

SEPARATION REPORT

逆相クロマトグラフィー用充てんカラム TSKgel ODS-100V 3 μ m について

—— 目 次 ——

	ページ
1. はじめに	1
2. TSKgel ODS-100V 3 μ m の基本特性	1
2-1 充てん剤の特性	1
2-2 通液特性 (H/u 曲線)	3
2-3 イオン性	5
2-4 LC/MS (MS) 分析における移動相の影響	7
3. 応用例	9
4. おわりに	12

1. はじめに

逆相クロマトグラフィー（Reversed phase chromatography：RPC）は、多種の試料に適用可能であること、操作性に優れていること、高い分離性能を有していることから、高速液体クロマトグラフィーにおいて最も多く使われている分離モードです。RPC用充てん剤としては、シリカゲル表面にオクタデシル基（C18）を導入した逆相充てん剤（ODS）が、医薬品などの低分子化合物の測定に広く使用されています。今回、TSKgel ODS-100V 5 μ m（セパレーションレポート N0.102参照）に続き、充てん剤の粒子径をより小さくしたTSKgel ODS-100V 3 μ mを発売しました。このカラムは、TSKgel ODS-100V 5 μ mと同じ分離特性となるように、粒子径3 μ mのシリカゲル表面にオクタデシル基（C18）をモノレイヤーで導入しています。また、残存シラノール基のエンドキャップ効率に優れ、塩基性や酸性化合物で良好なピーク形状が得られること、有機溶媒を含まない移動相で使用可能であることなど、TSKgel ODS-100V 5 μ mの特長を引き継いでいます。本稿では、TSKgel ODS-100V 3 μ mの基本特性と分離例について紹介します。

2. TSKgel ODS-100V 3 μ mの基本特性

2-1. 充てん剤の特性

TSKgel ODS-100V 3 μ m、5 μ mおよびTSKgel ODS-100Z 5 μ mの基本物性を表-1に示します。TSKgel ODS-100V 3 μ mおよび5 μ mは、ベースゲルとして粒子径以外

は同等の基本物性を示すシリカゲルを使用しています。また、TSKgel ODS-100V 3 μ mはTSKgel ODS-100V 5 μ mと同等の方法で表面修飾（官能基の導入、残存シラノール基のエンドキャップ）をしていますので、表-2に示すように、各HPLC物性値もほぼ同等の値となっています。さらに、TSKgel ODS-100V 3 μ mは、TSKgel ODS-100V 5 μ mと同等の保持力となるように官能基の導入量を調整しています。したがって、両充てん剤を用いた場合、同じ分離特性を得ることができます。

図-1にNIST SRM870と同じ成分をTSKgel ODS-100V 3 μ m及びTSKgel ODS-100V 5 μ mで測定したクロマトグラムを示します。各ピークの保持、塩基性化合物（Amitriptyline）及び配位性化合物（Quinizarine）の非対称係数がほぼ同等であることが分かります。

図-2に一般低分子化合物の疎水性（疎水度パラメーター：LogP）とTSKgel ODS-100V 3 μ m及びTSKgel ODS-100Z（3 μ m：試作品）に於ける保持（保持比：Log k'）の関係を示します。炭素導入量が高く（20%）、充てん剤表面の極性が低いTSKgel ODS-100Z（3 μ m：試作品）と比較した場合、Log Pが小さい化合物（親水性が高い化合物）は、表面極性が高いTSKgel ODS-100V 3 μ mで保持が強くなっています（図中左下の楕円領域）。このように、TSKgel ODS-100V 3 μ mは、充てん剤表面の極性が高いため、TSKgel ODS-100Z（3 μ m：試作品）に比べ親水性化合物が強く保持されることが分ります。

表-1 TSKgel ODS-100V, ODS-100Zの基本物性

カラム	粒子径 (μ m)	細孔径 (\AA)	比表面積 (m^2/g)	細孔容量 (mL/g)	官能基	炭素量*) (%)	官能基導入 方法
TSKgel ODS-100V 3 μ m	3	100	450	1.10	C18	15	Monolayer
TSKgel ODS-100V 5 μ m	5	100	450	1.10	C18	15	Monolayer
TSKgel ODS-100Z 5 μ m	5	100	450	1.10	C18	20	Monolayer

*) Measured by quantitative elemental analysis
 $\text{\AA} = 1 \times 10^{-10}\text{m}$

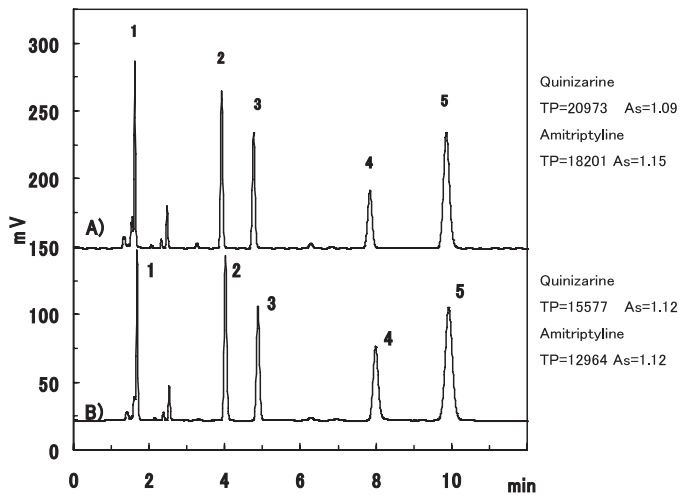


図-1 標準試料のクロマトグラム

カラム：A) TSKgel ODS-100V 3 μ m
(4.6 mm I.D. × 15 cm)
B) TSKgel ODS-100V 5 μ m
(4.6 mm I.D. × 15 cm)
溶離液：20 mmol/L Phosphate Buffer (pH 7.0)
/CH₃OH = 20 / 80
流速：1.0 mL/min
検出：UV 254 nm
試料：1. Uracil, 2. Toluene, 3. Ethyl benzene,
4. Quinizarine, 5. Amitriptyline
注入量：10 μ L

