

JMS-S3000 “SpiralTOF™”を用いた総合感冒薬の薬効成分分析

関連製品：質量分析計 (MS)

マトリックス支援レーザー脱離イオン化(MALDI)は、イオン化促進剤としてマトリックスと呼ばれる低分子化合物を用いる。MALDIはリフレクトロン型飛行時間質量分析計(TOFMS)と組み合わせて用いられることが多いが、一般的に m/z 500以下の低分子量有機化合物の測定が困難とされている。その理由は、MALDIでは目的化合物だけではなくマトリックスやその他夾雑成分もイオン化されるためである。低分子領域においては、マトリックスや夾雑成分のピークと目的化合物のピークが混在するが、リフレクトロン型TOFMSは質量分解能が不十分なためそれらを分離することが困難である。また、MALDIでは、ポストソースディケイ(PSD)由来のシグナルもバックグラウンドイオンとして観測されるためより解析を困難にする。JEOL特許技術であるらせん軌道型イオン光学系をもつ、JMS-S3000 “SpiralTOF™”は、17mと長い飛行距離を持ち、高質量分解能を実現できる。また、イオン光学系を構成する扇形電場によりPSD由来のイオンを排除できるため、バックグラウンドノイズの影響が低いマススペクトルの取得が可能である。これら特徴により、低分子領域においても複数成分の精密質量測定が可能である。本報告では、総合感冒薬を試料に用い、 m/z 500以下の低分子量領域の測定を試みたので報告する。

測定条件

試料には、主な薬効成分として、アセトアミノフェン、トラネキサム酸、dl-メチルエフェドリン塩酸塩、無水カフェイン、d-クロルフェニラミンマレイン酸、ジヒドロコデインリン酸塩とヨウ化イソプロパミドの7成分の表示された総合感冒薬を用いた。錠剤1錠を13.4mLの精製水に溶解した。マトリックスには、シナピン酸を用いた。マススペクトルはスパイラルの正イオンモードを用いて取得した。

測定結果

SpiralTOF™を用いて取得したマススペクトルをFig. 1に示す。7つの表示された薬効成分由来イオンが、全てプロトン付加分子として検出された(Table 1)。マススペクトルは、シナピン酸由来のピーク $[M-H_2O+H]^+$ (m/z 207.0659, Fig. 1中▼)と $[2M+Na]^+$ (m/z 471.1262)を用いて質量補正を行った。7つの薬効成分由来イオンの観測質量、計算質量、および質量誤差をTable 1にまとめた。イオン強度が十分にある成分はもちろん、イオン強度が低いクロルフェニラミンやジヒドロコデインも質量誤差も、概ね0.001u以内であった。SpiralTOF™では、高い質量分解能とPSD由来のバックグラウンドの低減により、ピーク分離が明確となる。そのため、マトリックス由来のピークを用いた質量校正が可能であり、イオン強度の低い成分でも高い質量精度で分析が可能であった。

まとめ

SpiralTOF™を用いることで、総合感冒薬に含まれる m/z 500以下の主な薬効成分を検出することができた。マトリックスのシグナルを利用して質量補正を行うことで、全成分において高い質量精度が得られた。

m/z 500以下の低分子領域は、マトリックスや夾雑物の影響を受けやすくリフレクトロン型TOFMSでは分析が困難とされてきた。SpiralTOF™は高い質量分解能とPSD由来イオンの低減により、その課題を克服することができる。本報告に示した総合感冒薬のような目的成分が複数含まれる試料においても、精密質量測定が可能になると期待される。

