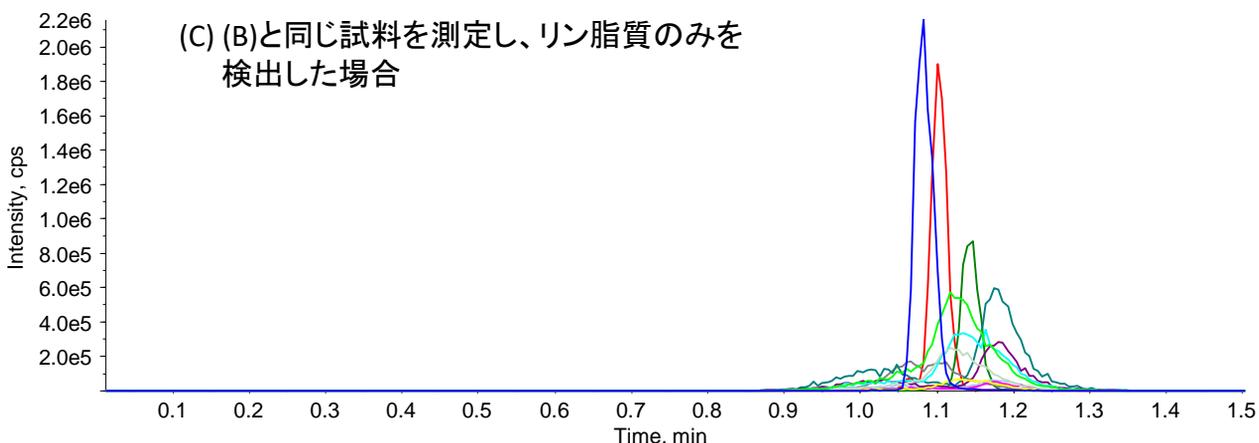
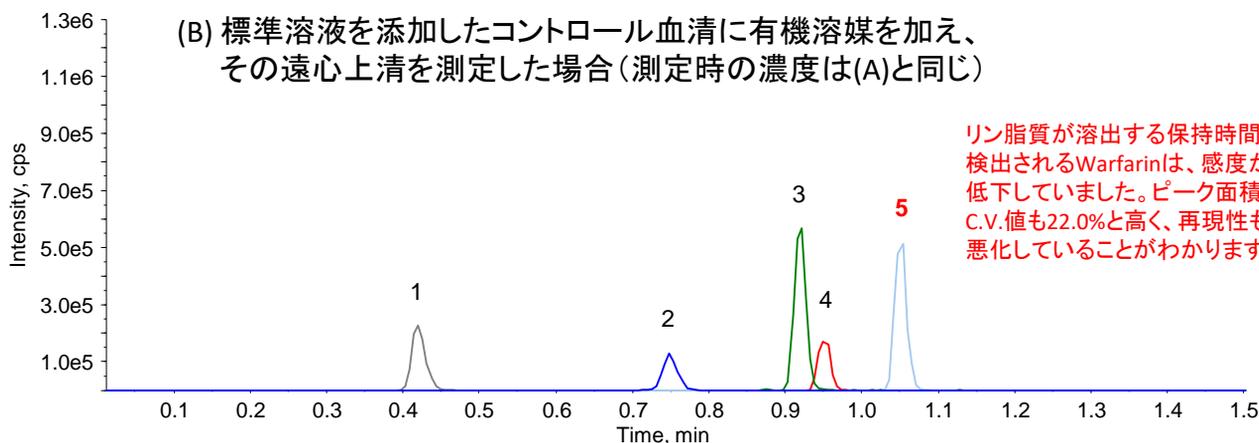
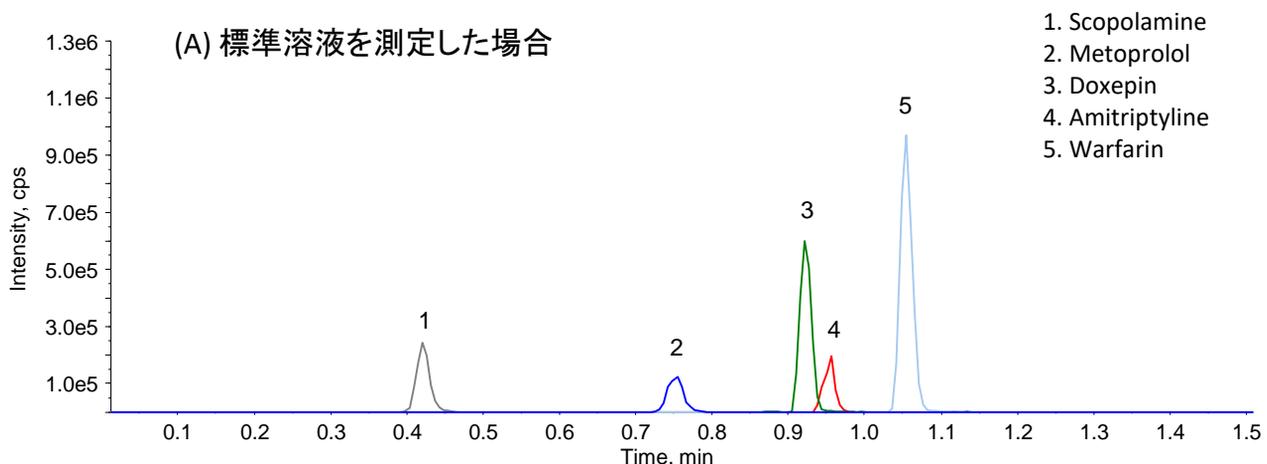