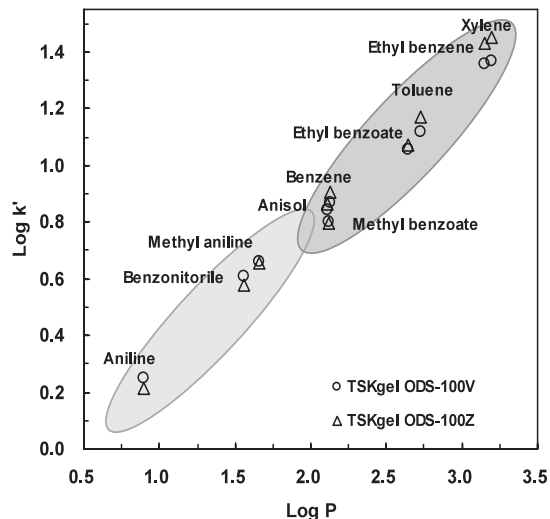


図-2 疎水性パラメーター (Log P) と保持 (Log k') の関係

カラム：TSKgel ODS-100V 3 μ m (4.6 mm I.D. × 15 cm)
TSKgel ODS-100Z (3 μ m：試作品)
(4.6 mm I.D. × 15 cm)
溶離液：H₂O/CH₃CN = 60 / 40
流速：1.0 mL/min
検出：UV 254 nm
温度：40 °C
試料：Aniline, Benzonitrore, Methyl aniline, Anisole,
Methyl benzoate, Benzene, Ethyl benzoate,
Toluene, Ethyl benzene, Xylene

表-2 TSKgel ODS-100V, ODS-100ZのHPLC物性

カラム	保持係数 k'	立体選択性 α	水素結合性 α	疎水性 α	表面極性 α	イオン性					配位結合性		保持減少率 (RT2Adn/ RT1Adn)
						塩基性			酸性				
						As(Des)	α (k'Ami/k'EB)	As(Ami)	α (k'For/k'Ac)	As(For)	α (k'Quini/k'EB)	As(Quini)	
TSKgel ODS-100V 3 μ m	1.78	1.24	0.47	1.64	0.54	1.62	2.60	1.08	0.48	1.29	1.98	1.02	97.8
TSKgel ODS-100V 5 μ m	1.80	1.25	0.45	1.64	0.53	1.59	2.60	1.21	0.48	1.32	1.98	1.16	99.0
TSKgel ODS-100Z 5 μ m	2.42	1.31	0.40	1.72	0.43	1.62	2.38	1.07	0.44	1.41	1.77	1.20	-

1. 保持係数 k'(Naphthalene)
2. 立体選択性 $\alpha = k'(\text{Triphenylene})/k'(\text{o-Terphenyl})$
3. 水素結合性 $\alpha = k'(\text{Caffeine})/k'(\text{Phenol})$
4. 疎水性 $\alpha = k'(\text{Toluene})/k'(\text{Benzene})$
5. 表面極性 $\alpha = k'(\text{Methyl benzoate})/k'(\text{toluene})$
6. イオン性
 - 1) As(Des) = As(Desipramine) (pH 7.0)
 - 2) $\alpha(k'Ami/k'EB) : \alpha = k'(\text{Amitriptyline})/k'(\text{Ethyl Benzene})$
 - 3) As(Ami) = As(Amitriptyline)
 - 4) $\alpha(k'For/k'Ac) : \alpha = k'(\text{Formic acid})/k'(\text{Acetic acid})$
 - 5) As(For) = As(Formic acid)

7. 配位結合性
 - 1) $\alpha(k'Quini/k'EB) : \alpha = k'(\text{Quinizarine})/k'(\text{Ethyl Benzene})$
 - 2) As(Quini) = As(Quinizarine)
8. 保持率 (%)

RT1Adn：アデニンの初期溶出時間
RT2Adn：送液停止30分後のアデニンの溶出時間

※ As：非対称係数

2-2. 通液特性 (H/u曲線)

図-3にTSKgel ODS-100V 3 μ mとTSKgel ODS-100V 5 μ mの線速度と理論段高さ (HETP) の関係を示します。TSKgel ODS-100V 3 μ mはTSKgel ODS-100V 5 μ mより粒子径が小さいため、より小さなHETP (高いカラム効率) を示します。また、TSKgel ODS-100V 5 μ mの場合、線速度4~6 cm/minの範囲で最もHETPが小さくカラム効率が高くなりますが、粒子径の小さいTSKgel ODS-100V 3 μ mは、5 μ mより高流量域の線速度6 cm/min以上で最もカラム効率が高くなります。さらに、TSKgel ODS-100V 5 μ mでは線速度が高くなる (6 cm/min以上) にしたがってカラム効率が徐々に低下しているのに対し、TSKgel ODS-100V 3 μ mでは、高線速域でもカラム効率はほとんど低下せず、広い範囲 (6~10 cm/min、内径4.6mmのカラムで約1.0~1.7 mL/min) で高いカラム効率が維持されています。したがって、TSKgel ODS-100V 5 μ mに比べ、より高分離で、かつ高速な測定が可能です。

RPCの移動相として種々の有機溶媒が用いられていますが、有機溶媒の種類により最適な線速度の範囲が異なる

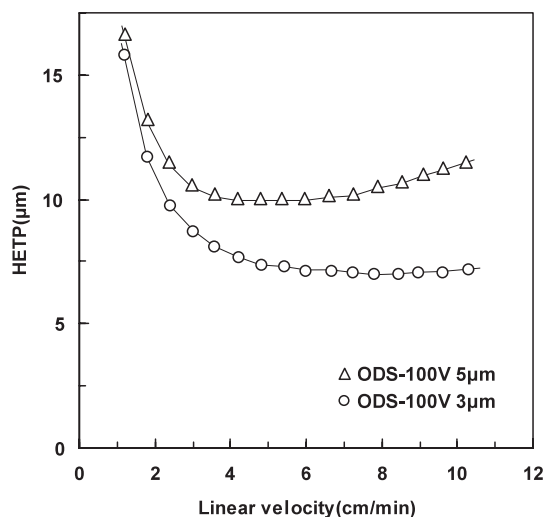


図-3 線速度の理論段高さ (HETP) への影響

カラム：TSKgel ODS-100V 3 μ m (4.6 mmID.×15 cm)

TSKgel ODS-100V 5 μ m (4.6 mmID.×15 cm)

