

塩基性医薬品のハイスループット分析 Basic drugs

近年のHPLC分析において、装置とカラムの性能向上により、時間短縮と分離を両立したハイスループット(HT: High-Throughput)分析が可能となりました。ここでは、塩基性医薬品をショートカラムと高速グラジエントを組み合わせた液体クロマトグラフィー/質量分析法(LC/MS/MS)により、MRMモードで一斉分析を行いました。

Key words : 医薬品 ハイスループットスクリーニング ショートカラム
Column : USP category: L1

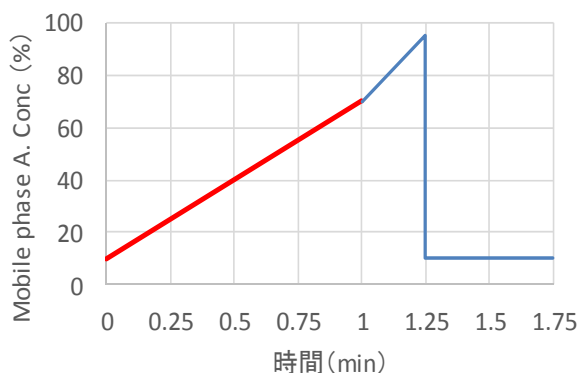
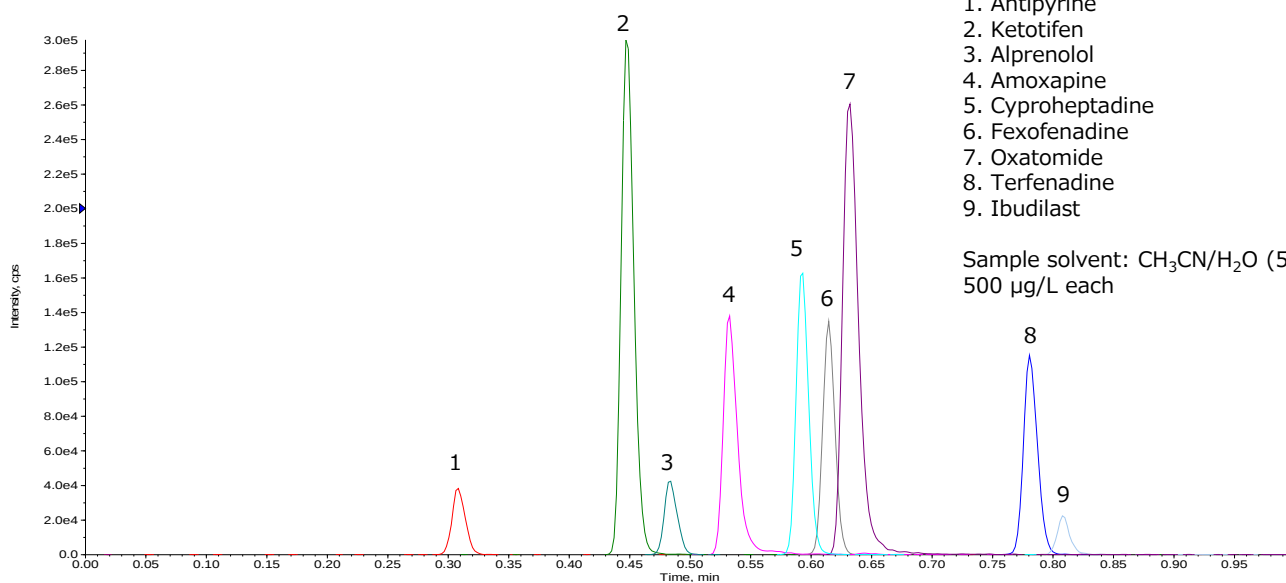
[Analytical conditions]

Column : L-column2 ODS (C18, 3 μ m, 12 nm), 2.1 mm I.D. $\times$ 20 mm L.; Cat. No. 711770
Eluent : A: CH₃CN, B: 0.1% HCOOH in H₂O
A/B, 10/90-70/30 (0-1 min)
Flow rate : 1.2 mL/min
Temperature : 40°C
Detection : ESI-MS/MS(+)
Injection volume : 1 μ L
System : LC: Ultimate 3000 Bio RS (Thermo Fisher Scientific K.K.); MS/MS: 3200 Q TRAP (AB Sciex)

Sample:

1. Antipyrine
2. Ketotifen
3. Alprenolol
4. Amoxapine
5. Cyproheptadine
6. Fexofenadine
7. Oxatomide
8. Terfenadine
9. Ibudilast

Sample solvent: CH₃CN/H₂O (50/50)
500 μ g/L each



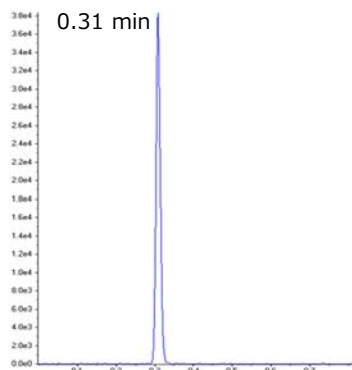
- 分析時間1分 + 洗浄及び平衡化時間0.75分
- 1サイクル総時間 1.75分

