

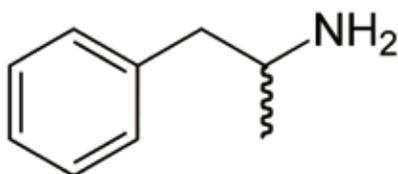
LC-MS/MS分析サンプル前処理

# ISOLUTE® SLE+ を使用した 尿中アンフェタミン類分析のためのサンプル前処理

## はじめに

このアプリケーションノートは、ISOLUTE SLE+カラムを使用した尿からのアンフェタミン類抽出法について詳しく説明しています。分析薬物の回収率は95%以上です。このアプリケーションノートは尿サンプル量500 $\mu$ Lのメソッドを説明しています。より少ないサンプル量(100 $\mu$ L)の処理方法についてはアプリケーションノート#742 (AN742)をご参照ください。

### ■ 図1 アンフェタミンの構造



## 分析薬物

エフェドリン、アンフェタミン、メタンフェタミン、MDMA、MDA、MDEA

### ■ ISOLUTE SLE+による抽出メソッド

使用製品:	ISOLUTE SLE+ 1mL サンプル用カラム (Part #820-0140-C)
サンプルの希釈	尿500 $\mu$ Lに0.5M水酸化アンモニウム500 $\mu$ Lを加え、希釈する(1:1, v/v)。
サンプルロード	希釈した尿サンプル1mLをカラムにロードし、軽くバキューム(または加圧)して導入する。 5分間静置し、尿サンプルを珪藻土に完全に吸収させる。 なお、この間に、回収用チューブに0.05M HCl/メタノール100 $\mu$ Lを添加しておく。*
溶出	ジクロロメタン2.5mLをカラムに加え、5分間静置した後、さらにジクロロメタン2.5mLを加える。 軽くバキューム(または加圧)して溶出を完了する。
エバポレーション・再溶解	溶媒を留去し、0.1%ギ酸水溶液-水/メタノール(90/10, v/v)500 $\mu$ Lで再溶解する。

※ 遊離塩基型アンフェタミンはエバポレーション中の損失が大きいため、溶出後のアンフェタミンを安定したHCl型に転換する必要があります。

**UPLC条件**

機器： Waters Acquity UPLC  
 カラム： Acquity BEH C18 100 x 2.1mm x 1.7u  
 移動相： アインクラティック：0.1%ギ酸水溶液/0.1%ギ酸-メタノール(80/20, v/v)  
 流速： 0.43mL/min  
 温度： 40 °C

**MS条件**

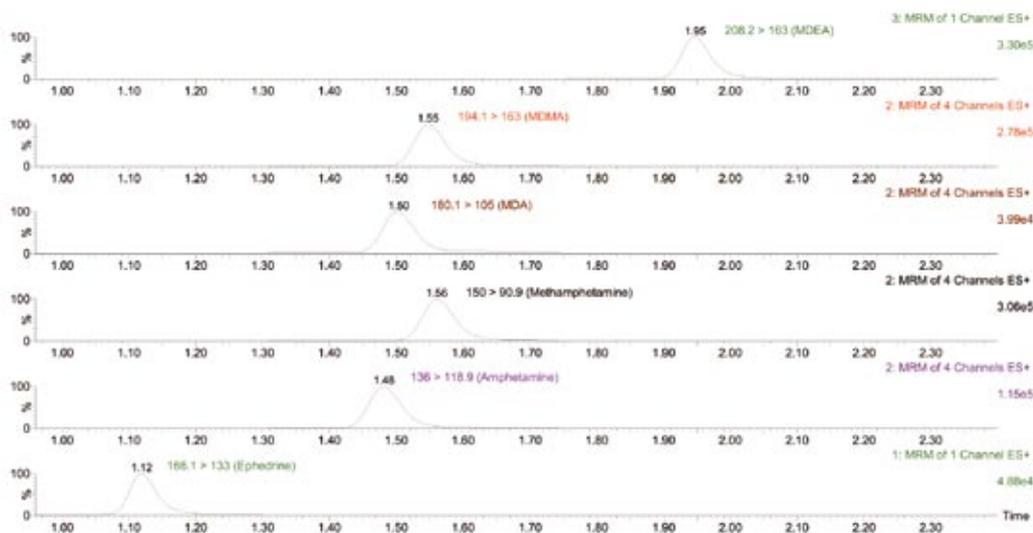
機器： Quattro Premier XE トリプル四重極型質量分析装置  
 イオン源温度： 150 °C.  
 脱溶媒和温度： 450 °C.  
 衝突セル圧力： 3.58 e<sup>-3</sup> mbar

