

テクニカルノートNo.152 『HPLC用メタルフリーカラム使用のすすめ その1』にてメタルフリーカラムの効果についてご紹介いたしました。

今回はテクニカルノートNo.152の続編として、充填剤の不活性度(残存金属量など)の違いに着目した比較例についてご報告いたします。

(K.Kanno)

## 逆相分析例① オキシシン銅

オキシシン銅はゴルフ場等で使用されている農薬のひとつで、金属配位性化合物であるためメタルフリーカラムの効果が期待できる分析対象成分になります。下のクロマトグラムは、不活性度の異なる2種類の充填剤でメタルフリーカラムとステンレスカラムを比較した例になります。

オキシシン銅のような金属錯体を含む分析では、不活性度の高い充填剤を使用した方がピーク高さの増加率が高く、メタルフリーカラムの効果がより得られる結果となりました。

不活性度

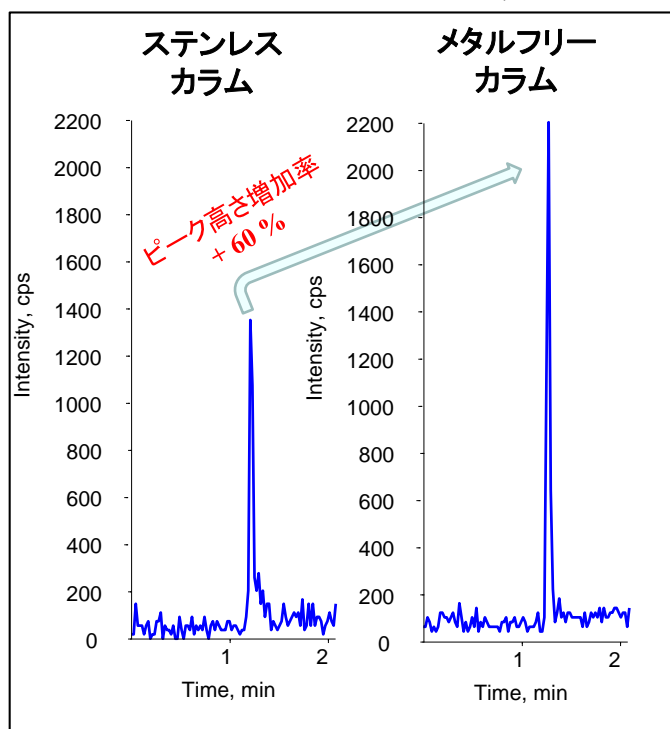
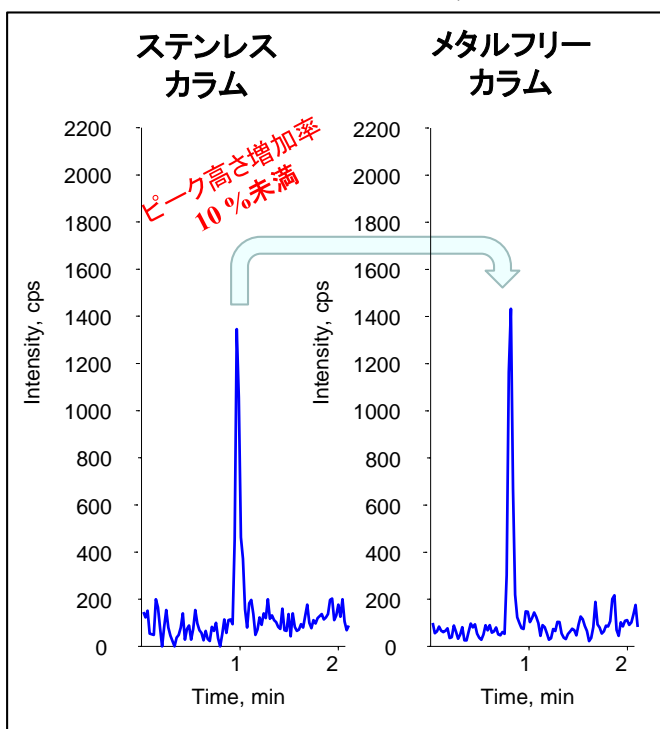
★★★

Brand-A 粒子径:2 μm

不活性度

★★★★★

InertSustain C18 粒子径:2 μm



### HPLC条件

カラム : ODSカラム (2 μm, 50 x 2.1 mm I.D.)

