

InfinityLab LC/MSD iQ による合成物の 分子量確認と堅牢性の検証



Authors

林 慶子
澤田 浩和

アジレント・テクノロジー
株式会社

要旨

シングル四重極 LC/MS による合成物の分子量確認は多くの合成ラボで行われる一般的な分析方法です。複数のユーザーがアクセスし、一日に多くの検体を分析する必要のある分子量確認アプリケーションにおいて InfinityLab LC/MSD iQ システムは高い操作性と堅牢性をあわせ持つ LC/MS です。

本アプリケーションノートでは LC/MSD iQ をオープンアクセスソフトウェアである MassHunter WalkUp で制御してサンプル登録からレポート出力までを自動化し、ターゲット化合物の有無を確認しました。

次に、装置の堅牢性を検証するため 300 回の連続分析を行いました。ピークの強度が極端に低下することなく、安定してデータを採取することが可能でした。

Key words： 合成物の分子量確認、堅牢性

システム

1290 Infinity II High Speed ポンプ(G7120A)
1290 Infinity II Multisampler (G7167B)
1290 Infinity II MCT (G7116B)
InfinityLab LC/MSD iQ (G6160AA)
OpenLab CDS 2.4 MassHunter WalkUp 4.0

分析対象

アミトリプチリン及びジクロフェナクはアセトニトリルに溶解し10 mg/Lとしました。

分析条件

表1. 分析条件

HPLC	
移動相A	0.1%ギ酸(アミトリプチリン) 10 mMギ酸アンモニウム (ジクロフェナク)
移動相B	アセトニトリル
グラジエント	5%B(0 min)→95%B(0.5 min)
ランタイム	2分 (ポストタイム：1分)
流速	0.75 mL/min
カラム	InfinityLab Poroshell EC-C18, 2.1 x 50 mm, 2.7 μm (PN:699775-902)
カラム温度	40℃
注入量	0.1 μL
検出	Scan : Positive : m/z=120-550 Scan : Negative : m/z=120-550 4Hz, 自動測定モード

結果



図1. MassHunter WalkUp操作画面

図1.にMassHunter WalkUpのサンプルエントリー画面を示しました。日本語入力が可能で、ユーザー名やメソッドは右のフィールドから選択します。(画面では青で示したユーザーを指定しています) タッチパネルディスプレイに対応しており、複数のユーザーが頻繁にアクセスする環境においても迅速なサンプルエントリーにより、円滑な運用を実現します。

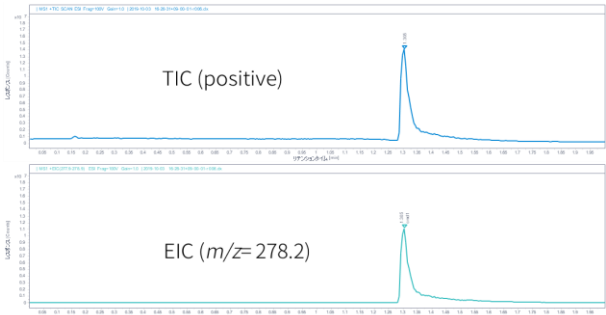


図2. アミトリプチリン (分子量：277.2) のTICとEIC

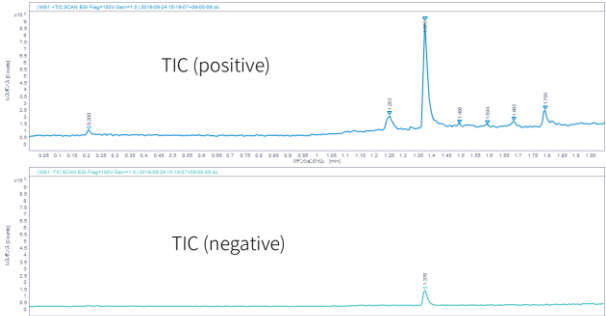


図3. ジクロフェナク (295.1 Da) のpositiveおよびnegativeのTIC

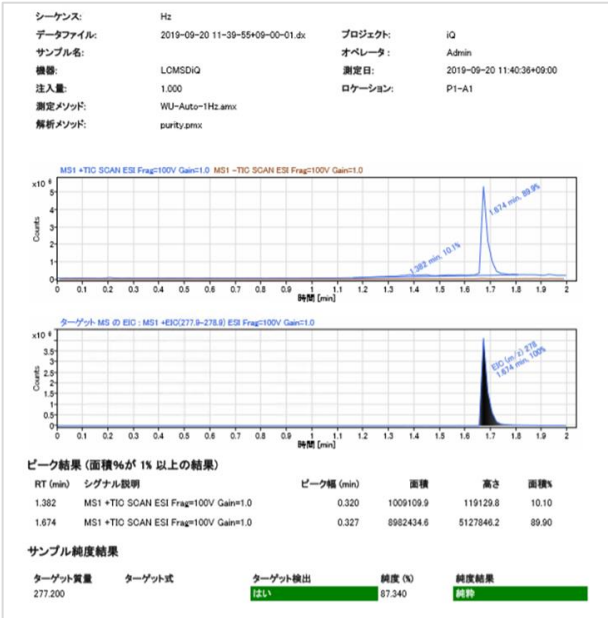


図4. アミトリプチリンのレポート出力の一例

図2および図3に得られたクロマトグラムを示しました。図2にアミトリプチリンのTICとEIC（ターゲットマスにプロトン付加したイオン）を示しました。また、図3に示すようにポジティブおよびネガティブの同時測定において良好なクロマトグラムを得ることが可能でした。

