

以下にN-ニトロソフェンフルラミンの暫定的な分析法を示します。

LC/MS により分析を行う。

1. MS 条件

イオン化法はESIとし、Positiveイオンモードで行う。

2. LC 条件

カラム Inertsil ODS 3, 4.6 i.d. × 250 mm (GL Sci.), カラム温度は 40 , 移動相はアセトニトリル (600 mL) / 水 (400 mL) / 酢酸 (20 mL) の混液, 流速 1.0 mL/min, 注入量 15 μL。

【試料溶液の調製】

カプセル中の粉末 0.05 g を精密に量り, メタノール 5 mL 加え, 10 分間振とう抽出を行う。遠心分離後, 上澄液を分別する。これを 3 回繰り返した後, これらを合わせてメタノールで全量を正確に 25mL とする。これを試料溶液とする。

【結果】

保持時間 12.6 分 (および 14.0 分前後) に M+H:261、M+H+MeCN:302 をもつピークを認めた場合、N-ニトロソフェンフルラミンと同定。

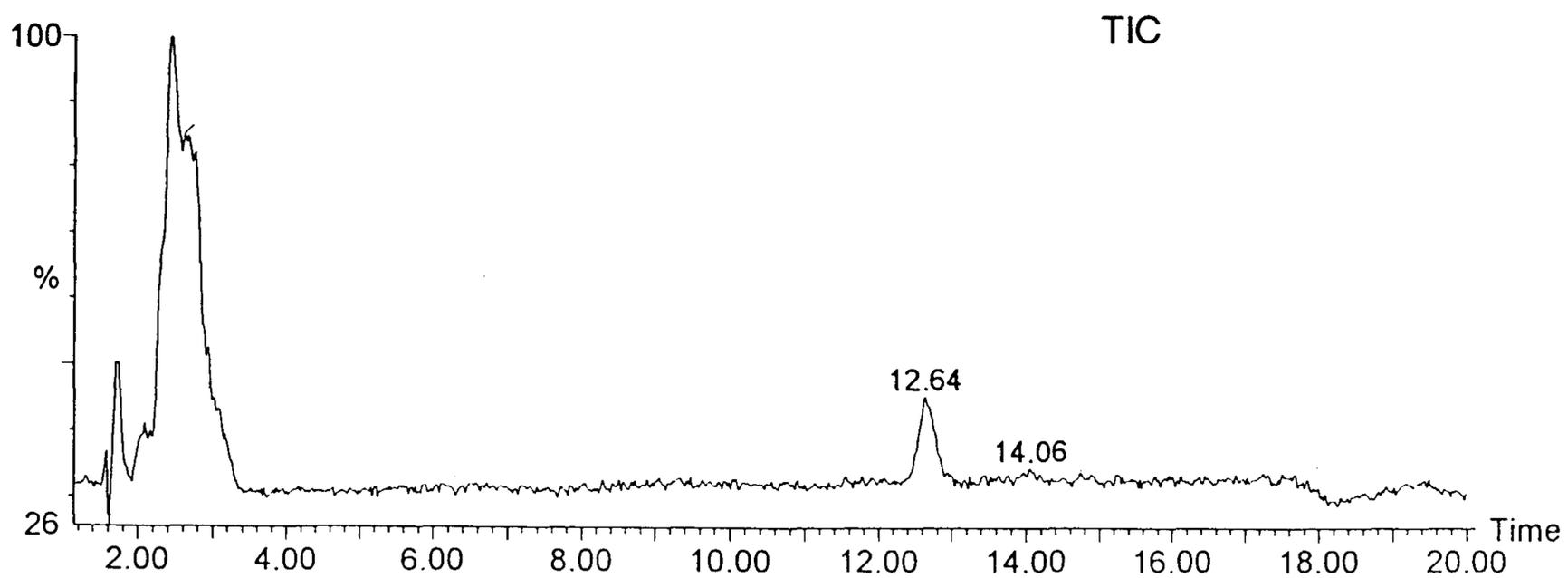
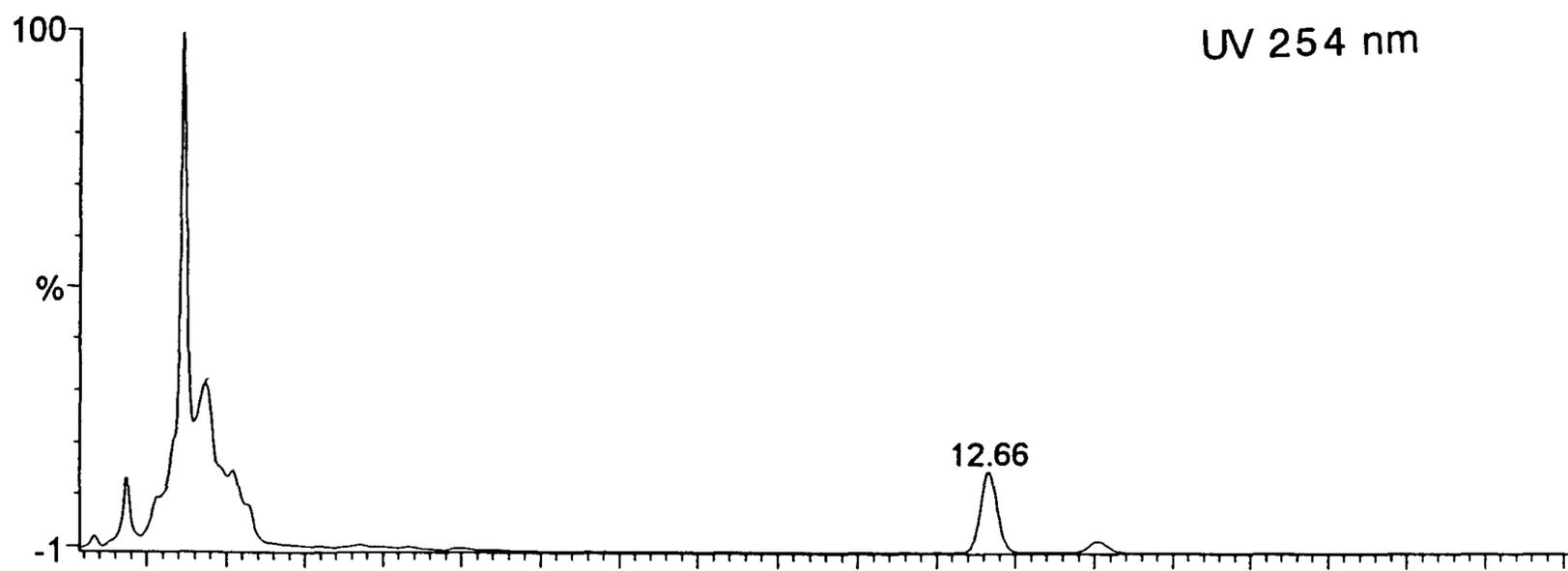
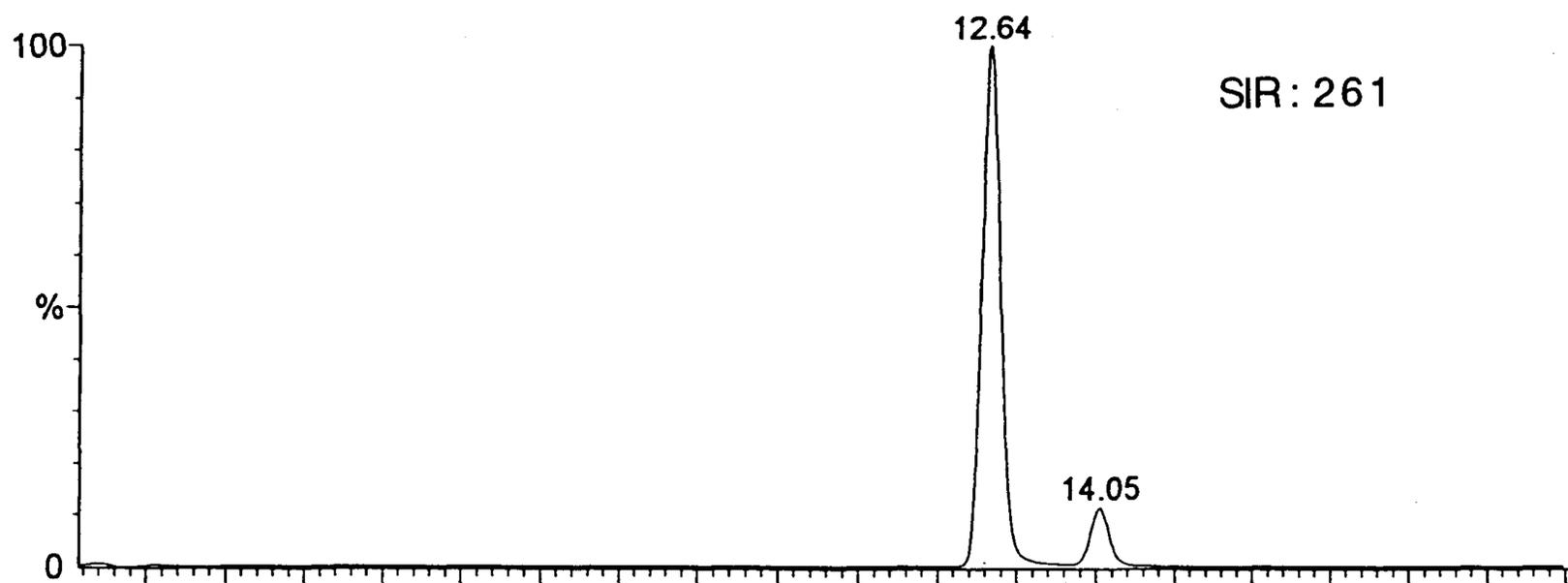
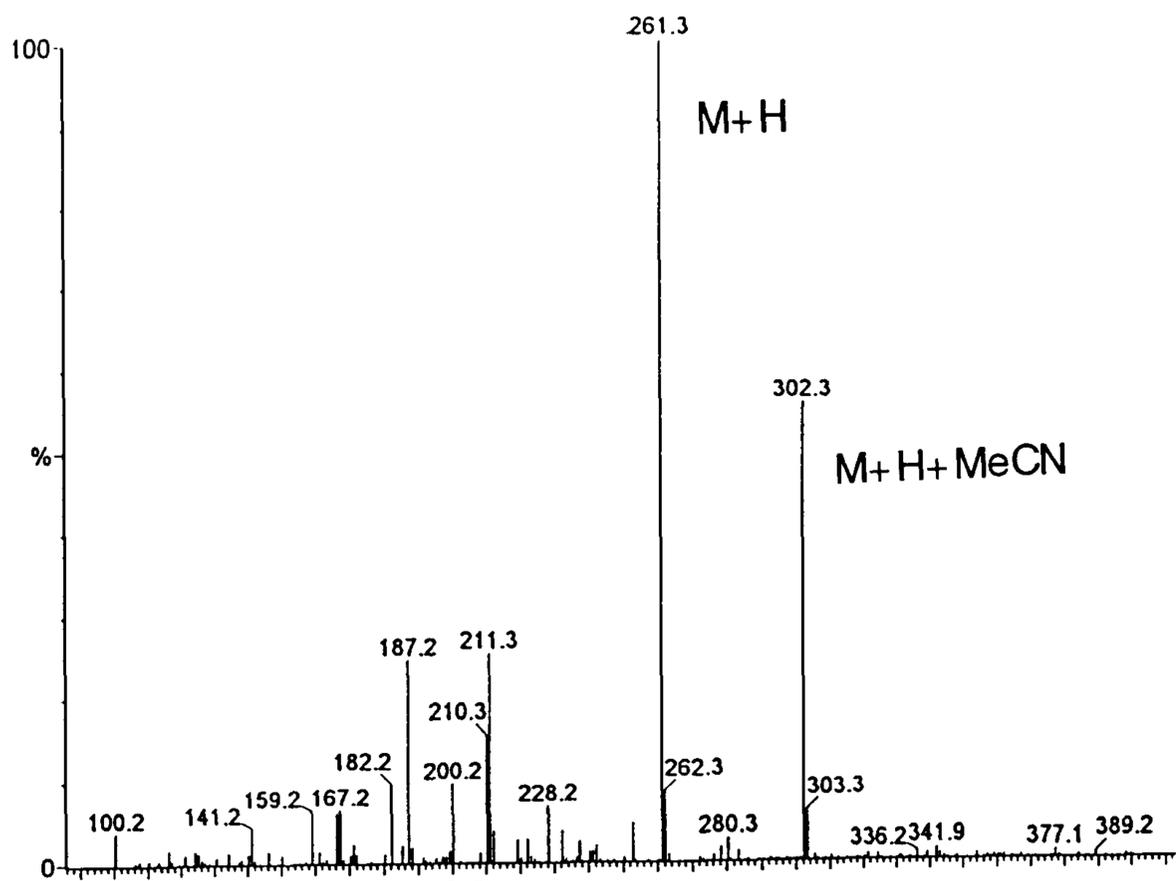
ニトロソ体はニトロソ基のシス・トランス異性があり、問題の試料の場合すべて、両者に由来すると考えられる 2 つのピークが検出された。

ピーク強度比は、面積比で 12.6 分 / 14.0 分 = 9 / 1 ~ 10 / 1 であった。

2 ページ目に LC/MS のデータを示す。

LC/MS を利用できない場合には、LC/PDA での分析も可能である。

3 ページ目に LC/PDA の暫定的な分析法を示す。



LC/PDA による N-ニトロソフェンフルラミンの分析法

1. LC 条件

カラム Inertsil ODS-3, 4.6 i.d. × 150 mm (GL Sci.), カラム温度 40 , 移動相 アセトニトリル (600 mL) / 水 (400 mL) / トリフルオロ酢酸 (1 mL) 混液, 流速 1.0 mL / min, 注入量 5 μL.

2. 結果

保持時間 6.6 分 (および 7.2 分前後) に 210 nm および 234 nm 付近に極大吸収を有するピークが認められた場合、N-ニトロソフェンフルラミンと同一。LC/MS の場合と同様にシス・トランス異性に由来すると考えられる 2 つのピークが検出された。以下に保持時間 6.6 分におけるスライススペクトルを記載する。

