

●低ブリードを実現した HPLC カラム “SUMIPAX ODS Z-CLUE”

TN375

Extremely Low Bleed HPLC Column “SUMIPAX ODS Z-CLUE”

[概要]

HPLC におけるブリードとは、カラム固定相からの分解物等の溶出により生成されるバックグラウンドシグナルのことです。ODS カラムの場合、一般に、ODS 基の化学結合や、エンドキャッピング処理が弱いと、ブリードが大きくなると言われています。LC/MS や ELSD (蒸発光散乱検出器)、コロナ CAD (荷電化粒子検出器) などの高感度な検出器を使用する際には、カラム由来のブリードによる測定への影響が無視できません。特に、LC/MS の場合、ブリードが大きいとバックグラウンドノイズが高くなって S/N 比が低下し、測定対象物質がイオンサプレッションを受けて感度が低下することがあります。

SUMIPAX ODS Z-CLUE は、独自のカラム製作技術により、市販 ODS カラムの中で最高水準の低ブリードを実現しています。以下に、SUMIPAX ODS Z-CLUE の低ブリードを示すデータを紹介します。

[他社 ODS カラムとのブリード比較]

図-1 は、LC/MS を用いて、試料を注入せず、グラジエントでの移動相通液操作を 3 回繰り返した後のトータルイオンクロマトグラム (TIC) を比較したものです。(a) はカラム無しの場合、(b) は SUMIPAX ODS Z-CLUE、(c) は ODS 基の化学結合が強いと言われる他社 (A 社) ODS カラムの TIC を示しますが、SUMIPAX ODS Z-CLUE は、(c) と比較してブリードが少なく、(a) と比較してもブリードが極めて少ないことがわかります。

