

ガラスライニングステンレス管に非金属系フリットを装着したハードウェアと、基材シリカゲルの金属不純物が少なく、エンドキャッピングの表面被覆が高密度なL-column2の充填剤により、メタルフリーカラムが実現しました。

金属の影響を受けやすいタンパク質やペプチド、配位性化合物などの分析では、ピーク形状、S/N及び定量性の向上、キャリアーの低減により、ワンランク上のLC/MS分析ができます。

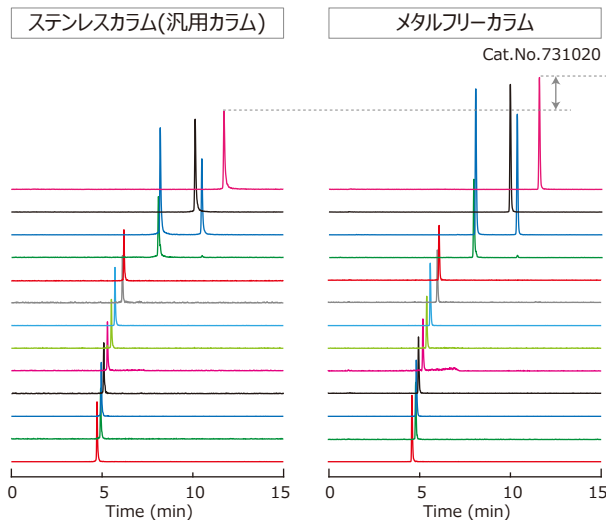
今回は抗菌薬(合成抗菌剤、抗生物質)、農薬、かび毒など、医薬品・食品衛生分野の分析例を紹介します。



キノロン系抗菌剤

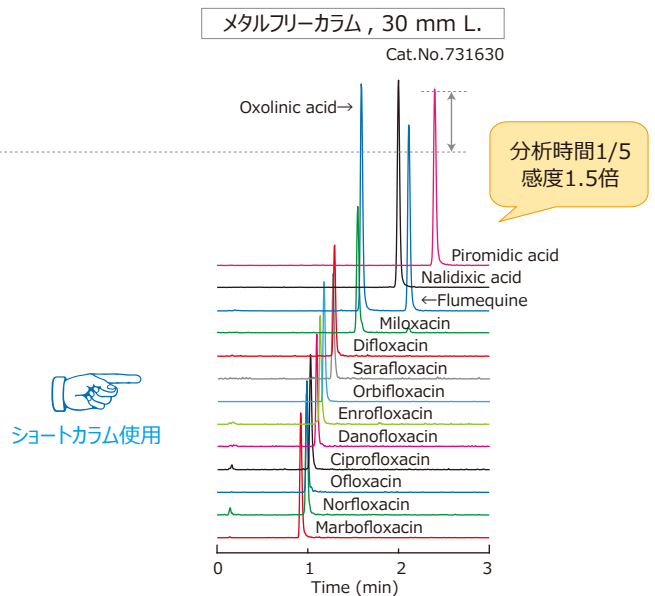
キノロン系抗菌剤は、キノロン骨格の1ヶ所をカルボニル基で置き換えた構造を持つ合成抗菌薬として知られています。また、カルボニル基を有する化学構造の為、金属とキレートを作りやすい物質としても知られています。ステンレスカラムでは、ピークテーリングや感度の減少を引き起こします。それに対してメタルフリーカラムではシャープなピークが得られました。これはカラム内面に金属を使用していないことに起因します。

さらに、メタルフリーカラムのショートカラムを使用することで、分析時間の短縮及びピーク感度の向上が可能です。高感度なハイスループット分析が可能となりました。



[Analytical conditions]
Column: L-column2 ODS, 3 μm
Column size: 2.0 mm I.D. or 2.1 mm I.D., 150 mm L.
Eluent: A: CH₃CN; B: 0.1% HCOOH in H₂O
A/B, 5/95-65/35 (0-15 min); Flow rate: 0.3 mL/min
Temp.: 40°C; Detection: ESI-MS/MS(+); Inj. vol.: 1 μL (0.1 mg/L)

Fig.1 キノロン系合成抗菌剤の分析(150 mm L.)



