

塩基性医薬品 Basic drugs

マイクロカラムは、内径2.1 mmのセミマイクロカラムと比較して内径が細く、高感度化やサンプル量の少ないときに有効です。ここでは、塩基性医薬品を、内径0.3 mmのマイクロカラムを用いて、液体クロマトグラフィー/質量分析法(LC/MS/MS)により、MRMモードで超高感度分析を行いました。

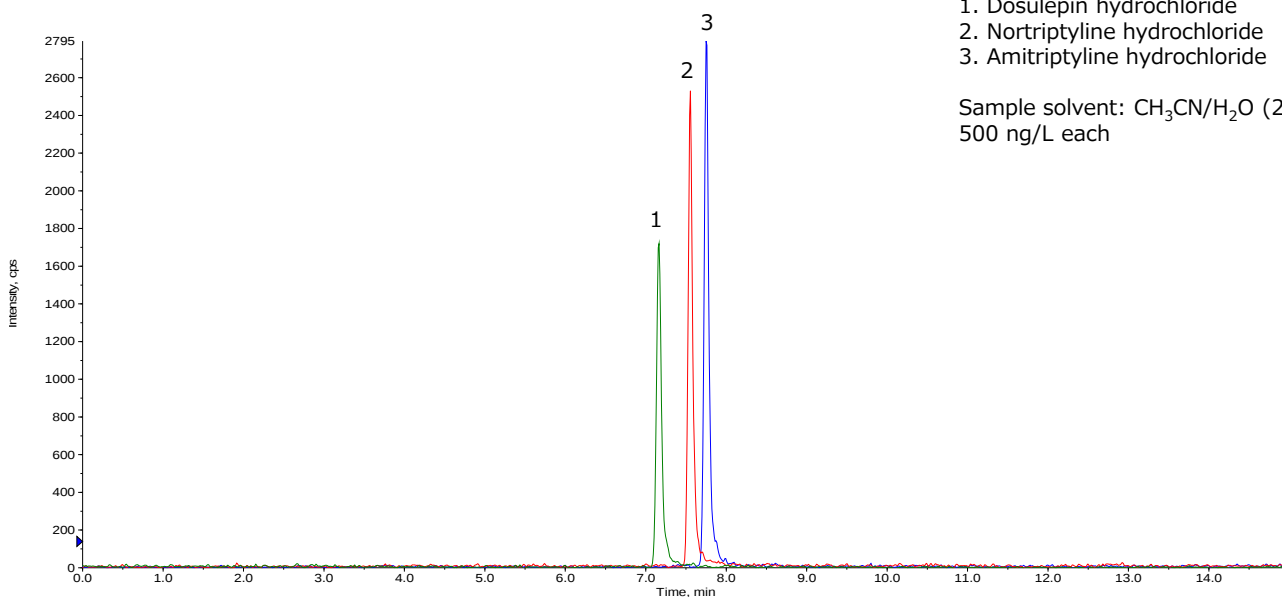
Key words : 医薬品 L-column Micro ミクロカラム ナノカラム
Column : USP category: L1

[Analytical conditions]

Column : L-column2 ODS (C18, 3 μ m, 12 nm), 0.3 mm I.D. $\times$ 150 mm L.; Cat. No. 711280
Eluent : A: CH₃CN, B: 0.1% HCOOH in H₂O
A/B, 20/80-70/30 (0-15 min)
Flow rate : 5 μ L/min
Temperature : 40°C
Detection : ESI-MS/MS(+)
Injection volume : 1 μ L
System : LC: Ultimate 3000 RS LCnano キャピラリー仕様 (Thermo Fisher Scientific K.K.); MS/MS: 3200 Q TRAP (Sciex)

Sample:
1. Dosulepin hydrochloride
2. Nortriptyline hydrochloride
3. Amitriptyline hydrochloride