溶離液：H₂O/CH₃OH = 30/70

検出：UV 254 nm

温度：40℃

試料：Naphthalene

注入量：10 μ L

ります。図-4に内径2.0 mmのカラムを用い、移動相としてメタノール水溶液またはアセトニトリル水溶液で検討した場合のH/u曲線を示します。粘度の低いアセトニトリル水溶液の方が、より高い線速領域で最大のカラム効率を示し、かつ広い線速範囲で高いカラム効率を維持していることがわかります。良好なカラム効率を与える流速で測定を行った、メタノール水溶液 (測定流速0.20 mL/min) およびアセトニトリル水溶液 (測定流速0.50 mL/min) でのクロマトグラムの比較を図-5に示します。アセトニトリル水溶液を用いることにより、カラム効率が低下することなく、メタノール水溶液に比べ約2/5の時間で測定が可能であることが分ります。また、アセトニトリル水溶液における測定流速0.50 mL/minでの通液耐久性を図-6に示します。1,000時間通液後も理論段数が低下することなく、良好なカラム性能 (理論段数、非対称係数) が得られています。このように、粘度の低い溶媒を移動相として用い、測定流速を速くすることによりカラム効率を低下させることなく、短時間での測定が可能となります。

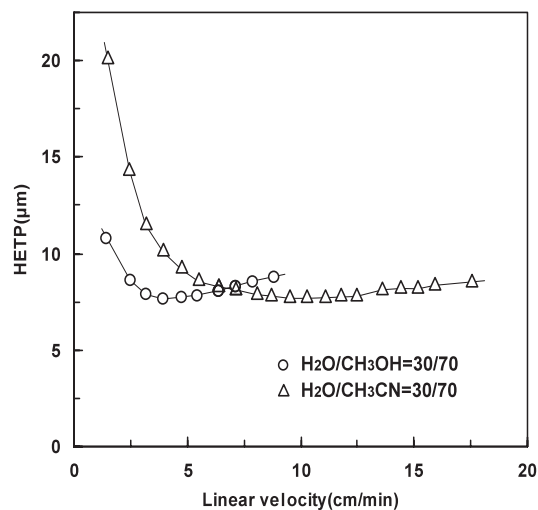


図-4 線速度の理論段高さへの影響 (有機溶媒の影響)

カラム：TSKgel ODS-100V 3 μ m (2.0 mmID.×15 cm)

溶離液：H₂O/CH₃OH = 30/70

H₂O/CH₃CN = 40/60

検出：UV 254 nm

温度：25℃

試料：Naphthalene

注入量：2 μ L

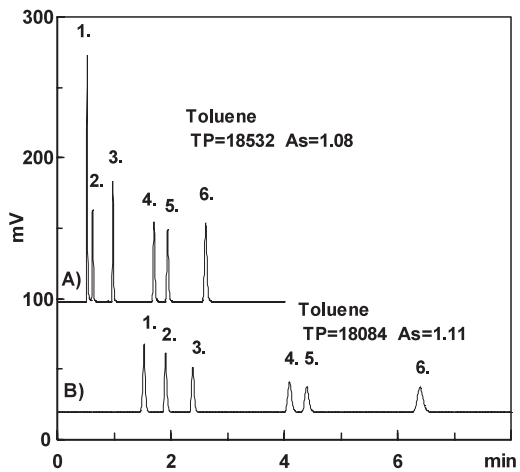


図-5 標準化合物のクロマトグラムの比較

カラム：TSKgel ODS-100V 3 μ m (2.0 mmI.D.×15 cm)

溶離液：A) H₂O/CH₃CN = 40/60

B) H₂O/CH₃OH = 30/70

流 速：A) 0.50 mL/min

B) 0.20 mL/min

検 出：UV 254 nm

温 度：25 °C

試 料：1. Uracil

2. Caffeine

3. Phenol

4. Methyl benzoate

5. Benzene

6. Toluene

注入量：2 μ L

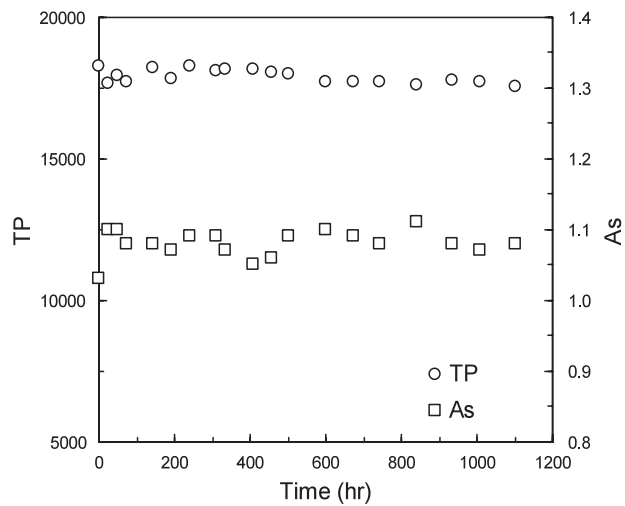


図-6 高流速における通液耐久性

カラム：TSKgel ODS-100V 3 μ m (2.0 mmI.D.×15 cm)

溶離液：H₂O/CH₃CN = 40/60

流 速：0.50 mL/min

検 出：UV 254 nm

温 度：25 °C

試 料：Toluene

注入量：2 μ L

2-3. イオン性

シリカゲルの表面にC18を導入したODS充てん剤は、未反応の残存シラノール基が塩基性化合物の保持とピーク形状に影響を与えます。TSKgel ODS-100V 3 μ mは、TSKgel ODS-100V 5 μ mと同様に残存シラノール基を効率よくエンドキャップしています。残存シラノール基のエンドキャップ処理前後のTSKgel ODS-100V 3 μ mを用いて、塩基性化合物（Desipramine）と中性化合物（Benzene）の溶出を比較したクロマトグラムを図-7に示します。エンドキャップ処理の前後で、Benzene（ピーク3）の保持時間やピーク形状にはほとんど変化が認められません。一方、塩基性化合物のDesipramine（ピーク2）は残存シラノール基と静電的相互作用が働くため、エンドキャップ処理をしていない充てん剤では保持が強く、ピークもテーリングしています（クロマトグラムB）。それに対しエンドキャップ処理を行ったTSKgel ODS-100V 3 μ mでは、正常に溶出し良好なピーク形状が得られています。（クロマトグラムA）