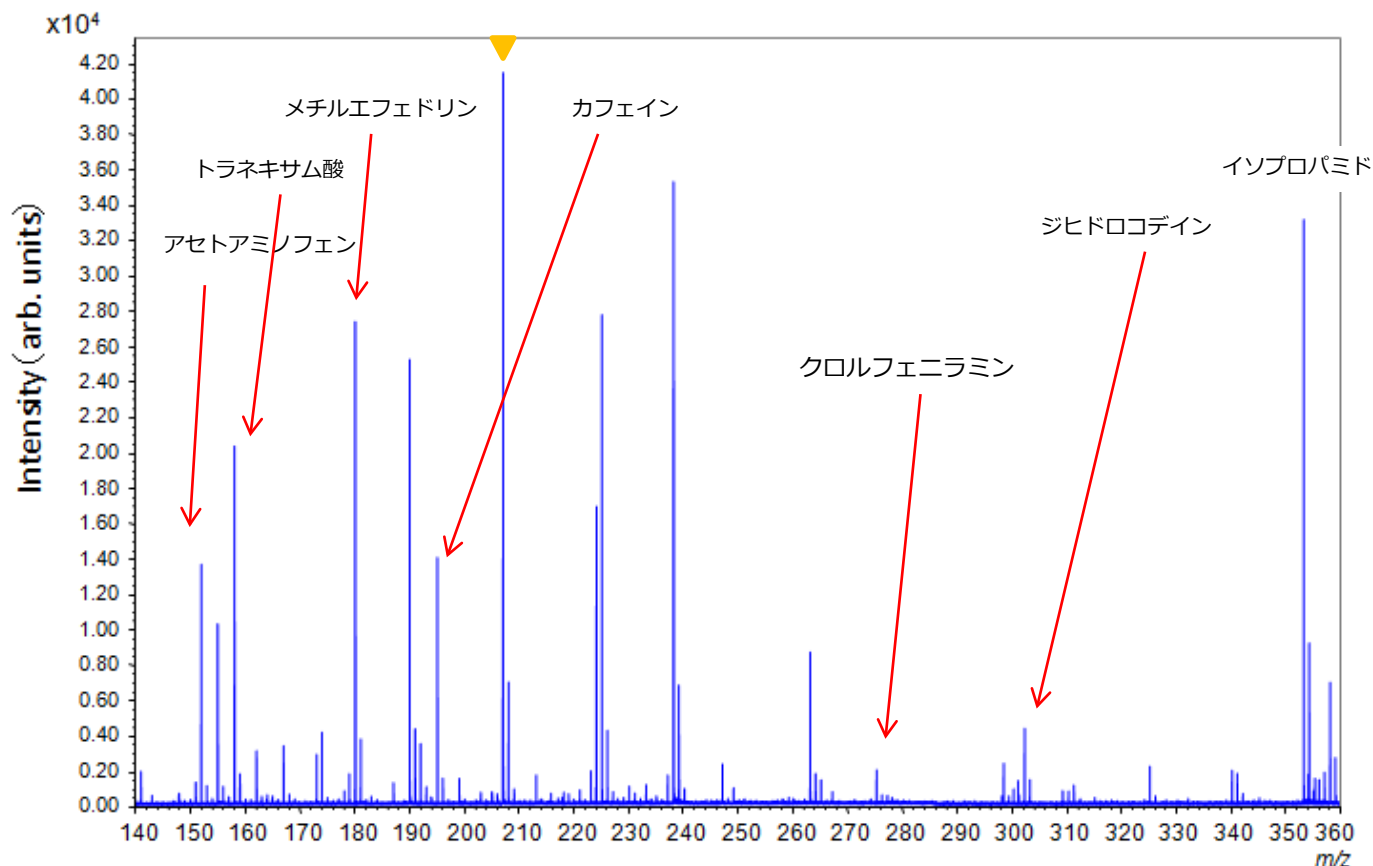


Fig.1 Mass spectrum of the combination cold remedy

Table1 Mass accuracy of medicinal properties in the combination cold remedy.

成分	組成式	計算値[M+H] ⁺ (u)	観測値 (u)	質量誤差 (u)
アセトアミノフェン	C ₉ H ₉ NO ₂	152.0706	152.0707	+0.0001
トラネキサム酸	C ₈ H ₁₅ NO ₂	158.1176	158.1166	-0.0010
メチルエフェドリン	C ₁₁ H ₁₇ NO	180.1383	180.1375	-0.0008
カフェイン	C ₈ H ₁₀ N ₄ O ₂	195.0877	195.0880	+0.0003
クロルフェニラミン	C ₁₆ H ₁₉ ClN ₂	275.1310	275.1300	-0.0010
ジヒドロコデイン	C ₁₈ H ₂₃ NO ₃	302.1751	302.1747	-0.0004
イソプロパミド	C ₂₃ H ₃₂ N ₂ O	353.2587	353.2573	-0.0014

本誌の記載内容は予告なしに変更することがあります。

Copyright © 2017 JEOL Ltd.

このカタログに掲載した商品は、外国為替及び外国貿易法の安全輸出管理の規制品に該当する場合がありますので、輸出するとき、または日本国外に持ち出すときは当社までお問い合わせ下さい。