

オンライン固相誘導体化SPE-GC/MSによる 医薬成分の分析

はじめに

従来のメタボロームにおけるGC/MS分析において、抽出・凍結乾燥・誘導体化に煩雑かつ長時間を要し得られるデータのばらつきも大きい傾向があった。そこで当社は独自技術「**固相誘導体化**」により劇的に時短・簡易・高精度を実現した。イオン系の対象目的成分をイオン交換や逆相相互作用で固相に保持し、アセトニトリルで通液することで脱水・洗浄効果が得られ、その後、**固相に保持状態で誘導体化試薬を含浸させることで誘導体化**し溶出液をGC/MSで測定する。今回はこれらの工程を完全自動化したシステムSGI-M100を用い医薬品の成分分析への応用を試みた。

サンプル

総合かぜ薬

剤形：白色の顆粒剤

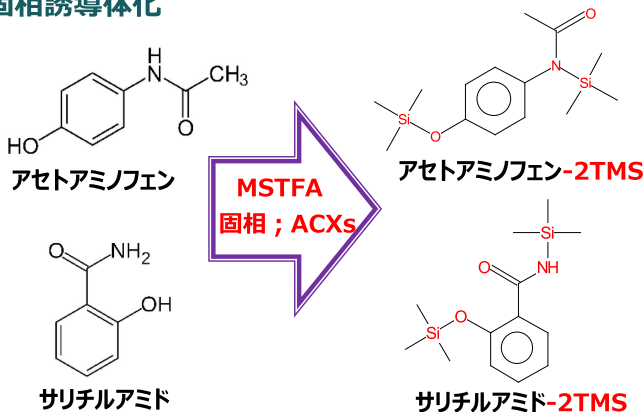
A. アセトアミノフェン

解熱鎮痛薬の一つで、主に発熱、寒気、頭痛などの症状改善に用いられる。

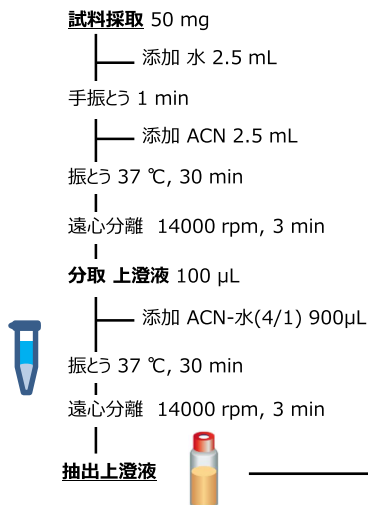
B. サリチルアミド

非ステロイド性抗炎症薬の一種。神経痛、筋肉痛、関節リウマチの痛みや炎症を緩和する効果がある。

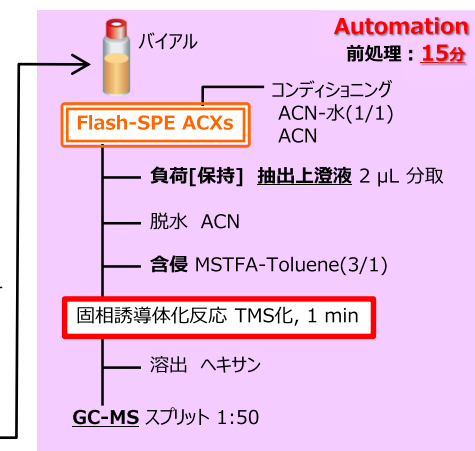
固相誘導体化



前処理フロー



オンライン固相誘導体化SPE-GC : SGI-M100



測定条件

PTV Injector	LVI-S250 (AiSTI Science)
Insert Type	Spiral Insert
Injector Temp.	220°C(0.5min)-50°C/min-290°C(16min)
GC-MS	
Inlet Mode	Split 1:50
Flow Mode	Constant Flow, 1 ml/min
Pre-Column	0.25mm i.d. x 1m
Column	Vf-5ms, 0.25mm i.d. x 30m, df;0.25μm
Oven Temp.	100°C(2min)-10°C/min-220°C-30°C/min-320°C
Trans. Temp.	290°C
MS Method	SCAN, m/z;70-470