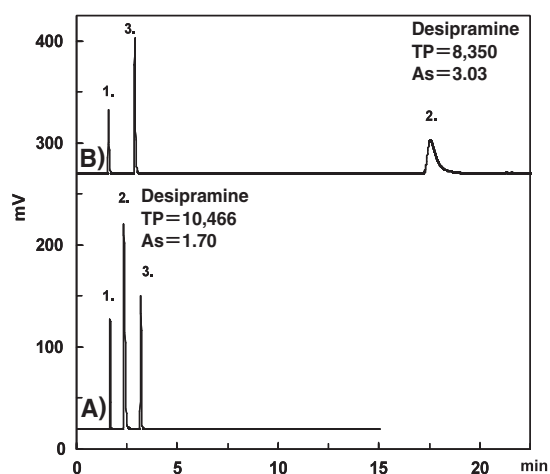


図-7 塩基性化合物（Desipramine）のクロマトグラムの比較（エンドキャップの影響）

カラム：A) TSKgel ODS-100V 3 μ m (4.6 mmID. \times 15 cm)
B) TSKgel ODS-100V 3 μ m (4.6 mmID. \times 15 cm)
(エンドキャップ処理前)

溶離液：5 mmol/L HCOONH₄/CH₃OH = 20/80

流速：1.0 mL/min

検出：UV 254 nm

温度：40 $^{\circ}$ C

試料：1. Uracil

2. Desipramine (52 mg/L)

3. Benzene

注入量：10 μ L

図-8にTSKgel ODS-100V 3 μ mを用い移動相のpHを変えてBenzeneとDesipramineを測定した場合の保持を示します。中性化合物であるBenzeneは移動相のpHによらず保持がほぼ一定です。一方、塩基性化合物のDesipramineは、pHが高くなるにしたがってアミノ基の解離度が低下し疎水性が高くなるために、保持が強くなります。図-9、10にTSKgel ODS-100V 3 μ m及びエンドキャップ処理が不十分なODSカラムを用い移動相のpHを変えてDesipramineを測定した場合の保持及び非対称係数を示します。一般に、図-9に示すように、残存シラノール基のエンドキャップ効率の違いにより、中性移動相での保持力に差が認められ、エンドキャップ処理が不十分な充てん剤は、より保持が強くなります。また、図-10に示すようにTSKgel ODS-100V 3 μ mは、エンドキャップ処理が不十分な充てん剤で認められる中性移動相でのDesipramineのピーク形状の悪化（テーリング）を生じることなく、移動相のpHによらずテーリングの小さい良好なピーク形状が得られることが分かります。

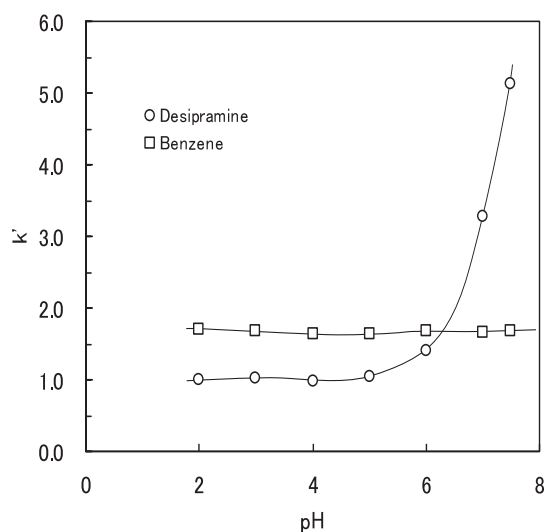


図-8 移動相のpHと保持力の関係（塩基性化合物と中性化合物の比較）

カラム：TSKgel ODS-100V 3 μ m (4.6 mmID. \times 15 cm)

溶離液：50 mmol/L phosphate buffer (pH 2 ~ 7.5)
/CH₃OH = 30/70

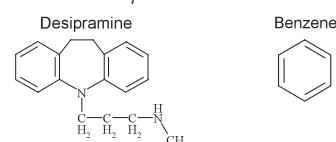
流速：1.0 mL/min

検出：UV 254 nm

温度：40 $^{\circ}$ C

試料：Desipramine, Benzene

注入量：10 μ L



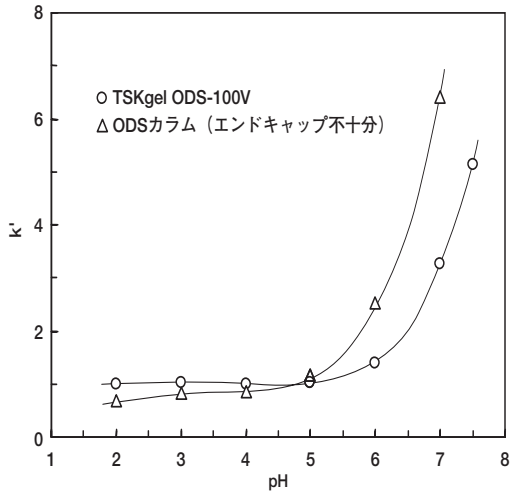


図-9 移動相のpHと塩基性化合物 (Desipramine) の保持の関係

カラム：TSKgel ODS-100V 3 μ m (4.6 mmID.×15 cm)
ODSカラム (4.6 mmID.×15 cm)
(エンドキャップ不十分)

溶離液：50 mmol/L phosphate buffer (pH 2～7.5)
/CH₃OH = 30/70

流速：1.0 mL/min

検出：UV 254 nm

温度：40 °C

試料：Desipramine
注入量：10 μ L

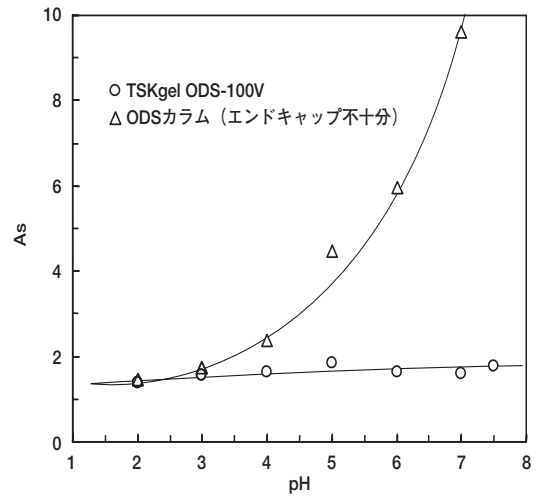
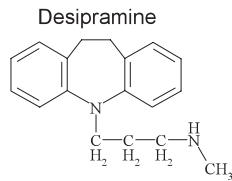


図-10 移動相のpHと塩基性化合物 (Desipramine) のピーク形状の関係

カラム：TSKgel ODS-100V 3 μ m (4.6 mmID.×15 cm)
ODSカラム (4.6 mmID.×15 cm)
(エンドキャップ不十分)