血清や血漿などの生体試料に含まれているリン脂質は、LC/MSでの測定において目的成分のイオン化抑制を引き起こすとされています。その対策の1つとして疎水性相互作用を利用した固相抽出法が挙げられますが、目的成分の極性が低い場合には、リン脂質と共にその目的成分も保持・除去されてしまうという欠点がありました。

そこで今回のテクニカルノートでは、リン酸基に対して高い選択性を示す金属酸化物を利用した、FastRemover for Phospholipidを用いた測定例をご紹介します。低極性の成分も含めた12種類の薬物について、コントロール血清を用いて回収率を評価したところ、全ての成分について80%以上の良好な値が得られました。
(Y. Yui)

リン脂質による感度変化の一例



FastRemover for Phospholipidを使ってリン脂質を除去すると..

前処理のプロトコル

使用する各ウェルに400 μ Lの1%ギ酸・アセトニトリル溶液を入れる

↓

100 μ Lのサンプル溶液を入れる

↓

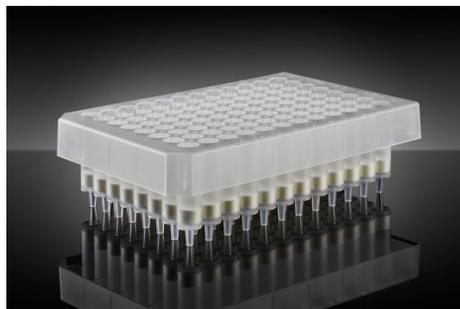
ピペッティングにより混和する

↓

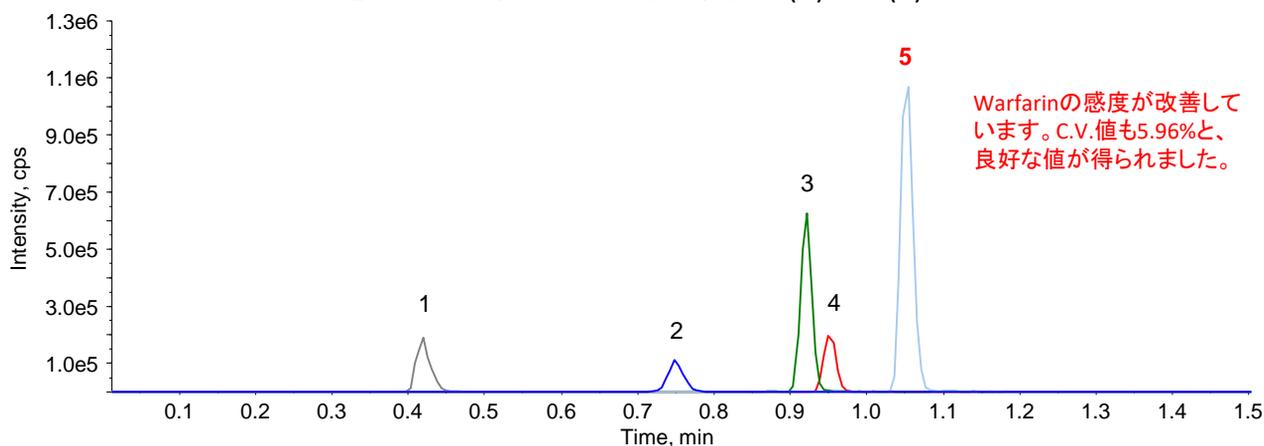
減圧により通液する

↓

得られた溶液をLC/MSIにより測定する



(D) 標準溶液を添加したコントロール血清について、上記の操作によりリン脂質を除去した場合(測定時の濃度は(A)及び(B)と同じ)