Sample solvent: CH₃CN/H₂O (20/80)
500 ng/L each



2016.03 Saka

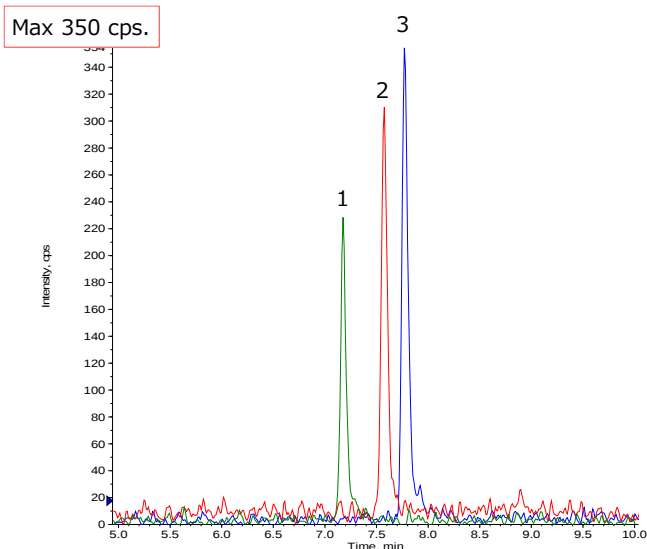
■ 内径0.3 mmと内径2.1 mmのカラム比較(50 ng/L)

ここでは、50 ng/Lの濃度における内径0.3 mmと内径2.1 mmのカラムを比較しています。0.3 mmカラムの注入量が2.1 mmカラムの1/5ですが、ピーク3のアミトリプチリンのS/Nは10倍(7→74)向上しております。このように分析システム(キャピラリー-LC、25 μ m配管、25 μ mエレクトロード)、注入量、流速などの最適化を行えば、マイクロカラムは感度面で非常に有利となり、再現性の良い結果が得られます。

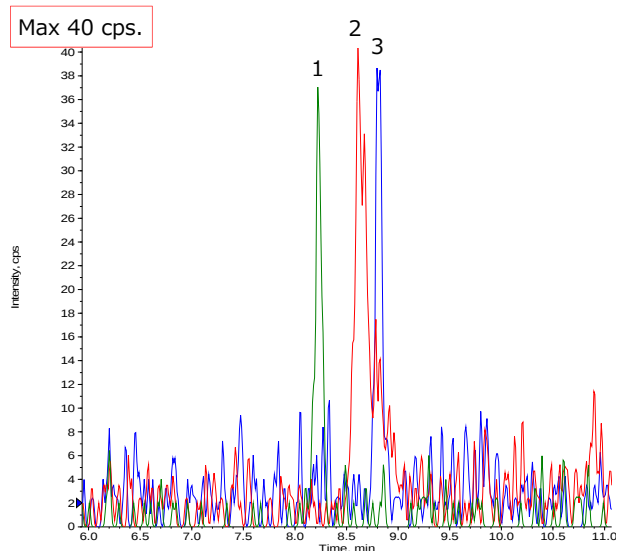
[Analytical conditions]

Column : L-column2 ODS (C18, 3 μ m, 12 nm)
 Eluent : A: CH₃CN, B: 0.1% HCOOH in H₂O
 A/B, 20/80-70/30 (0-15 min)
 Temperature : 40°C
 Detection : ESI-MS/MS(+)

	(a)	(b)
Column	0.3 mm I.D. $\times$ 150 mm L.; Cat. No. 711280	2.1 mm I.D. $\times$ 150 mm L.; Cat. No. 711020
Flow rate	5 μ L/min	0.2 mL/min
Injection volume	1 μ L	5 μ L
System	LC: Ultimate 3000 RS LCnano キャピラリー仕様 (Thermo Fisher Scientific K.K.) MS/MS: 3200 Q TRAP (Sciex)	LC: Ultimate 3000 Bio Rs (Thermo Fisher Scientific K.K.) MS/MS: 3200 Q TRAP (Sciex)



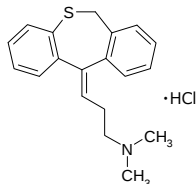
(a) ミクロカラム(内径0.3 mm)



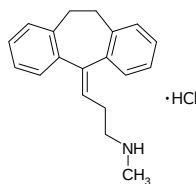
(b) セミマイクロカラム(内径2.1 mm)

Sample:

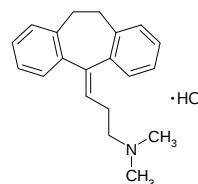
1. Dosulepin hydrochloride
 ドスレピン塩酸塩
 m/z 296 $\rightarrow$ 223



2. Nortriptyline hydrochloride
 ノルトリプチリン塩酸塩
 m/z 264 $\rightarrow$ 91



3. Amitriptyline hydrochloride
 アミトリプチリン塩酸塩
 m/z 278 $\rightarrow$ 91



Sample solvent: CH₃CN/H₂O (20/80)
 50 ng/L each

2016.03 Saka