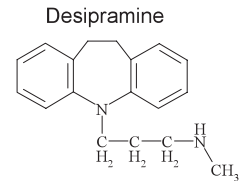
溶離液：50 mmol/L phosphate buffer (pH 2～7.5)
/CH₃OH = 30/70

流速：1.0 mL/min

検出：UV 254 nm

温度：40 °C

試料：Desipramine
注入量：10 μ L



2-4. LC/MS(/MS)分析における移動相の影響

RPCでは、移動相のpHを調整するためにリン酸緩衝液が一般的に用いられます。しかしながら、LC/MS(/MS)では、イオン化効率が低下することやMS検出器内の汚染の問題から、リン酸緩衝液のような不揮発性の緩衝液でなく、ギ酸、ギ酸アンモニウムや酢酸アンモニウムなどの揮発性の緩衝液を出来るだけ低濃度で用いる必要があります。リン酸及びギ酸アンモニウムを用いた移動相の塩濃度が塩基性化合物(Desipramine)のピーク形状に与える影響について図-11に示します。イオン強度が大きいリン酸緩衝液を移動相に用いた場合、一般的な緩衝液濃度領域(5~50 mmol/L)ではピーク形状は緩衝液濃度によらず良好(非対称係数Asが1に近い)ですが、イオン強度の小さいギ酸アンモニウムを移動相とした場合、緩衝液濃度が低くなるに従ってAsが大きくなりピークが徐々にテーリングすることが分かります。実際の測定においてUV検出器を使用する場合は、移動相の塩濃度を高くすることにより良好なピーク形状を得ることができますが、LC/MS(/MS)においては、イオン化効率やイオン源の汚染の問題から移動相の塩濃度は低くする必要があります、一般には10 mmol/L以下が使用されます。

図-12に、TSKgel ODS-100V 3 μ mおよび他社ODS (3

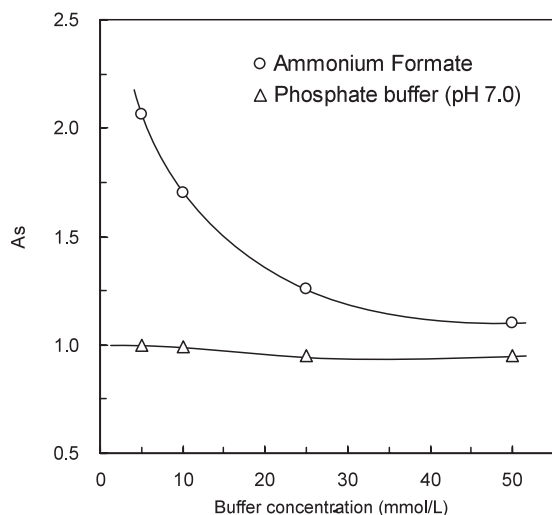
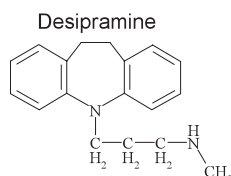


図-11 移動相の塩濃度とピーク形状の関係塩の種類の影響

カラム：TSKgel ODS-100V 3 μ m (4.6 mmI.D.×15 cm)
 溶離液：5~50 mmol/L HCOONH₄/CH₃OH = 30/70
 5~50 mmol/L Phosphate buffer (pH 7.0)
 /CH₃OH = 30/70

流速：1.0 mL/min
 検出：UV 254 nm
 温度：40℃
 試料：Desipramine
 注入量：10 μ L



μ m) により、5 mmol/Lギ酸アンモニウムを移動相として塩基性化合物(Desipramine：ピーク2)を測定したクロマトグラムを示します。TSKgel ODS-100V 3 μ mではギ酸アンモニウムの濃度が低い場合でも良好なピーク形状が得られることがわかります。

低濃度のギ酸やギ酸アンモニウムを移動相として塩基性化合物を測定した場合、試料濃度によりピーク形状が大きく影響を受けます。図-13にTSKgel ODS-100V 3 μ mを用いた移動相としてリン酸緩衝液及びギ酸アンモニウムを使用した場合の試料濃度とピーク形状(非対称係数)の関係を示します。イオン強度の大きいリン酸緩衝液に比べ、イオン強度の小さいギ酸アンモニウムでは試料濃度(Desipramine)が高くなるにしたがってピークがより大きくテーリングします。さらに、図-14にTSKgel ODS-100V 3 μ mおよび他社ODS(3 μ m)で低濃度のギ酸アンモニウム(5 mmol/L)を移動相としてDesipramineを測定した場合の試料濃度とピーク形状(非対称係数)の関係を示します。他社ODS(3 μ m)では低濃度領域からピークが大きくテーリングしていることがわかります(図-12参照)。これまで述べましたように、TSKgel ODS-100V 3 μ mはLC/MS(/MS)でよく用いられる条件下でも優れた特性を示すことがわかります。

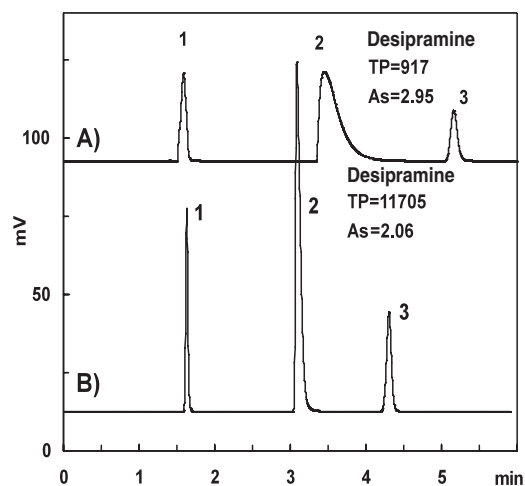


図-12 デシプラミンのクロマトグラムの比較

カラム：A)A社ODS 3 μ m(4.6 mmI.D.×15 cm)
 B)TSKgel ODS-100V 3 μ m(4.6 mmI.D.×15 cm)
 溶離液：5 mmol/L HCOONH₄/CH₃OH = 30/70
 流速：1.0 mL/min
 検出：UV 254 nm
 温度：40℃
 試料：1. Uracil
 2. Desipramine (26 mg/L)
 3. Benzene
 注入量：10 μ L

