

イオンペア試薬を用いない高極性化合物の不純物分析

Impurity Analysis of Polar Compounds without Using Ion-pair Reagents

逆相モードでカラムにほとんど保持されないような高極性化合物の分離に、イオンペアクロマトグラフィーが有効な場合があります。フッ素を含むLC/MS用のイオンペア試薬はよく使用されています。ただし、カラムやインターフェイスなどにイオンペア試薬が残留するため、他の分離モードに切り替える場合は洗浄に相当の時間を要することがあります。ここではイオンペア試薬を使用しない分析条件をご紹介します。両イオン交換型カラムを用い、移動相に酢酸および酢酸塩の水溶液のみ使用しました。通常イオンペアクロマトグラフィーで分離される化合物のうち、アミノグリコシド系抗生物質は数個の糖やアミノ糖などから構成されます。光吸収をほとんど示さず、アミノ基を有しイオン化が容易であるため、これらの検出には質量分析計が最も有用です。

S. Kawano

■ネオマイシンBの不純物分析

Impurity Analysis of Neomycin B

ネオマイシンBの構造をFig. 1に示します。ネオマイシンB (10 mg/mL水溶液)を注入したときのTICクロマトグラム、マスクロマトグラムをFig. 2に示します。いくつかの不純物ピークが検出されましたが、メインピークとCompound XのマススペクトルをFig. 3に示します。ベースピークが信号飽和しない保持時間でのネオマイシンBのマススペクトルです。Compound Xのマススペクトルのベースピークは m/z 455でした。ネオマイシン生合成経路における中間生成物を考慮すると、この成分はribostamycinの可能性があるとされます。

参考文献：Aminoglycoside antibiotics, D.P.Arya, Wiley-Interscience (2007)

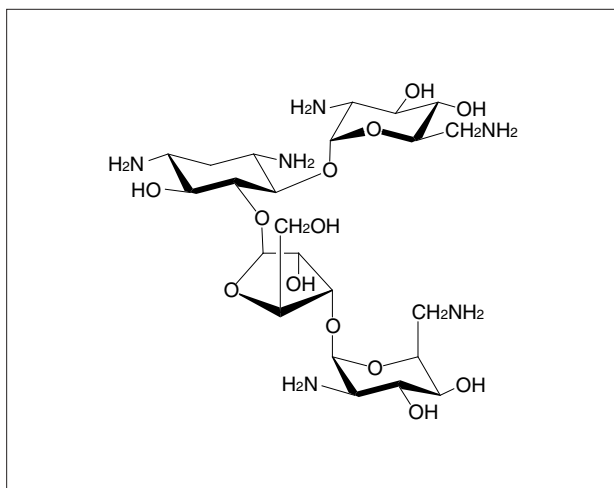


Fig. 1 ネオマイシンBの構造
Structure of Neomycin B

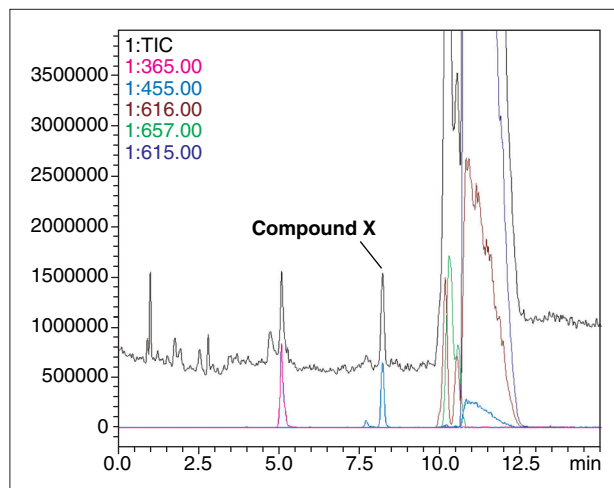


Fig. 2 ネオマイシンBのクロマトグラム
Chromatograms of Neomycin B

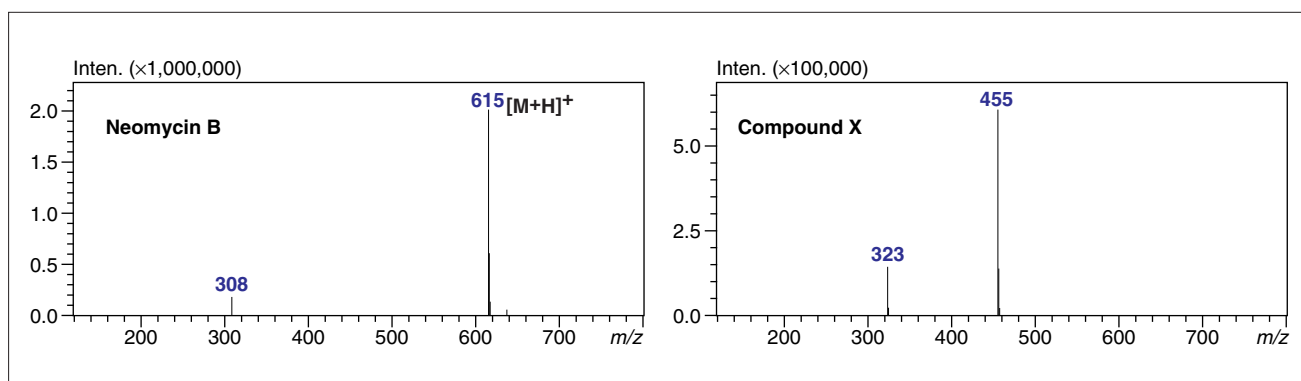


Fig. 3 ネオマイシンBとCompound Xのマススペクトル
Mass Spectra of Neomycin B and Compound X

■カナマイシンAの不純物分析

Impurity Analysis of Kanamycin A

カナマイシンAの構造をFig. 4に示します。カナマイシンA (10 mg/mL水溶液) を注入したときのTICクロマトグラム, マスククロマトグラムをFig.5に示します。メインピークとCompound YのマススペクトルをFig. 6に示します。