移動相 : A) 0.1 % HCOOH in CH<sub>3</sub>CN

B) 0.1 % HCOOH in H<sub>2</sub>O

A/B = 5/95 - 5 min - 100/0, v/v

流量 : 0.4 mL/min

カラム温度 : 40 °C

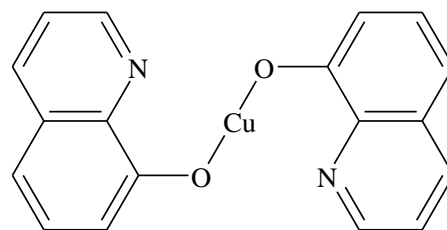
検出 : LC/MS/MS (ESI, Positive, MRM)

注入量 : 5 μL

サンプル : 1. Oxine copper Q1 Q3  
146 128

濃度 : 2.0 μg/L

### 1. オキシシン銅



Structures are created using Chemistry 4-D Draw which is provided by ChemInnovation Software, Inc.

※本テクニカルノートのデータは接液部の金属を不活性化した装置で取得しています。詳細はお問い合わせください。

逆相分析例② 農薬類

農薬17成分を一斉分析にてカラム材質と充填剤の不活性度を比較した例になります。

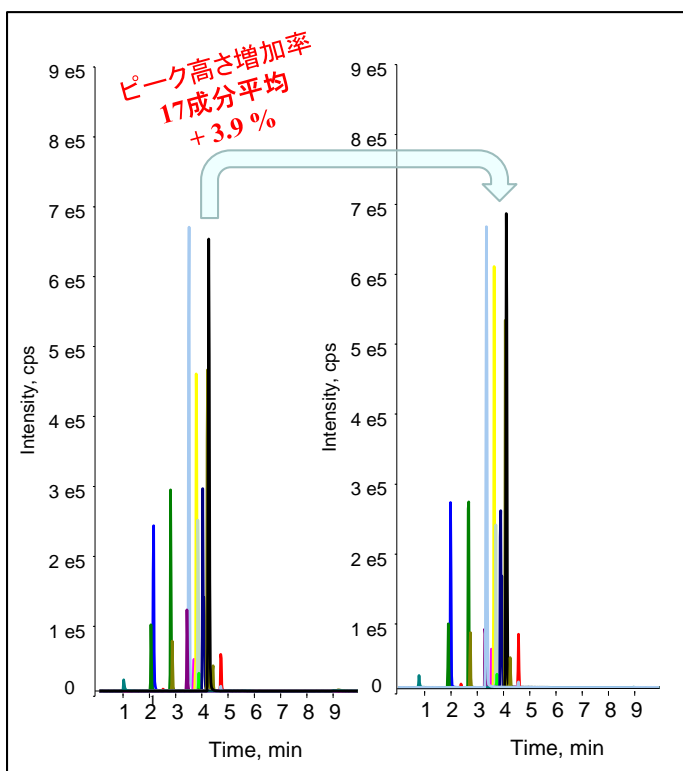
ピーク高さに分析例①オキシン銅ほどの差は見られませんが、不活性度の高いカラムで分析することで全体的にピーク高さの向上につながっています。