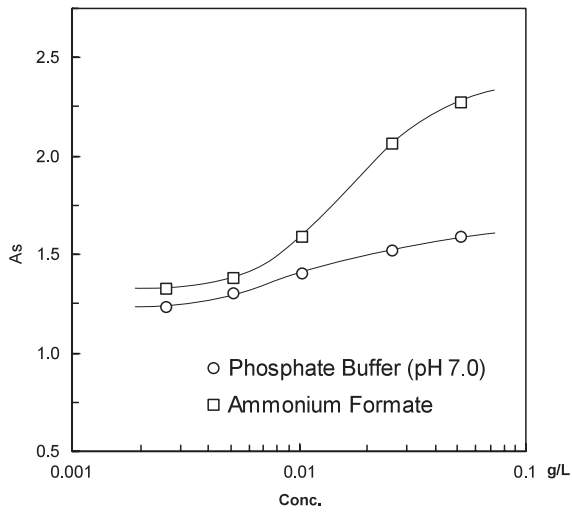


図-13 試料濃度とピーク形状の関係（塩の種類の影響）

カラム：TSKgel ODS-100V 3 μ m (4.6 mmID.×15 cm)

溶離液：5 mmol/L HCOONH₄/CH₃OH = 30/70

5 mmol/L Phosphate buffer (pH 7.0)

/CH₃OH = 30/70

流速：1.0 mL/min

検出：UV 254 nm

温度：40 ℃

試料：Desipramine

注入量：10 μ L

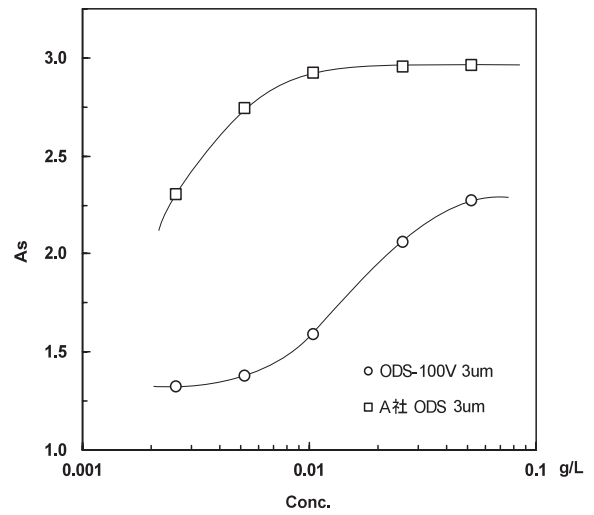


図-14 試料濃度とピーク形状の関係（他社 ODS カラムとの比較）

カラム：A) TSKgel ODS-100V 3 μ m (4.6 mmID.×15 cm)

B) A社 ODS 3 μ m (4.6 mmID.×15 cm)

溶離液：5 mmol/L HCOONH₄/CH₃OH = 30/70

流速：1.0 mL/min

検出：UV 254 nm

温度：40 ℃

試料：Desipramine

注入量：10 μ L

3. 応用例

図-15、16にTSKgel ODS-100V 3 μ mとTSKgel ODS-100V 5 μ mの比較データを、図-17~19にTSKgel ODS-100V 3 μ mのLC/MSの応用例を示します。

図-15、16にTSKgel ODS-100V 3 μ mとTSKgel ODS-100V 5 μ mを用いてそれぞれ酸性化合物と塩基性化合物を測定したクロマトグラムを示します。TSKgel ODS-100V 3 μ mの方が理論段数が高いためシャープなピーク形状が得られていることが分ります。一方、充てん剤の粒子径によらず、いずれの試料についてもほぼ同様の保持が得られており、5 μ m及び3 μ mともにテーリングのないピーク形状を示していることがわかります。

図-17にTSKgel ODS-100V 3 μ mを用いてアミノグリコシド系抗生物質をLC/MSで測定したSIMクロマトグラムを示します。アミノグリコシド系抗生物質は一般に親水性が高く、RPCでは十分な保持が得られないため移動相にイオン対試薬を添加し測定されます。さらにMS検出器を使用する場合は揮発性のイオン対試薬を用いる必要があるため、HFBA（ヘキサフルオロ酪酸）を添加して測定しました。5種類のアミノグリコシド系抗生物質

はいずれも良好なピーク形状を示しています。

図-18にTSKgel ODS-100V 3 μ mを用いてマイクロシスチンをLC/MSで測定したSIMクロマトグラムを示します。マイクロシスチンは、湖沼の富栄養化により発生するアオコによって生成される肝臓毒で、発ガンプロモーターとしても作用します。そのため、湖沼水でのモニタリングの必要性が高く、2003年上水試験法改正では、多種のアオコから生成されるマイクロシスチンLRが要検討項目に指定されています。定量基準（定量下限）でのクロマトグラムを示しますが、良好に分離検出されていることがわかります。

図-19にTSKgel ODS-100V 3 μ mを用いてサルファ剤をLC/MSで測定したSIMクロマトグラムを示します。サルファ剤は、畜産類への動物医薬品として広く使用されている合成抗菌剤の一種です。厚生労働省の通知（食安発第1129002号）の一斉分析法「HPLCによる動物用医薬品等の一斉試験法I（畜水産物）」にも、16種類のサルファ剤が記載されており、定量試験はHPLCで、確認試験はLC/MS（/MS）で行うことが規定されています。全てのサルファ剤についてシャープでテーリングのないピークが得られております。

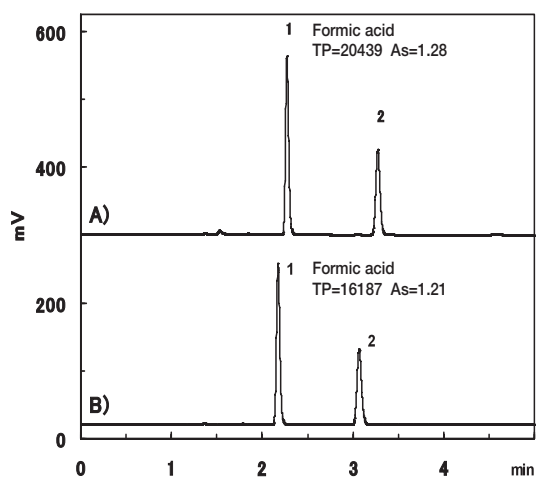


図-15 有機酸のクロマトグラム

カラム：A) TSKgel ODS-100V 3 μ m
(4.6 mm I.D.×15 cm)
B) TSKgel ODS-100V 5 μ m
(4.6 mm I.D.×15 cm)