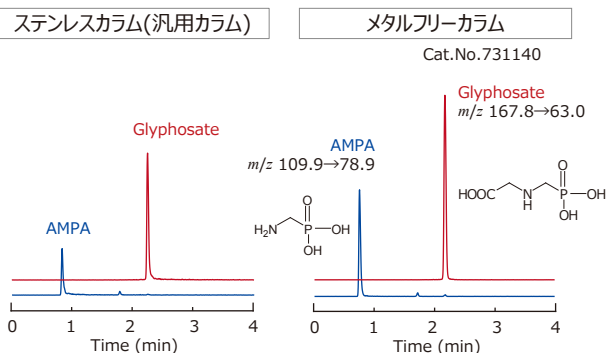
[Analytical conditions]
Column: L-column2 ODS, 3 μm
Column size: 2.0 mm I.D.×30 mm L.
Eluent: A: CH₃CN; B: 0.1% HCOOH in H₂O
A/B, 5/95-50/50 (0-3 min); Flow rate: 0.6 mL/min
Temp.: 40°C; Detection: ESI-MS/MS(+); Inj. vol.: 1 μL (0.1 mg/L)

Application No.L2131

Fig.2 超高速分析(ショートカラム, 30 mm L.)

農薬

グリホサート等の有機リン系農薬は、一年生及び多年生雑草に対する非選択性の除草剤として世界中で広く使用されている農薬です。



[Analytical conditions]
Column: L-column2 ODS, 3 μm
Column size: 2.0 mm I.D. or 2.1 mm I.D., 50 mm L.
Eluent: A: CH₃CN; B: 5 mM Dibutylammonium Acetate in H₂O
A/B, 1/99-20/80 (0-5 min)
Flow rate: 0.3 mL/min; Temp.: 40°C; Detection: ESI-MS/MS(-)
Inj. vol.: 5 μL (5 mg/L each in H₂O)

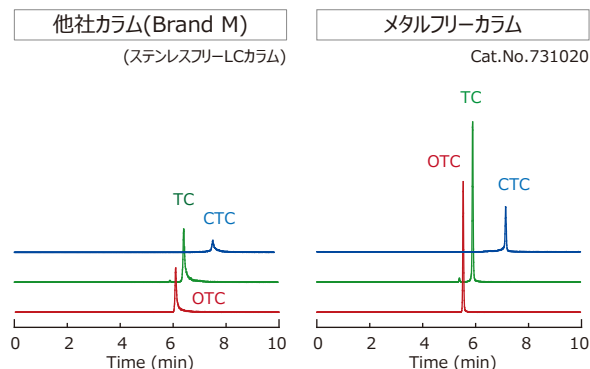
Application No.L2126

Fig.3 グリホサート及び代謝物の分析

抗生物質

メタルフリーの環境で使用するカラムハードウェアは様々な材質がありますが、カラムを評価するには充填剤の性能も重要になります。L-column2の充填剤は金属不純物の影響を抑えているので、金属配位しやすいテトラサイクリン類のピークがシャープに検出できます(Fig.4)。

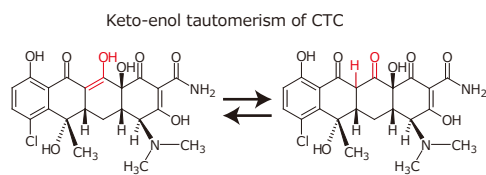
テトラサイクリン類にはケトエノール互変異性が存在し、特にクロルテトラサイクリンやドキシサイクリンのピークリーディングが起こります。カラム温度を通常より低い15℃に設定することで、この変化を抑えることができ、ピークリーディングや感度が改善されます(Fig.5)。



[Analytical conditions]
Column: C18, 3 μm
Column size: 2.0 mm I.D. or 2.1 mm I.D., 150 mm L.
Eluent: A: CH₃CN; B: 0.1% HCOOH in H₂O
A/B, 5/95-50/50 (0-10 min)
Flow rate: 0.2 mL/min; Temp.: 40°C; Detection: ESI-MS/MS(+)
Inj. vol.: 5 μL(1 mg/L each in H₂O)