Compound YおよびZのマススペクトルのベースピークはそれぞれ m/z 486, m/z 484でした。生合成経路における中間生成物を考慮し, これらはそれぞれ6-O-Glc-paromamine, カナマイシンBであると推定しました。

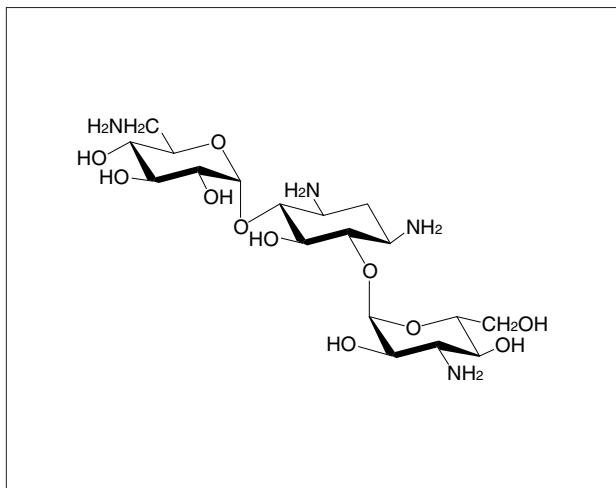


Fig. 4 カナマイシンAの構造
Structure of Kanamycin A

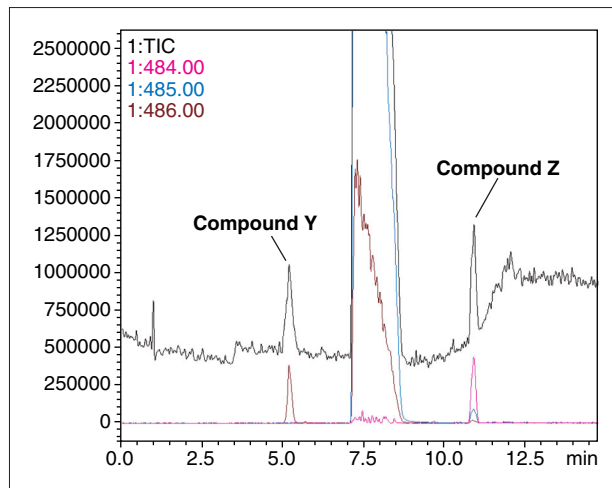


Fig. 5 カナマイシンAのクロマトグラム
Chromatograms of Kanamycin A

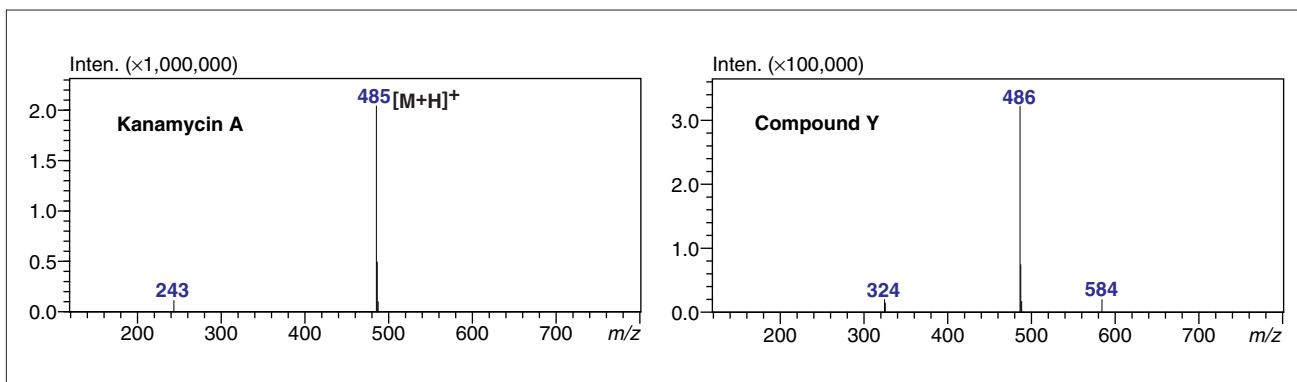


Fig. 6 カナマイシンAとCompound Yのマススペクトル
Mass Spectra of Kanamycin A and Compound Y

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Imtakt Scherzo SM-C18 (150 mmL, $\times 2.0$ mmI.D., 3 μ m)	MS	: LCMS-2020
Mobile Phase	: A: 20 mmol/L ammonium acetate in water B: 20 mmol/L acetic acid in water	Probe Voltage	: +4.5 kV (ESI-Positive mode)
Time Program	: 10 %B (0 min) -90 %B (10 min) 90 %B (14 min) -10 %B (14.01 min) -STOP (24 min)	Nebulizing Gas Flow	: 1.5 L/min
Flow Rate	: 0.4 mL/min	Drying Gas Flow	: 20.0 L/min
Column Temperature	: 40 °C	DL Temperature	: 300 °C
Injection Volume	: 2 μ L	Block Heater Temperature	: 450 °C
Mixer Volume	: 100 μ L	DL, Q-array Voltages	: default values
		Event Time	: 0.2 sec
		Scan Range	: m/z 120 - 800

初版発行：2010年7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。