溶離液：H₂O/CH₃OH = 98/2 + 0.1 % H₃PO₄

流速：1.0 mL/min

検出：UV210 nm

温度：40 °C

試料：1. Formic acid, 2. Acetic acid

注入量：10 μ L

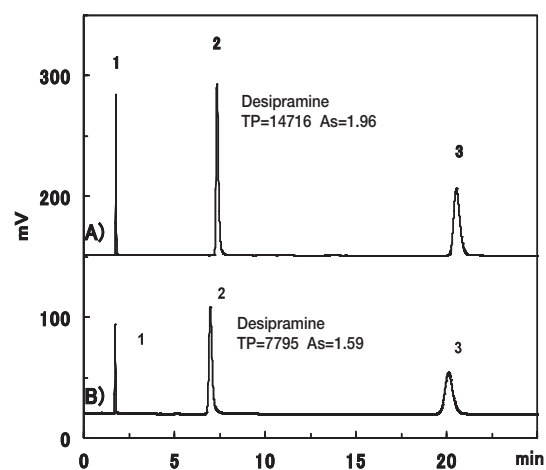


図-16 塩基性化合物のクロマトグラム

カラム：A) TSKgel ODS-100V 3 μ m
(4.6 mm I.D.×15 cm)
B) TSKgel ODS-100V 5 μ m
(4.6 mm I.D.×15 cm)

溶離液：50 mmol/L phosphate buffer (pH 7.0)

/CH₃OH = 30/70

流速：1.0 mL/min

検出：UV254 nm

温度：40 °C

試料：1. Uracil, 2. Desipramine, 3. Imipramine

注入量：10 μ L

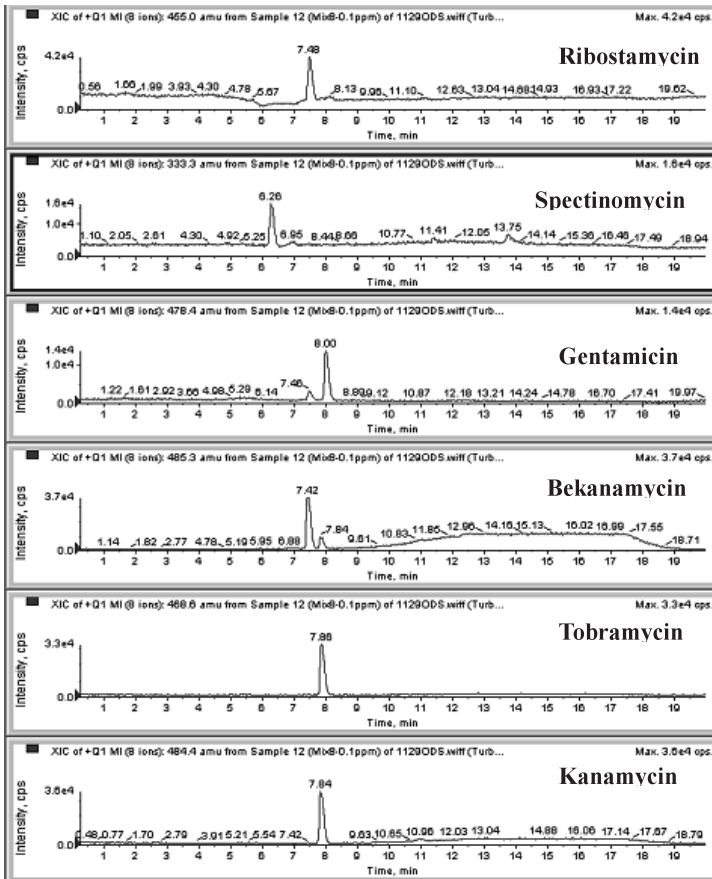


図-17 アミノグリコシド系抗生物質のLC/MSによる分析

カラム：TSKgel ODS-100V $3\mu\text{m}$
(2.0 mmID. \times 15 cm)

溶離液：A：5 mM HFBA

B： CH_3CN

グラジエント：0 min 10% B

10 min 60% B

15 min 60% B

流速：0.2 mL/min

検出：MS Q TRAP (Applied Biosystems)

イオン源：ESI

ポラリティー：Positive

試料：Ribostamycin, Spectinomycin,

Gentamicin, Bekanamycin,

Tobramycin, Kanamycin

注入量： $5\mu\text{L}$

試料濃度：0.1 ppm each

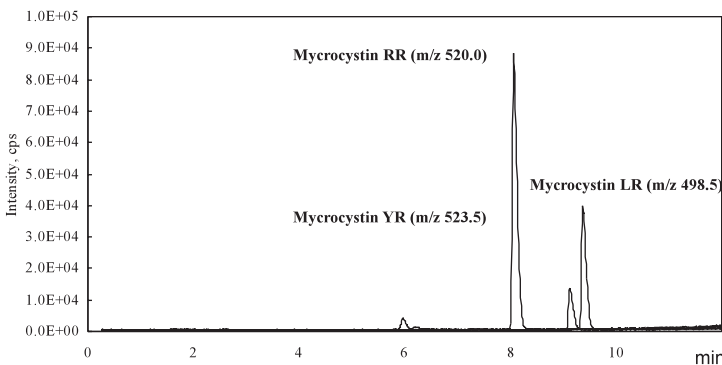


図-18 ミクロシスチンのLC/MSによる分析

カラム：TSKgel ODS-100V $3\mu\text{m}$
(2.0 mmID. \times 15 cm)

溶離液：A：0.1% HCOOH

B：0.1% HCOOH in CH_3CN

グラジエント：0 min 10% B

10 min 60% B

15 min 60% B

流速：0.2 mL/min

検出：MS Q TRAP (Applied Biosystems)