Conditions:

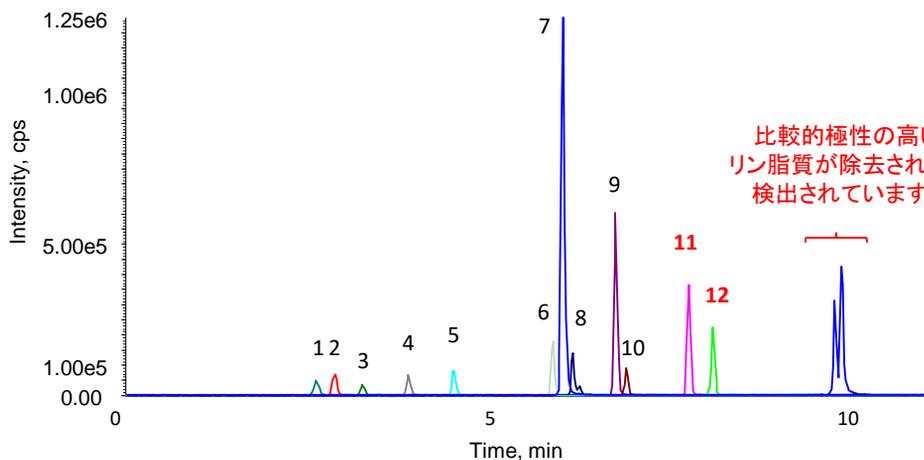
Column : Inertsil C8-4 (2 μ m, 50 x 2.1 mm I.D.)
 Eluent : A) 0.1% HCOOH in H₂O
 B) CH₃CN
 Flow rate : 600 μ L/min
 Injection Vol. : 2 μ L
 Col. Temp. : 40 $^{\circ}$ C
 Detection : MS/MS (ESI, Postivie, MRM)

Analyte	Precursor ion (m/z)	Product ion (m/z)	Analyte	Precursor ion (m/z)	Product ion (m/z)
Scopolamine	304	138	Phospholipids	760	184
Metoprolol	268	116		758	184
Doxepin	280	107		786	184
Amitriptyline	278	233		782	184
Warfarin	309	163		808	184
				806	184
Phospholipids	761	184	810	184	
	788	184	762	184	
	496	184	787	184	
	524	184	759	184	