WalkUp運用ではサンプルの分析が完了するとレポートが自動で生成され、ターゲット検出の有無やサンプル純度を含むレポートを任意のフォルダに保存します。ここではサンプルエントリーの際に入力したターゲットマス（図1のMSスペクトル比較欄を参照）である277.2に対し、プロトンが付加したm/z=278.2の抽出クロマトグラムを作成し、ターゲット化合物の有無を判定しました。図4ではアミトリプチリンはポジティブ極性のみでピークが検出され、TICをベースとした純度結果がカラー表示されました。閾値の設定により、未検出の場合は赤の表示となるため、データの閲覧や確認を迅速に行うことが可能になります。

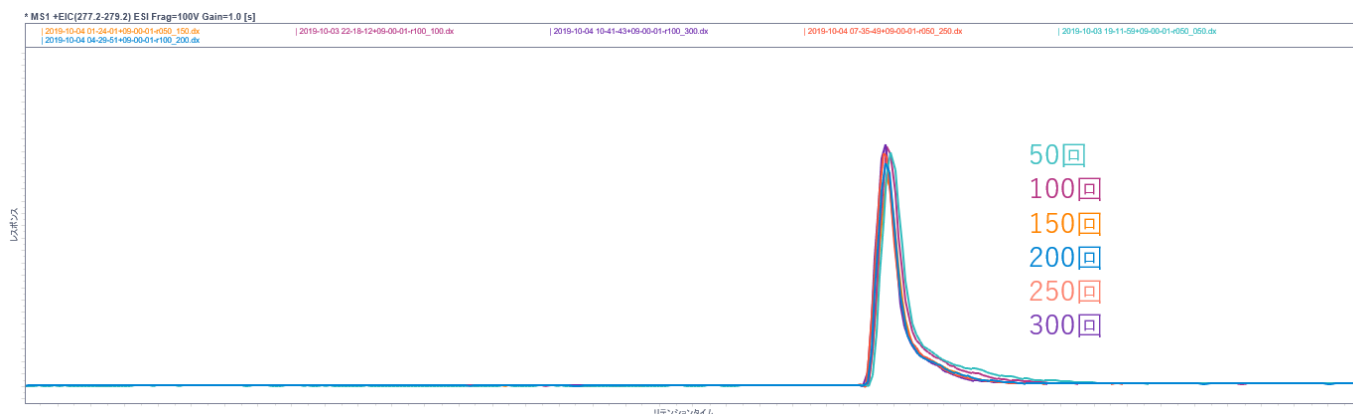


図5. アミトリプチリンの50,100,150,200,250,300回目のクロマトグラム

次に、装置の堅牢性を検証するため、アミトリプチリンを300回連続分析し、評価を行いました。図5に50回、100回、150回、200回、250回、300回目の分析のEIC重ね書きを示しました。クロマトグラム上ではピーク強度の急激な減少や異常はみられませんでした。

まとめ

合成物の分子量確認アプリケーションとしてポジティブおよびネガティブ同時採取メソッドで0.1 μ L注入分析を行いました。

MassHunter WalkUpとLC/MSD iQを組み合わせることで、サンプルエントリからレポート保存まで全自動で運用することが可能でした。

高濃度試料の多検体処理を想定し、本アプリケーションでは300回注入の堅牢性を検証しました。溶出時間及び面積値に急激な減少は見られませんでした。

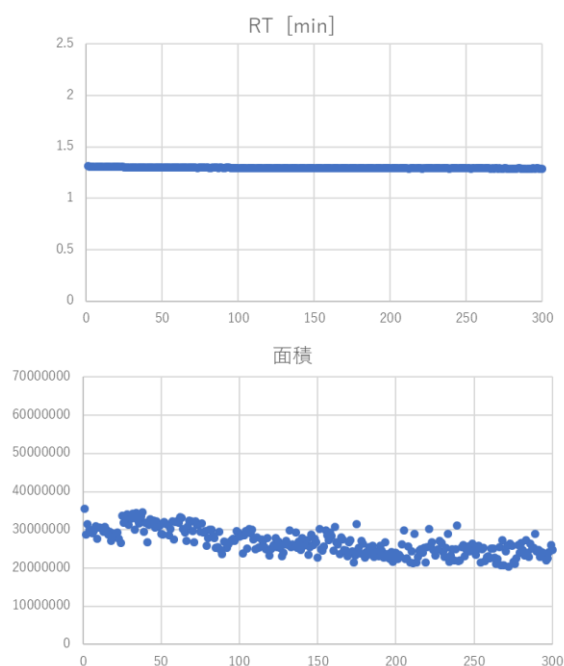


図6. 300回注入のEICの溶出時間（上）、面積（下）のプロット

合成物の分子量確認では希釈の操作を省略し、高濃度の試料を注入する場合があります。MassHunter WalkUpは権限設定によりユーザーの試料注入量変更を制限できるため、高濃度試料を大量注入することによって引き起こされる装置トラブルのリスクを低減することができます。また、本実験では0.1 μ L注入での試験を行い、図6に示すように300回の注入でも継続して安定な分析が可能でした。多数のユーザーによる運用時に起こりがちな装置トラブルを避けつつ、目的を遂行することが可能なシステムであることが示されました。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタムコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。

アジレント・テクノロジー株式会社
© Agilent Technologies, Inc. 2019
LC-MS-201910HK-001

 **Agilent**
Trusted Answers