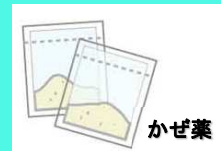


メタボローム分析用SPE-GC-MSシステム
SGI-M100 / GCMS-TQ8040NX



SGI-M100
for SPE-GC system

Sample



Information

【試料】

- 総合かぜ薬

【対象成分】

- アセトアミノフェン
- サリチルアミド

AiSTI SCIENCE

Product

オンラインSPE-GC
SGI-M100

固相カートリッジ
Flash-SPE

GC大量注入装置
LVI-S250

株式会社アイステイサイエンス

TEL: 073-475-0033

E-mail : as@aisti.co.jp

www.aisti.co.jp

固相抽出からGC-MS注入工程（全自動処理）

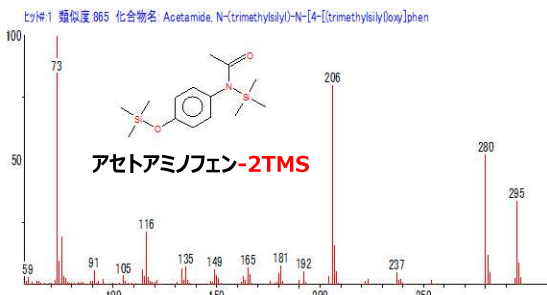
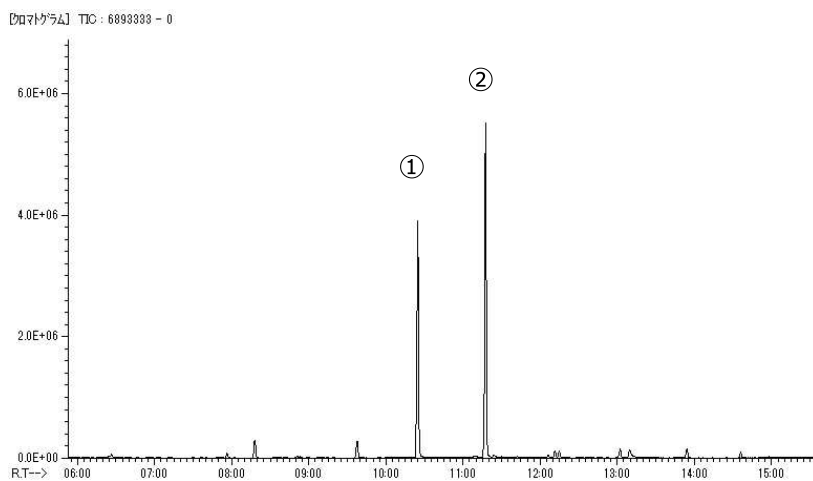
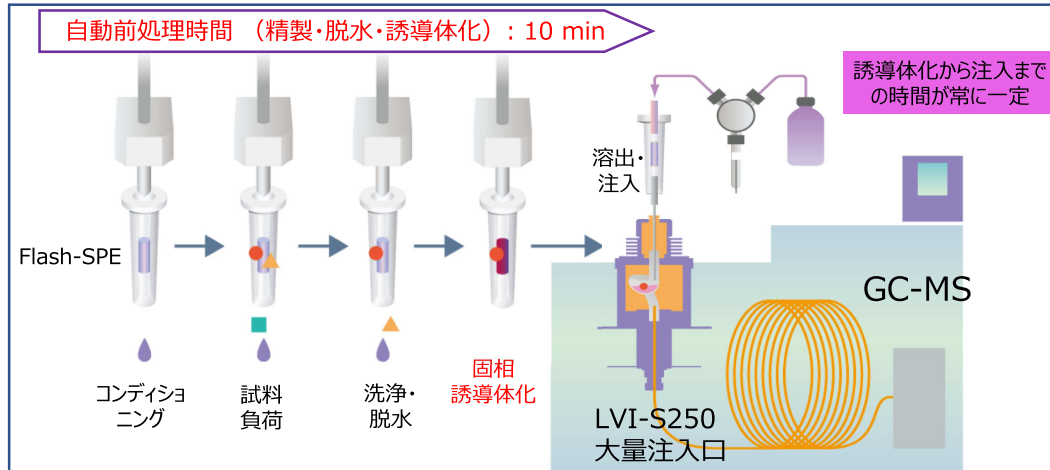


図 2-1 ピーク①のスペクトルの検索結果

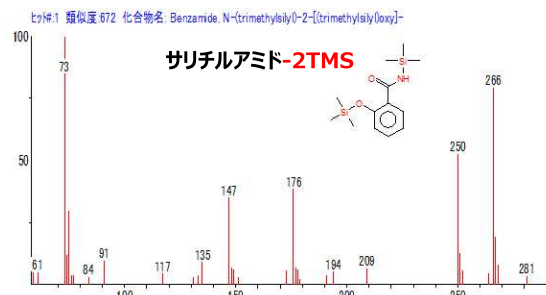


図 2-2 ピーク②のスペクトルの検索結果

【結果と考察】

本分析により風邪薬の主成分の2種類アセトアミノフェンとサリチルアミドのTMS（トリメチルシリル）化体のピークを確認できた。また、TIC（トータルイオンクロマトグラム）を見ても、いずれもピーク形状および分離も良好でそれぞれ1本のピークが確認できた。

これらの結果から、分析法については固相抽出による洗浄・脱水が機能的に働き、固相内で効率的に誘導体化が行われていることが推察できる。当分析法は固相誘導体化により精度の向上や時間短縮という効果が得られ、自動化による効率化も見込める。弱点だった前処理の煩雑・長時間を克服したことでGC/MSのメリットである高分離・高い定性能力・データベースの充実などを最大限に生かせる手法となると考えられ、代謝物の分析に限らず医薬品成分等のターゲット分析にも応用可能なことが分かった。