金属配位性を示さない農薬の分析においても、不活性度の高い充填剤を使用することでメタルフリーカラムの効果がより発揮できる場合がある結果となりました。

不活性度

★★★

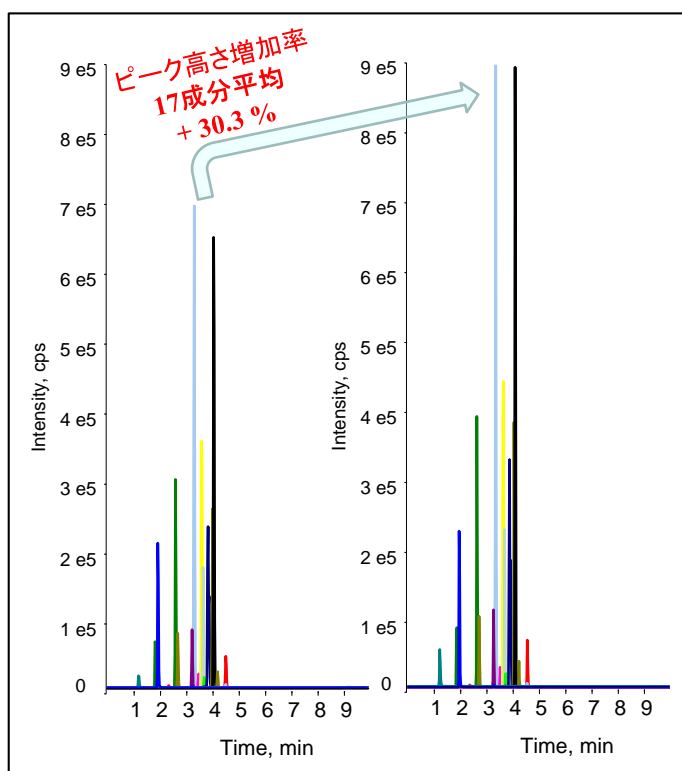
Brand-A 粒子径: 2 μm



不活性度

★★★★★

InertSustain C18 粒子径: 2 μm



HPLC条件

カラム : ODSカラム (2 μm, 50 x 2.1 mm I.D.)

移動相 : A) 0.1 % HCOOH in CH<sub>3</sub>CN

B) 0.1 % HCOOH in H<sub>2</sub>O

A/B = 5/95 – 5 min – 100/0 – 3 min , v/v

流量 : 0.4 mL/min

カラム温度 : 40 °C

検出 : LC/MS/MS (ESI, Positive, MRM)

CUR	CAD	IS	TEM	GS1	GS2
10	7	5500	500	80	80

注入量 : 5.0 μL

サンプル濃度 : 各20 μg/L

	Q1	Q3	DP	CE
1. Oxine Copper	146	128	80	34
2. Asulam	231	156	61	17
3. Methomyl	163	88	41	13
4. Tricyclazole	190	163	76	33
5. MPP oxon sulfone	295	217	60	20
6. Thiodicarb	355	88	56	33
7. Carbofuran	222	165	50	19
8. Thiuram	241	88	60	20
9. MPP oxon	263	231	60	20
10. Bensulfuron methyl	411	149	71	29
11. Flazasulfuron	408	182	60	20
12. Siduron	233	137	81	23
13. Azoxystrobin	404	372	65	19
14. Dymron	269	151	64	20
15. Iprodione	330	245	61	21
16. Bensulide	398	314	71	17
17. Carpropamid	334	139	66	27

### 逆相分析例③ テトラサイクリン

テクニカルノートNo.152でご紹介した通り、テトラサイクリン類は金属配位しやすい化合物で、LC分析カラムの充填剤表面の残存金属やカラムの金属材質への吸着による悪影響が発生します。

逆相分析例①オキシ銅の例と同様に、シリカゲル中の残存金属が少ない不活性度が高いカラムほど、メタルフリーカラムを使用した場合のピーク高さが増加します。金属配位性化合物の分析では、カラム材質だけでなく充填剤の不活性度もカラム選択において重要なポイントになります。