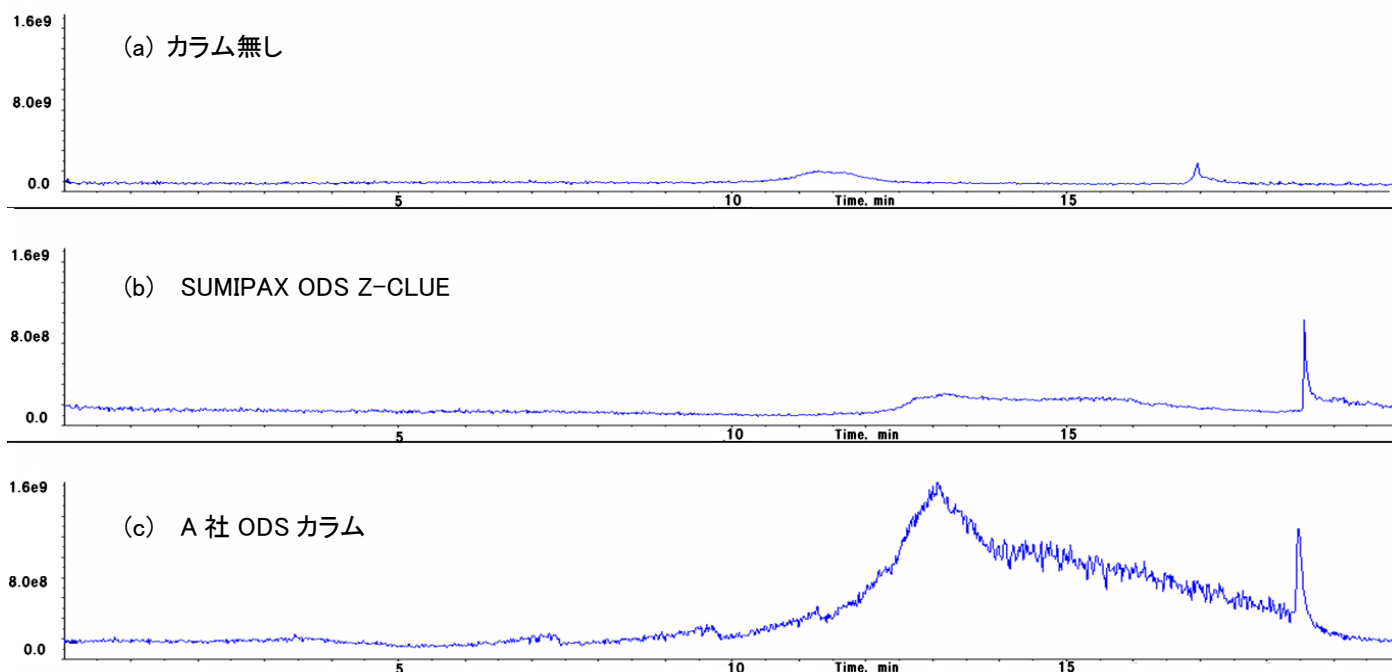


図-1. グラジエントを 3 回繰り返した後の TIC の比較

(a) カラム無し (b) SUMIPAX ODS Z-CLUE (c) A 社 ODS カラム

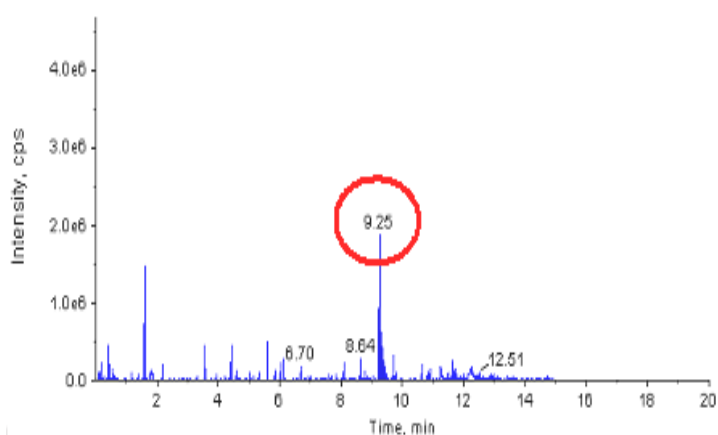
[測定条件] カラムサイズ 2 mm i.d. × 150 mm, 3 μm
 移動相 A) 0.1 % HCOOH in H₂O
 B) 0.1 % HCOOH in CH₃CN 5-100 % B (0-10min) → 100-0 % B (15-15.1 min)
 流速 0.2 mL/min カラム温度 40 °C 検出 ESI positive, TIC (Mass Range : 50-1000)

[他社 ODS カラムとの感度比較]

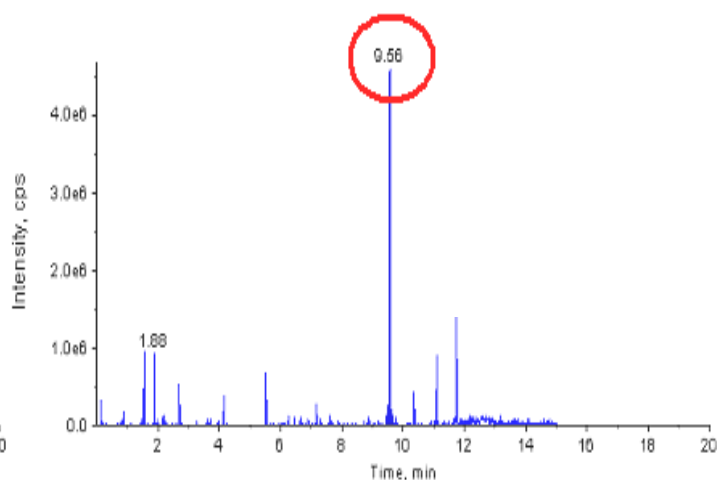
ODS カラム由来のブリードの発生が少ないことで、イオンサプレッションが低減されて感度が上がり、微量の試料を高感度に検出することを可能にします。

図-2 に、SUMIPAX ODS Z-CLUE 及び他社 (A 社) ODS カラムに、ワルファリン (10 nmol/L) を 20 μ L (約 60 pg) 注入した時のマスクロマトグラムの比較を示します。 m/z 309.3 での LC/MS クロマトグラムの強度は、ブリードが少ない SUMIPAX ODS Z-CLUE が大きく、A 社 ODS カラムの約 2 倍であることがわかります。

① A 社 ODS カラム



② SUMIPAX ODS Z-CLUE



[LC/MS 測定条件]

カラムサイズ : 2.0 mm i.d \times 150 mm, 3 μ m

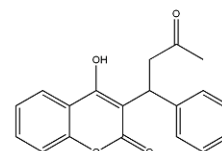
移動相 : A) 0.1 % HCOOH / H₂O B) 0.1 % HCOOH / CH₃CN
5 % (0 min) \rightarrow 100 % (10 min) \rightarrow 100 % (15 min)
 \rightarrow 5 % (15.1 min - 20 min)

流速 : 0.25 mL/min

カラム温度 : 40 $^{\circ}$ C

注入量 : 20 μ L

検出 : MS ESI Positive



ワルファリン

C₁₉H₁₆O₄ M.W. 308.3

図-2 10nmol/L ワルファリン 20 μ L 注入時の LC/MS クロマトグラム (m/z 309.3) の比較

SUMIPAX は登録商標です。