イオン源：ESI

ポラリティー：Positive

温度：40 $^{\circ}\text{C}$

試料：Mycrocystin RR, YR, LR

注入量： $5\mu\text{L}$

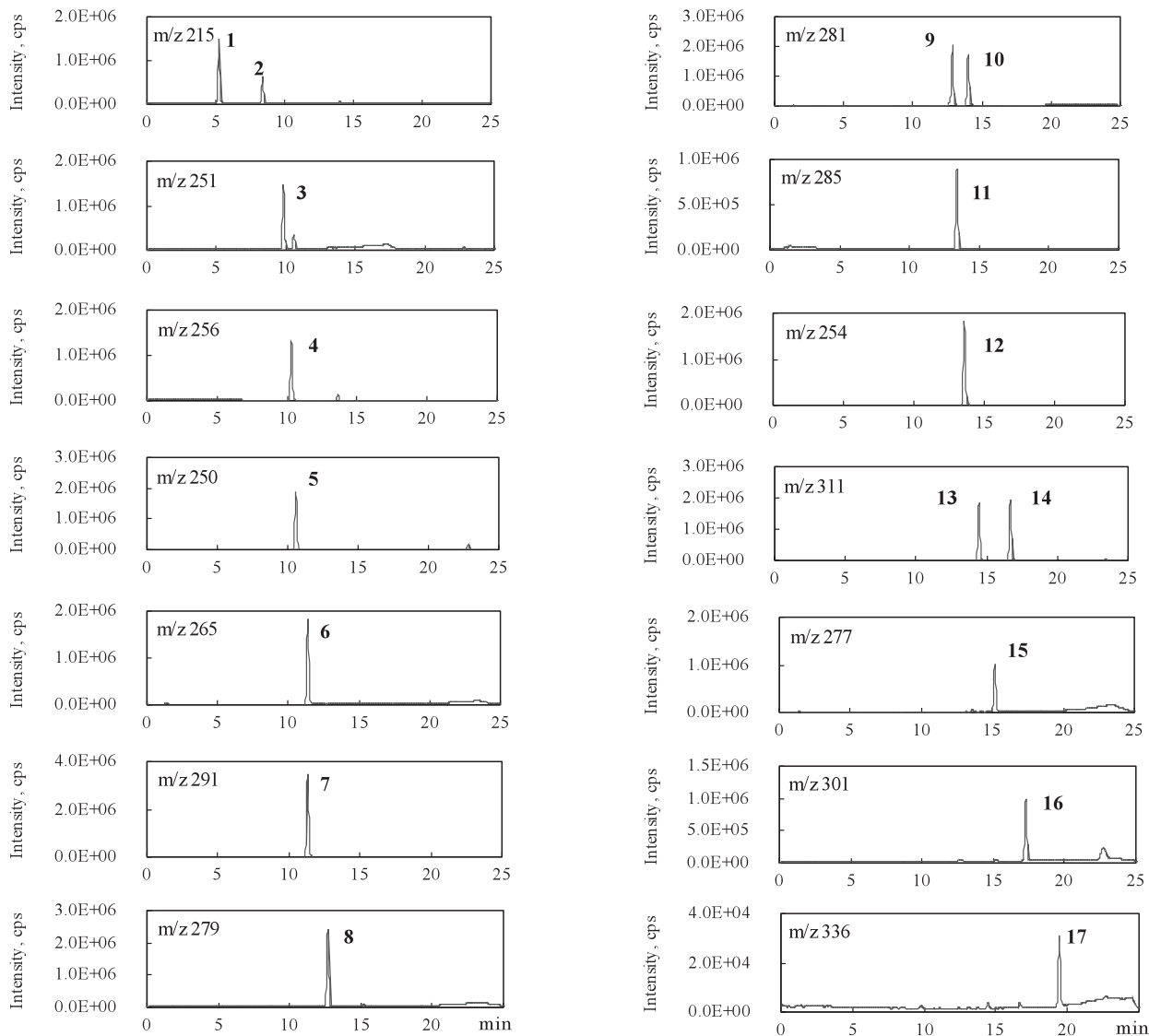


図-19 サルファ剤のLC/MSによる一斉分析

カラム：TSKgel ODS-100V 3 μ m (2.0mmID.×15cm)

溶離液：A：0.1% HCOOH

B：0.1% HCOOH in CH₃OH

グラジエント：0 min 0% B

20 min 70% B

22 min 70% B

23 min 0% B

流速：0.2 mL/min

検出：MS Q TRAP (Applied Biosystems)

イオン源：ESI

ポラリティー：Positive

モード：SIM

温度：500℃

イオンスプレー電圧：5000V

温度：40℃

試料：1. sulfaguanidine 2. sulfacetamide

3. sulfadiazine 4. sulfathiazole

5. sulfapyridine 6. sulfamerazine

7. trimethoprim 8. sulfadimidin

9. sulfamethoxy-pyridazine

10. sulfamonomethoxine

11. sulfachloropyridazine

12. sulfamethoxazole 13. sulfadoxine

14. sulfadimethoxine 15. sulfabenzamide

16. sulfaquinoxaline 17. sulfanitran

注入量：2 μ L

(Q TRAPはApplied Biosystems/MDS SCIEX社の登録商標です。)

4. おわりに

以上ご紹介しましたように、TSKgel ODS-100V 3 μ m は、親水性化合物の保持力が強く、塩基性化合物で良好なピーク形状を示すなど、TSKgel ODS-100V 5 μ m と同じ分離特性を有しています。また、粒子径が3 μ m と小さくなったことにより、カラム効率が向上し、かつ広い流

量範囲で高いカラム効率を維持することができることから、より短時間での測定が可能となります。また、LC/MS（/MS）や微量分析用カラムを含め、内径1.0 mm～4.6 mmまで各種仕様のカラムを用意していますので、目的や測定法に合わせたカラムサイズを選択することが可能です。



TOSOH

東ソー株式会社 バイオサイエンス事業部

東京本社 営業部 ☎(03) 5427-5180 〒105-8623 東京都港区芝3-8-2
大阪支店 バイオインク ☎(06) 6344-3857 〒530-0004 大阪市北区堂島浜1-2-6
名古屋支店 バイオインク ☎(052) 211-5730 〒460-0003 名古屋市中区錦1-17-13
福岡支店 ☎(092) 781-0481 〒810-0001 福岡市中央区天神1-13-2
仙台支店 ☎(022) 266-2341 〒980-0014 仙台市青葉区本町1-11-1
山口営業所 ☎(0834) 63-9888 〒746-8501 山口県周南市開成町4560
カスタマーサポートセンター ☎(0467) 76-5384 〒252-1123 神奈川県綾瀬市早川2743-1

お問い合わせe-mail tskgel@tosoh.co.jp

バイオサイエンス事業部ホームページ <http://www.tosoh.co.jp/science/>

東ソーHLCデータベース <http://www2.tosoh.co.jp/hlc/hlcdb.nsf/StartJ?OpenForm>



このパンフレットは、100%再生紙を使用し、大豆油インクで印刷しています。

5701SB-品番994005A