

## 利用 LCMS-9030 四极杆飞行时间液相色谱 - 质谱仪分析药物中杂质

01-00017-CN

中园 纯菜、饭田 哲生

### 对用户的好处

- ◆ 利用本系统，可对药物中的杂质进行高精度的定性分析。
- ◆ 利用分析软件 LabSolutions Insight Explore™，可进行成分推测、数据库检索结构式、碎片归属分析。

### 简介

鉴定药物中的痕量杂质对于保证其质量和安全十分重要。日本药典 (JP)、欧洲药典 (EP) 和美国药典 (USP) 等官方文件中载有药物中杂质的结构式。通常情况下，普遍采用 HPLC-UV 法进行杂质分析。而使用质谱仪，如 LC/MS/MS，对检测出的杂质进行结构分析是一种非常有效的方法，逐渐受到关注。

本报告将向您介绍利用四极杆飞行时间 (Q-TOF) 质谱仪 LCMS-9030 (图 1) 和分析软件 LabSolutions Insight Explore，分析孟鲁司特钠中杂质结构的案例。孟鲁司特钠作为支气管哮喘和过敏性鼻炎的治疗药物，载于第十七次修订的日本药典中。



图 1 Nexera™ X3 与 LCMS™-9030 的外视图

### 孟鲁司特钠的分析

按照日本药典 (JP) 载的孟鲁司特钠 (图 2) 的制备步骤，使用孟鲁司特标准品制备了溶液 A (1mg/mL)，进行系统适用性试验。表 1 为分析条件。

得到的 UV 色谱图如图 3 所示。主要组分孟鲁司特保留时间约 10 分钟，在其前后发现杂质谱峰①~⑤。

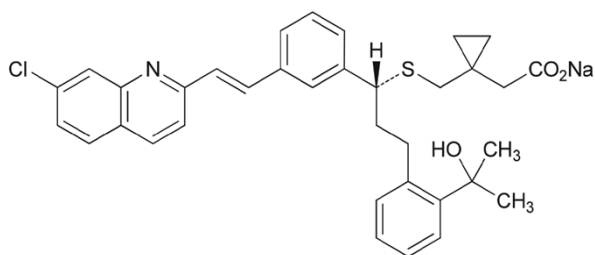


图 2 孟鲁司特钠的结构式

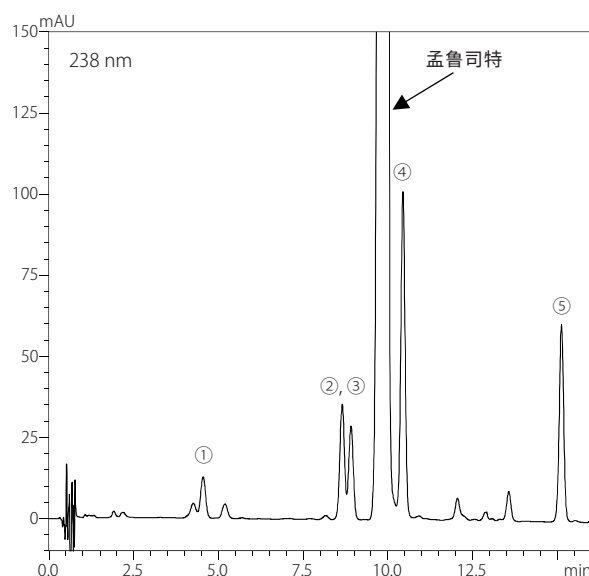


图 3 溶液 A 的 UV 色谱图

表 1 分析条件

[UHPLC 条件] (Nexera X3)	
色谱柱	: Shim-pack Scepter™ Phenyl-120, 50 mm×2.1 mm I.D., 1.9 μm *1
流动相 A	: 水 / 甲酸 = 2000/3
流动相 B	: 乙腈 / 甲酸 = 2000/3
流速	: 0.25mL/min
时间程序 (%B)	: 45% (0-3 min) → 65% (16 min) → 45% (16.1-25 min)
柱温	: 30°C
进样量	: 10 μL
检测器	: UV 238 nm

[MS 条件] (LCMS-9030)	
离子源	: ESI 正模式
模式	: MS、MS/MS 扫描
雾化气流量	: 3.0 L/min
干燥气流量	: 10.0 L/min
加热气流量	: 10.0 L/min
DL 温度	: 250 °C
加热块温度	: 400 °C
接口温度	: 300 °C

\* 1: P/N 227-31063-03