- 分析時間1分、洗浄・再平衡化を含め1サイクル2分以内の分析が可能です。

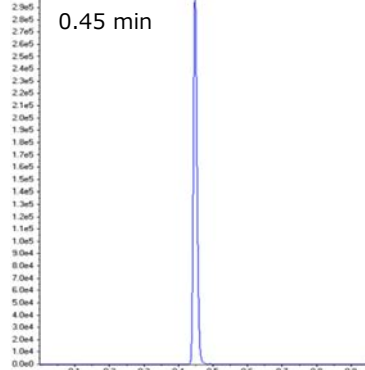
2015.08 Aka

■ MRMクロマトグラム

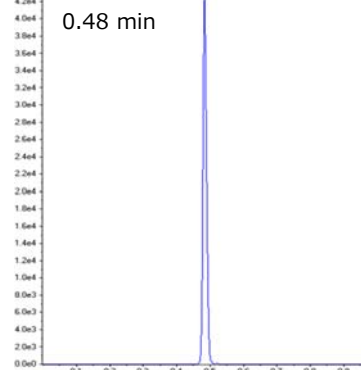
1. Antipyrine
アンチピリン
Q1(m/z) 189.1, Q3(m/z) 56.1



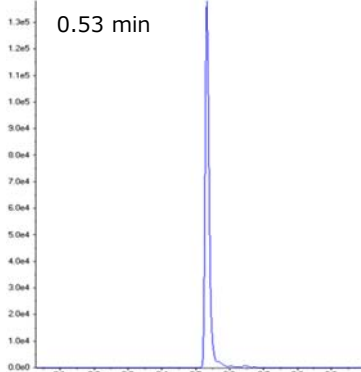
2. Ketotifen
ケトチフェン
Q1(m/z) 310.0, Q3(m/z) 96.1



3. Alprenolol
アルプレノロール
Q1(m/z) 250.2, Q3(m/z) 115.9



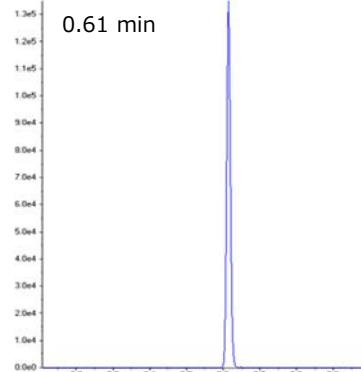
4. Amoxapine
アモキサピン
Q1(m/z) 314.1, Q3(m/z) 271.2



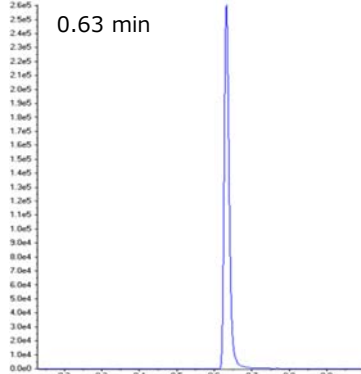
5. Cyproheptadine
シプロヘプタジン
Q1(m/z) 288.1, Q3(m/z) 96.3



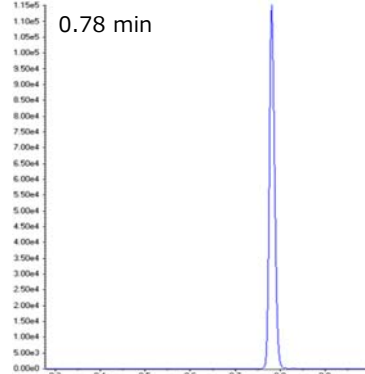
6. Fexofenadine
フェキソフェナジン
Q1(m/z) 502.3, Q3(m/z) 171.2



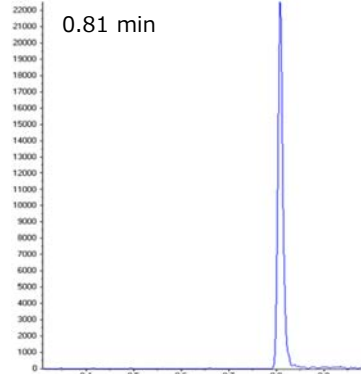
7. Oxatomide
オキサトミド
Q1(m/z) 427.2, Q3(m/z) 167.1



8. Terfenadine
テルフェナジン
Q1(m/z) 472.4, Q3(m/z) 57.1



9. Ibudilast
イブジラスト
Q1(m/z) 230.3, Q3(m/z) 58.1



- この分析条件の場合、最大カラム圧力は10 MPa※注となります。カラム耐圧の許容範囲内の高流速グラジエント分析で大幅な時間短縮が可能となり、ショートカラムの使用でグラジエントの平衡化時間も短縮できます。分離に余裕がある場合は、よりカラム長さの短い10 mmのショートカラムを使用することで、さらなる時間短縮が可能です。
- 装置のホールドアップボリュームが大き過ぎると、グラジエントの追従性が損なわれ、分離が悪化します。
- 検出器のサンプリング時間は短く設定しないと、本来のピーク形状よりブロードになる場合があります。

※注 カラムを付けた状態の表示圧力からカラムを外した状態での表示圧力を差し引いています。

2015.08 Aka