1. オキシテトラサイクリン
2. テトラサイクリン
3. クロルテトラサイクリン

不活性度

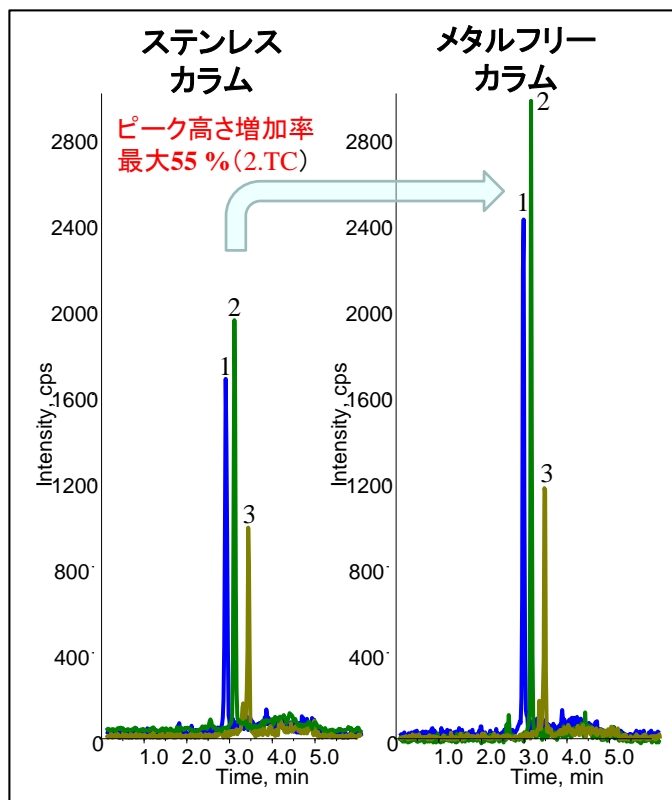
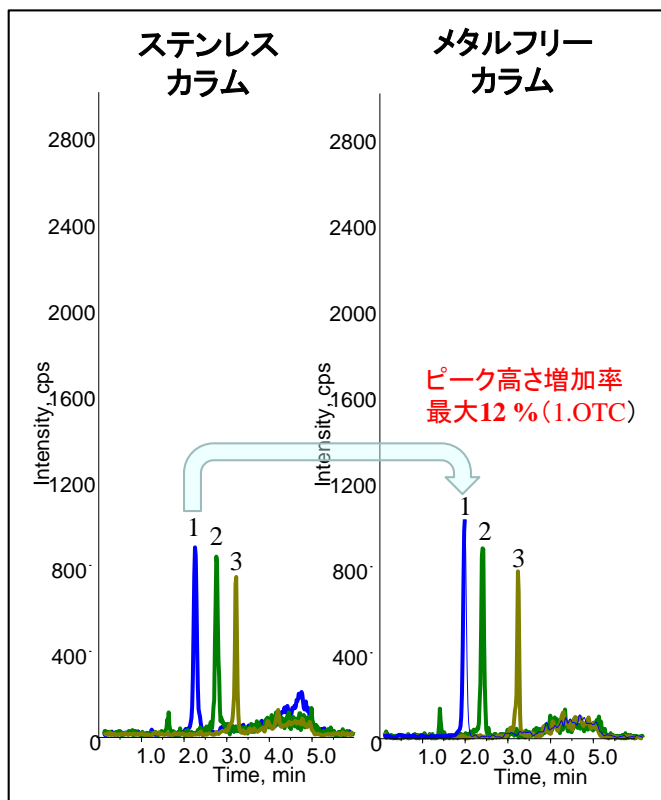
★★★

Brand-A 粒子径: 2 μm

不活性度

★★★★★

InertSustain C18 粒子径: 2 μm



#### HPLC条件

**カラム** : ODSカラム (2 μm, 50 x 2.1 mm I.D.)

**移動相** : A) 0.1 % HCOOH in CH<sub>3</sub>CN  
B) 0.1 % HCOOH in H<sub>2</sub>O  
A/B = 10/90 – 1 min – 10/90 – 3 min – 90/10, v/v