薬物12成分を標準添加したコントロール血清での比較

選択性の低い充填剤によるリン脂質除去

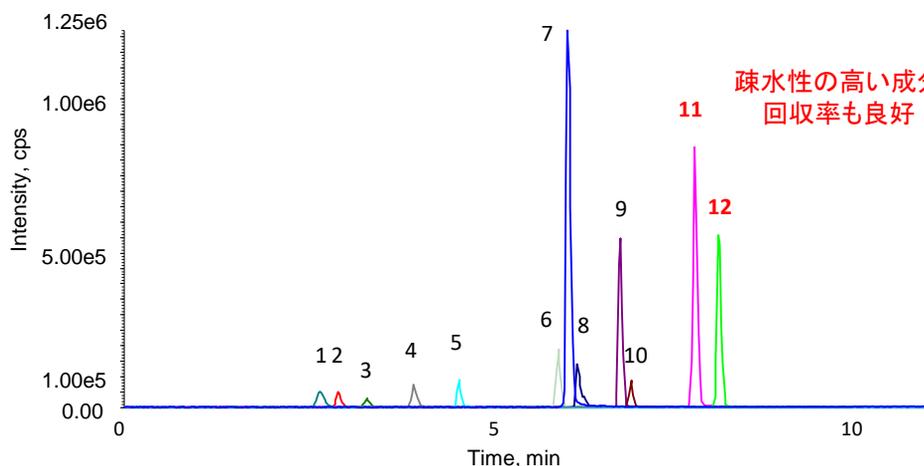
→ 疎水性成分の回収率が低下したり一部のリン脂質が溶出したりすることも。



1. Acetaminophen
2. Theophylline
3. Scopolamine
4. Caffeine
5. Metoprolol
6. Propranolol
7. Diphenhydramin
8. Doxepin
9. Imipramine
10. Amitriptyline
11. Ketoprofen
12. Warfarin

FastRemover for Phospholipidを使用したリン脂質除去

→ リン酸基を有する化合物への選択性が高いため、全ての成分において良好な回収率が得られています。



Conditions:

Eluent

: A) 0.1 %HCOOH in H₂O
 B) 0.1 %HCOOH in CH₃OH

Time(min)	A (%)	B (%)
0	80	20
10	0	100
15	0	100

Flow rate: : 200 μL/min
 Injection Vol.: : 5 μL
 Column: : InertSustain C18 (3 μm, 100 x 2.1 mm I.D.)
 Col. Temp.: : 40°C
 Detection: : MS/MS (ESI, Positive, MRM)

Analyte	Precursor ion (m/z)	Product ion (m/z)
Acetaminophen	152	110
Theophylline	181	124
Scopolamine	304	156
Caffeine	195	138
Metoprolol	268	116
Propranolol	260	116
Diphenhydramine	256	167
Doxepin	280	107
Imipramine	281	86
Amitriptyline	278	233
Ketoprofen	255	209
Warfarin	309	163

FastRemover for Phospholipidを使用した時の薬物12成分の回収率

Analyte	Recovery (%)	Analyte	Recovery (%)
Acetaminophen	102.2	Diphenhydramine	102.5
Theophylline	94.1	Doxepin	97.7
Scopolamine	83.6	Imipramine	99.7
Caffeine	90.6	Amitriptyline	90.9
Metoprolol	95.5	Ketoprofen	108.6
Propranolol	102.9	Warfarin	108.4

<リン脂質除去用フィルタープレート>

7510-11021 FastRemover for Phospholipid (0.2 μm) 1枚

リン脂質だけでなく、孔径0.2 μmのメンブレンフィルターにより変性したタンパク質も除去できます。

※ 除タンパク専用の96ウェルプレート“FastRemover for Protein”もラインアップしております。

<関連製品>

5010-50155 GL-SPE 小型吸引マニホールキット ウェルプレート用 96W 1式
 5010-33071 バキュームコントローラー 1個
 5010-50040 バキュームキット 1式

その他のマニホールをお使いになりたい場合も、弊社営業まで気軽にお問い合わせください。

7820-54200 DEEP Well 96 SQUARE PLATE 219009 2 mL 50枚
 1030-43831 WebSeal Mat 96スクエアウェル用 WSM-3SX 5枚
 1065-70001 マイクロプレート用シーリングテープ(アルミ製) 100枚
 1065-70002 マイクロプレート用シーリングテープ(ポリオレフィン製) 100枚



ジールサイエンス株式会社

〒163-1130 東京都新宿区西新宿 6-22-1 新宿スクエアタワー 30F
 TEL.03-5323-6611 FAX.03-5323-6622

※各試験法は、変更される場合がありますので、分析の前に確認されることをお勧めします。

データに起因し、直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しましても、当社が責任をおうものではありません。また、記載事項につきましては、予告無しに改訂する場合がありますので、あらかじめご了承ください。

カスタマーサポートセンターでは、ノウハウのご提供と分析に関するフォローを行っております。お困りの際には、カスタマーサポートセンターまでお気軽にお問い合わせください。

カスタマーサポートセンター (土・日・祝除く 9:00-17:00)

04-2934-1100 info@glsc.co.jp



【アプリケーションの検索はこちら】

https://www.glsc.co.jp/technique/app/app_search.html