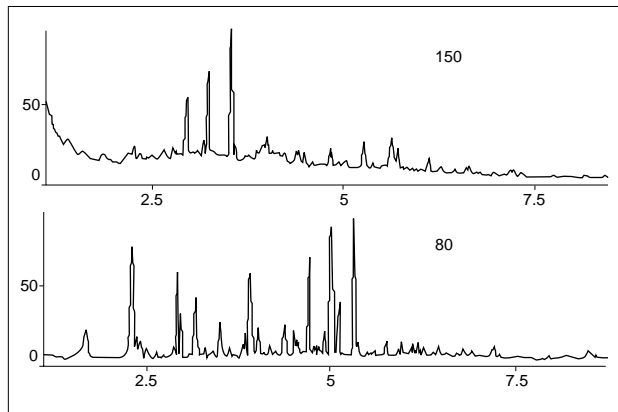


Fig.3 Real sample measured with different initial temperatures

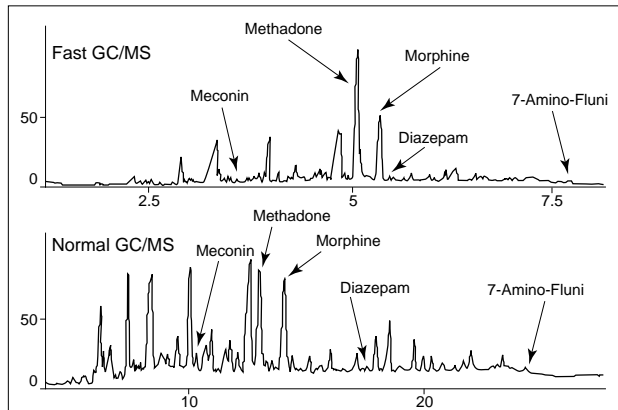


Fig.4 Urine, measured with Normal GC/MS and Fast-GC/MS

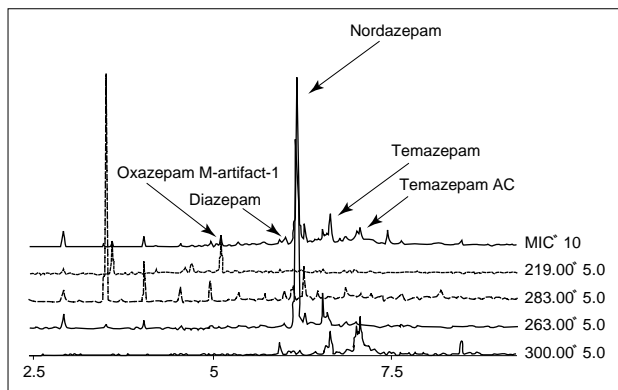


Fig.5 Real sample measured with Fast-GC/MS

【備考】Fast-GC/MSは通常のGC/MSに比較して、分析時間の短縮化を図ることができ、しかも同一あるいは良好な結果が得られるため、応用範囲がさらに広まっていくものと予想できます。当社は、今後さらにFast-GC/MSのアプリケーションデータの充実を図っていく予定です。

本アプリケーションは、島津ドイツで作成されたもの (M Lowther BSc (Hons), Forensic Science Service, London Dipl.Ing.P.Gerhards, Shimadzu Deutschland GmbH, Duisburg "Drug Screening with Fast-GC/MS") を邦訳したものです。翻訳に際しては、必要に応じ加筆あるいは修正を行っています。英文を入手されたい場合は、当社にご連絡ください。

初版発行：1998年12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。