**流量** : 0.4 mL/min

**カラム温度** : 40 °C

**検出** : LC/MS/MS (ESI, Positive, MRM)

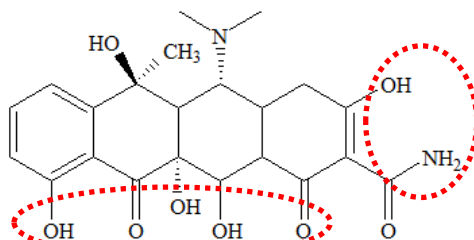
CUR	CAD	IS	TEM	GS1	GS2
10	7	5500	700	80	80

**注入量** : 10 μL

**サンプル** :

	Q1	Q3
1. Oxytetracycline(OTC)	460	426
2. Tetracycline(TC)	445	410
3. Chlortetracycline(CTC)	479	444

#### 2. テトラサイクリン (Tetracycline)

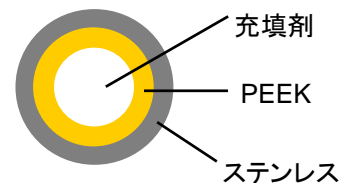


Structures are created using Chemistry 4-D Draw which is provided by ChemInnovation Software, Inc.

<メタルフリーPEEKカラム価格表>

UHPLC-PEEK カラム(粒子径3 μm以下に対応)

粒子径	長さ (mm)	内径 (mm)	
		2.1	4.6
2 μm (1.9 μm)*	50	5020-00531	5020-00527
	100	5020-00532	5020-00528
	150	5020-00533	5020-00529
	250	5020-00534	5020-00530
3 μm	50	5020-00539	5020-00535
	100	5020-00540	5020-00536
	150	5020-00541	5020-00537
	250	5020-00542	5020-00538



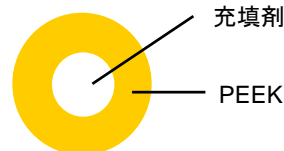
UHPLC-PEEK カラム

注)標準カラムジョイント形式は、UP型です。

\* InertSustainSwift C18を選択された場合は、2 μmではなく1.9 μmになります。

PEEKカラム(粒子径4 μm以上に対応)

粒子径	長さ (mm)	内径 (mm)	
		2.1	4.6
4 μm 5 μm 10 μm から選択	30	5020-00520	-
	33	5020-00521	5020-00510
	50	5020-00522	5020-00511
	75	-	5020-00512
	100	5020-00523	5020-00513
	150	5020-00524	5020-00515
	200	-	5020-00516
	250	5020-00525	5020-00517
	300	5020-00526	5020-00518



PEEKカラム

注)標準カラムジョイント形式は、UP型です。

<対応可能な充填剤>

InertSustain®シリーズ

- InertSustain C18
- InertSustain C8
- InertSustain Phenylhexyl
- InertSustainSwift C18
- InertSustain NH2
- InertSustain Phenyl
- InertSustain AQ-C18

Inertsil® シリーズ

- Inertsil ODS-4
- Inertsil C8-4
- Inertsil WP300 C4
- Inertsil NH2
- Inertsil ODS-3
- Inertsil C8-3
- Inertsil Peptides C18
- Inertsil WP300 Diol
- Inertsil ODS-SP
- Inertsil Ph-3
- Inertsil HILIC
- Inertsil SIL-100A
- Inertsil ODS-P
- Inertsil WP300 C18
- Inertsil Amide
- Inertsil WP300 SIL
- Inertsil ODS-EP
- Inertsil WP300 C8
- Inertsil Diol
- Inertsil CN-3

注)その他の充填剤も対応可能です。

各充填剤ごとに対応可能な粒子径が異なります。詳細については、別途お問い合わせください。

