

# LC/MS における高極性化合物測定の実例紹介及び条件検討

発表者氏名：小川 直也      技術分野：分析・物質      発表形式：口頭発表

所 属：分析・物質技術支援室      組成分析・構造解析技術グループ

はじめに

LC-MS において最も一般的に用いられる分離モードは、固定相をオクタデシル基で修飾したシリカゲルを充填材とする ODS カラムを使用した逆相モードである。逆相モードでは、ODS カラムに主に疎水性相互作用を利用して溶質を保持し、親水性の高い物質から疎水性の高い物質の順で化合物を溶出させることができる。ただし、ODS カラムでは親水性の高い物質の保持が弱い為、例えばアミノ酸のような高極性化合物を誘導体化せずに測定することは難しい。発表者は農学部の機器分析室で勤務しており、アミノ酸、有機酸、糖等の高極性の生体関連化合物の分析依頼を受けることが多い。そのため、疎水性・イオン交換マルチモードカラムや、非誘導体化アミノ酸分析用カラム等の様々な親水性相互作用クロマトグラフィー (HILIC) カラムを所有し、様々な分析に対応している。

本発表では HILIC カラムを使用した高極性化合物の測定について ODS カラムと比較すると共に、実際に行った測定の事例紹介や条件検討結果の報告を行う。

測定結果

ODS カラムでは分離が困難なアミノ酸、有機酸、糖といった高極性化合物を、Intrada Amino Acid, Intrada Organic Acid, ACQUITY UPLC BEH Amide の 3 種類の HILIC カラムを使用して測定した。その結果、アミノ酸分析用カラム Intrada Amino Acid は、アミノ酸分析に関しては、一般的なアミドカラム ACQUITY UPLC BEH Amide よりも、良好な分離性能を示した (図 1)。一方、糖の分析においては、アミドカラム ACQUITY UPLC BEH Amideの方が、アミノ酸分析用カラム Intrada Amino Acid よりも良好な分離性能を示した。このことから、高極性化合物の測定においては、検出対象とする化合物に応じて適切なカラムの選択が必要であることが改めて確認された。また、適切な分離には、先行研究と常に同一ではなく、適宜移動相の組成を微調整することが必要である場合があることを確認した。

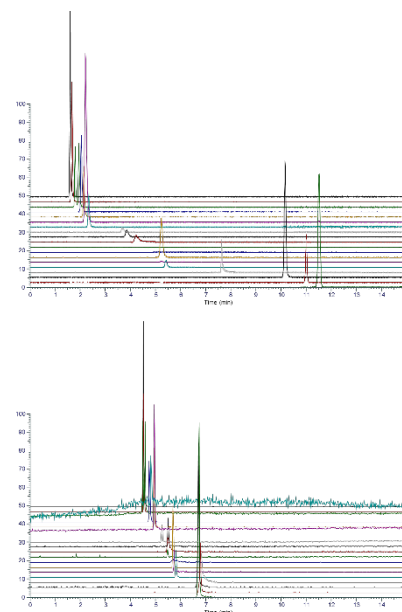


図 1 アミノ酸測定結果 (EIC)

(上：Intrada Amino Acid, 下：ACQUITY UPLC BEH Amide)

謝辞

本発表は、令和 6 年度名古屋大学全学技術センター自発的技術研鑽助成プログラム (採択番号 2024-02 番) の支援を受けた。