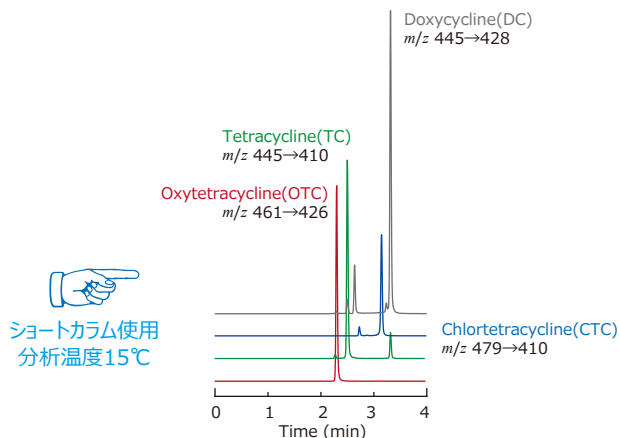
Application No.L2112

Fig.4 テトラサイクリン類の分析(他社比較)



メタルフリーカラム, 50 mm L.

Cat.No.731140



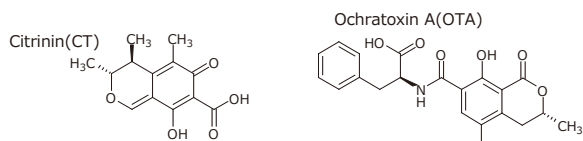
[Analytical conditions]
Column: L-column2 ODS, 3 μm
Column size: 2.0 mm I.D.×50 mm L.
Eluent: A: CH₃CN; B: 0.1% HCOOH in H₂O
A/B, 5/95-50/50 (0-5 min)
Flow rate: 0.3 mL/min; Temp.: 15°C; Detection: ESI-MS/MS(+)
Inj. vol.: 5 μL(0.5 mg/L each in H₂O)

Application No.L2124

Fig.5 高速分析(ショートカラム50 mm L.)

マイコトキシン(かび毒)

シトリン及びオクラトキシンAは、穀類などに発生したかびから産出されたかび毒で強い毒性を示します。同様にフモニシン類もメタルフリーカラムを用いると、優位差がみられます。詳しくはアプリケーションデータシートNo.2113、製品情報Vol.03メタルフリーカラム第一報をご覧ください。



[Analytical conditions]
Column: L-column2 ODS, 3 μm
Column size: 2.0 mm I.D. or 2.1 mm I.D., 50 mm L.
Eluent: A: CH₃CN; B: 0.1% HCOOH in H₂O
A/B, 30/70-80/20 (0-5 min)
Flow rate: 0.3 mL/min; Temp.: 40°C; Detection: ESI-MS/MS(+)
Inj. vol.: 5 μL(5 pg/L each in H₂O)

Application No.L2125

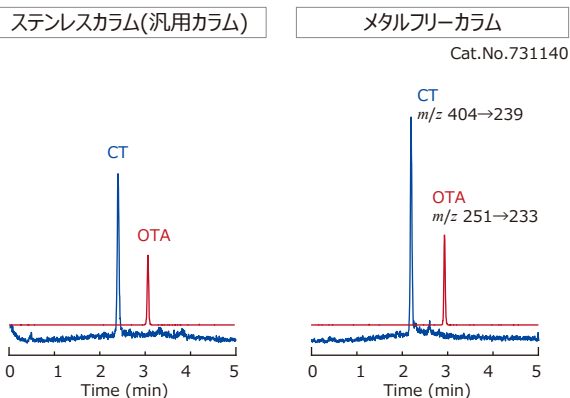


Fig.6 シトリン及びオクラトキシンAの分析

リーフレット内容に関してのお問合せは、東京事業所クロマト技術部又は最寄りの代理店までご連絡ください。

CERI 一般財団法人 化学物質評価研究機構
Chemicals Evaluation and Research Institute, Japan
<http://www.cerij.or.jp>



東京事業所 クロマト技術部
e-mail chromato@cerij.jp

TEL 0480-37-2601 FAX 0480-37-2521
〒345-0043 埼玉県北葛飾郡杉戸町下高野1600番地