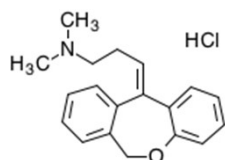


LC/MS用脱塩チューブ“ソルナックチューブ”に吸着しやすい塩基性化合物に対するポストカラム法による改善例

リン酸塩緩衝液条件にソルナックチューブCFANを用いた場合、測定対象化合物が塩基性の場合には解離型になりチューブ内の樹脂に吸着してしまふことがあります。そこで、チューブ導入前にポストカラム法によりアンモニア水を添加することで、チューブ内の溶離液を塩基性にして測定対象化合物を非解離型とすれば吸着を抑制できると考えました。三環系抗うつ剤のドキセピンのpKaは9.0であることから、中性条件下では解離型となりカチオン交換樹脂に吸着してしまふ。そこで、ポストカラム法でアンモニア水を添加して、ソルナックチューブへの吸着の改善を試みました。



塩酸ドキセピン
 相対分子質量：315.84
 モノアイソトピック質量：315.1390
 分子式：C₁₉H₂₂NOCl

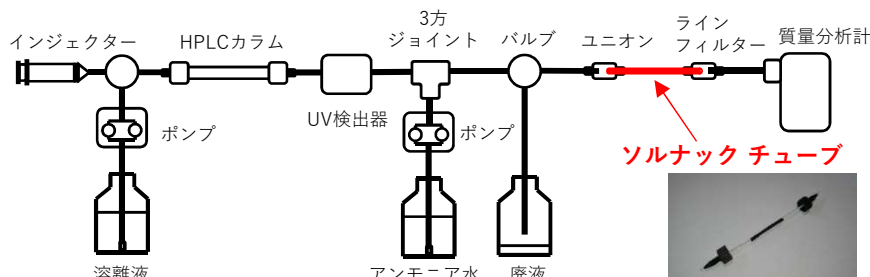


図1 装置概略図

【LC条件】

装置：Agilent 1200
 カラム：YMC Triart C18, 40 °C
 (3 μm, 2.0 mm i.d. × 100 mm)
 溶離液：A … 10mM KH₂PO₄水溶液
 B … CH₃CN
 A/B=80/20 ⇒ 20/80 (0' ⇒ 5')
 流量：0.2 ml/min
 検出器：UV (215 nm)
 試料：塩酸ドキセピン試薬 20 ppm溶液
 注入量：5 μL
 ポストカラム：200mM アンモニア水 0.05 ml/min

【MS条件】

装置：JEOL JMS-T100LP
 イオン化法：ESI Pos.
 ニードル電圧：2000 V
 オリフィス1電圧：50 V
 脱溶媒室温度：250 °C
 オリフィス1温度：80 °C
 測定範囲： m/z 10~1000

ソルナックチューブ：CFAN10100

【LC/MS分析結果】

ソルナックチューブCFANを用いて、そのまま分析した場合とアンモニア水をポストカラム法で添加した場合の m/z 280 (塩酸ドキセピンの[M-Cl]⁺)のEICを図3に示します。アンモニア水を添加して分析した時のマススペクトルを図2に示します。

そのまま分析すると、塩酸ドキセピンはソルナックチューブCFANに吸着することがわかります。アンモニア水をポストカラム法で添加することで、ピーク形状は改善できました。

ソルナックに吸着しやすい塩基性化合物を分析する際には、アンモニア水をポストカラムで添加して塩基性化合物の解離を抑制させる方法が有効といえます。

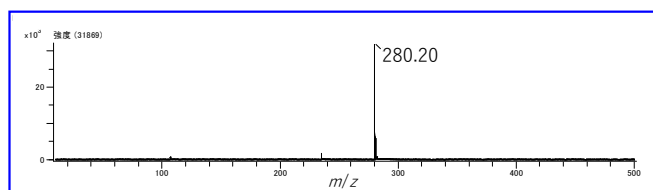
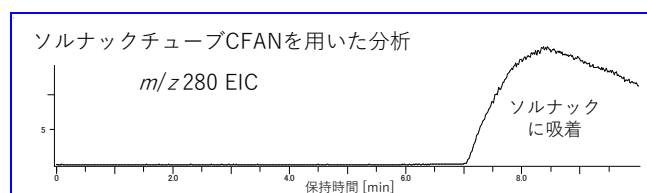
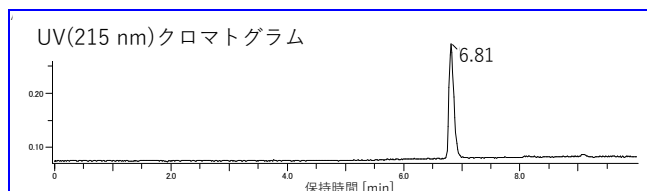


図2 塩酸ドキセピンのマススペクトル



↓ ピーク形状改善

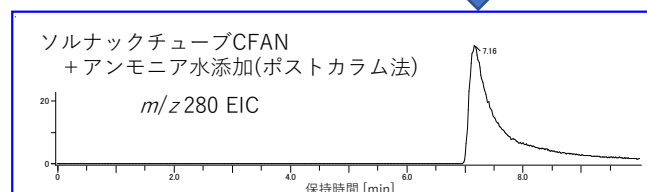


図3 塩酸ドキセピン分析時のUVクロマトグラムとEIC

製造元 エムエス・ソリューションズ株式会社
 〒187-0035 東京都小平市小川西町 2-18-13
 E-mail: info@ms-solutions.jp
 URL: http://www.ms-solutions.jp/
 TEL: 042-308-5725 FAX: 042-332-5725

販売元 アルテア技研株式会社
 〒222-0033 神奈川県横浜市港北区新横浜3-23-3
 E-mail: sales@altair.co.jp
 URL: http://www.altair.co.jp/
 TEL: 045-473-6211 FAX: 045-473-2884