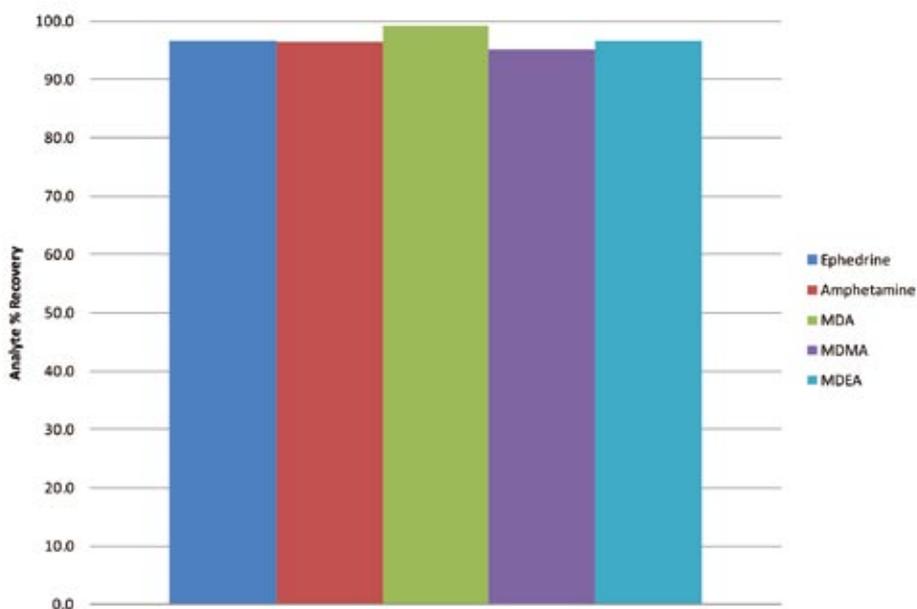
**表1 MRMトランジション**

Scan Function	Compound	MRM transition	Cone voltage	Collision Energy (ev)
1	エフェドリン	166.1 > 133.0	20	19
	アンフェタミン	136.0 > 118.9	16	9
2	メタンフェタミン	150.0 > 90.9	22	17
	MDA	180.1 > 105.0	16	23
	MDMA	194.1 > 163.0	20	13
3	MDEA	208.2 > 163.0	22	13

**結果**

図2 に検出した分析薬物のイオンクロマトグラムを示す。回収率は全ての分析薬物(2ng/mL, n=7)について95%以上だった(図3)。

**図2 尿中アンフェタミン類を分析したイオンクロマトグラム**

**図3** 尿中アンフェタミン類の回収率(2ng/mL, n=7)**使用製品一覧**

Part number	Description	Quantity
820-0140-C	ISOLUTE SLE+ 1 mL sample	30
121-2016	VacMaster-20 Sample processing manifold complete with 16 mm	1
SD2-9600-DHS-UK	SPE Dry 96 Dual, 240 V UK	1

**バイオタージ・ジャパン株式会社**

本社：〒136-0071 東京都江東区亀戸1-14-4, 6F TEL 03-5627-3123 FAX 03-5627-3121  
 大阪：〒532-0011 大阪市淀川区西中島7-1-29, 6F TEL 06-6838-9311 FAX 06-6838-9312  
 URL: <http://www.biotage.co.jp> E-mail: [Japan\\_info@biotage.com](mailto:Japan_info@biotage.com)