

«LCMS-8030» - СКРИНИНГ СУЛЬФАНИЛАМИДНЫХ ПРЕПАРАТОВ

В работе описан метод для скрининга сульфаниламидных препаратов с помощью поиска иона-предшественника (precursor, далее - Prec.) и потери нейтрального фрагмента (neutral loss, далее - NL) в режиме сканирования масс. Мы проводили одновременное детектирование трех Prec. и поиск трех NL (Табл. 1) в режиме сканирования со скоростью 6000 а.е.м./с. В качестве характерного сочетания взят набор дочерних ионов (product ion, далее - Pro.) при анализе Сульфамеразина в режиме сканирования (Рис. 1).

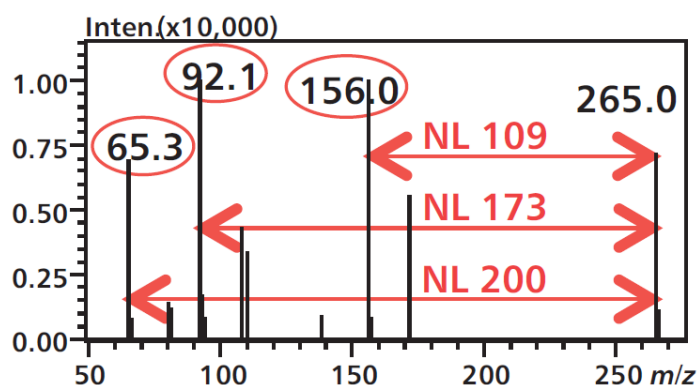


Рис. 1 Сканирование в продуктах фрагментации сульфамеразина

Таблица 1 Условия анализа

Условие хроматографического разделения

Колонка	Shim-pack XR-ODS (150 mmL. X 2.0 mmI.D.)
Фаза А	0.1 % муравьиная кислота
Фаза В	ацетонитрил
Программа создания градиента	10 % В (0-1 мин.) → 95 % В (10-12 мин.) → 5 % В (12.01 – 17 мин)
Скорость потока	0,25 мл/мин
Температура колонки	40 °С

Режим масс детектора

№	Тип сканирования	Масса продукта	Нейтральный фрагмент	Границы сканирования	Скорость сканирования
1	Prec.	65	-	200-500	6,000
2	Prec.	92	-	200-500	6,000
3	Prec.	156	-	200-500	6,000
4	NL	-	200	220-500	6,000
5	NL	-	173	200-500	6,000
6	NL	-	109	200-500	6,000

Табл. 2 отражает качественные результаты анализа девяти сульфаниламидов, полученные вышеописанным методом, на рис. 2 отражены хроматограммы для каждой из определяемых шести частиц (общий ионный ток, ТИС). Все девять соединений были определены по наличию характерных продуктов в различных комбинациях. Например, сульфамонетоксин был обнаружен по присутствию четырех частиц (Рис. 3).

Таблица 2 Качественные характеристики по соединениям

Соединения	Время удерж. мин	m/z	Стандартное сканирование					
			Масса продукта 65	Масса продукта 92	Масса продукта 156	NL 200	NL 173	NL 109
Сульфизомидин	3,06	279	+	+	+			
Сульфатиазол	4,78	256	+	+	+			
Сульфамеразин	5,33	265	+	+	+	+	+	+
Сульфаметизол	5,88	271	+	+	+			
Сульфадимидин	5,91	279	+	+	+	+	+	
Сульфамонетоксин	6,54	281	+	+	+		+	
Сульфаметоксазол	7,20	254	+	+	+			
Сульфахиноксалин	8,11	301	+	+	+			
Сульфадиметоксин	8,14	311	+	+	+			
Количество определенных соединений			9	9	9	2	3	1

Таким образом, подтверждается возможность применения метода поиска характерных фрагментов для скрининга сульфаниламидных препаратов.

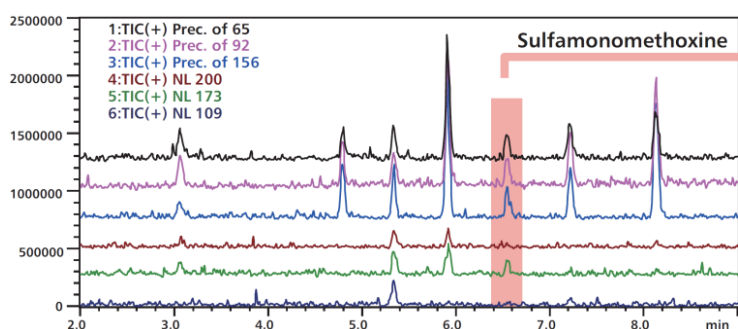


Рис. 2 Хроматограммы для каждой из шести определяемых частиц

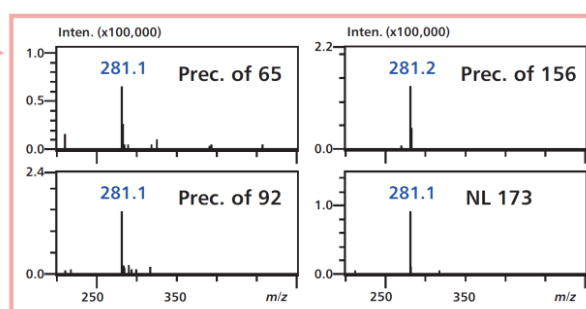


Рис. 3 Обнаружение сульфамонетоксина



генеральный дистрибьютор



620075 г. Екатеринбург,
ул. Бажова, 68
т/ф (343) 278-34-64
e-mail: element@usp.ru

634028 г. Томск,
пр. Ленина, 1, оф. 404
т/ф (3822) 41-11-04
e-mail: tomsk@element.utk.ru

117105 г. Москва,
Варшавское ш., 1, стр.6 БЦ "W Plaza 2"
т/ф (495) 514-00-48
e-mail: msc@element.utk.ru

630007 г. Новосибирск,
ул. Октябрьская, 42, оф.225/3
т/ф (383) 20-20-726
e-mail: shim_ns@element.utk.ru