

モノリスカラムを連結させた FIA、SIA 装置の開発

株式会社 共立理化学研究所 原知里

近年、高速液体クロマトグラフ法（HPLC）においてはカラムにモノリスカラムを用いた分析法が開発され、注目されている。モノリスカラムは充填カラムと異なり、メソ孔とマクロ孔を有する一体型の細孔構造を有し、分解能を低下させずに、短時間での分析が可能となる。このモノリスカラムを FIA、SIA にそれぞれ連結させた装置が、Rangel¹⁾、Solich²⁾らによって開発された。

Rangel らは従来の低圧 FIA システムとモノリスカラムを連結させた装置によってコーヒー中のメチルキシサンチン類であるテモプロミン、セオフィリン、カフェインを分離分析する方法を報告している。これらのメチルキシサンチン類は中枢神経系に刺激を与えるほか、食道がん等のがんの低下に関与するという報告もあり、低コストで精度のよい分析法が求められている。Rangel らは、Fig.1 に示した装置を使いメチルキシサンチン類の分離・測定法を開発した。この FIA システムでは、シグナルが大きくなるように注入バルブとカラム間の距離、さらにはカラムと検出器の距離が短くなるように設計されている。Fig.2 ではメチルキシサンチン類各 $3.0 \times 10^{-5} \text{M}$ 標準液を用いて流速の影響を検討している。分離能は (a)テモプロミンと(b)セオフィリンについて、いずれも $R_s > 1.5$ となり定量的な分離を実現しているが、実サンプル測定の際、流速が速いと(a)のシグナルが初めの大きなピークと重なること、また流速を遅いと分析速度が遅くなる考慮し、流速 0.85 ml/min を最適としている。その他の最適条件はキャリアー溶液がアセトニトリル：水=2：98v/v、注入量 $11 \mu\text{L}$ となり、検出限界はテモプロミン： $2.9 \times 10^{-6} \text{M}$ 、セオフィリン： $2.0 \times 10^{-6} \text{M}$ 、カフェイン： $1.7 \times 10^{-5} \text{M}$ である。

一方、Solich らは SIA にモノリスカラムを連結させた装置で、インドメタシン（IND）とその分解生成物（5-メトキシ-2-メチルインドール酢酸と 4-クロロ安息香酸）の分離分析を行っている。IND は非ステロイド性抗炎症薬で鎮

痛剤や解熱剤の薬として用いられている。Solich らは SIA システムにグラジエント溶離法を用いることで、高分離能で短時間での測定を実現している。

これらの方法の利点は、従来の HPLC と比較して、コストが低い点、組み立てが簡単でメンテナンスが必要ない点、少試薬でよい点である。モノリスカラムと FIA、SIA を組み合わせることにより、フロー分析に分離操作を組み込むことが可能となり、多様な試料の適用拡大が期待される。さらに現場のルーチンとして HPLC 法と同等のパフォーマンスを得ることができ、応用分野の拡大も期待される。

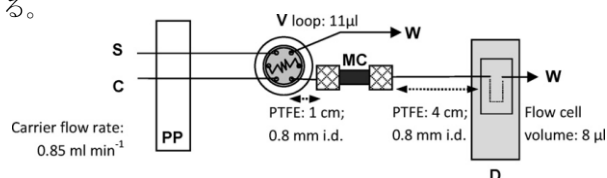


Fig. 1. フローシステム装置図（PP:ペリスタリックポンプ; MC:モノリスカラム; V:インジェクションバルブ; W:廃液; D:検出器; S:サンプル/標準液; C:キャリアー）

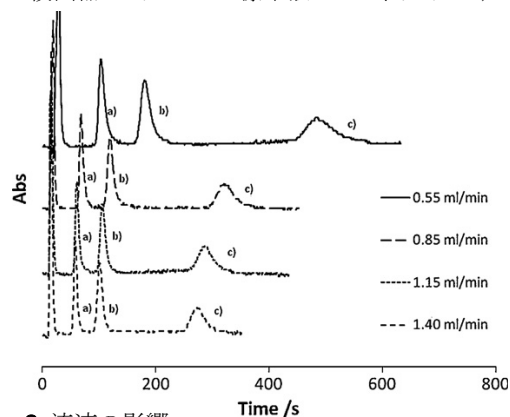


Fig. 2. 流速の影響

(a)テモプロミン,(b)セオフィリン,(c) カフェイン

- 1) J. R. Santos, A.O.S.S. Rangel, *Anal. Chim. Acta*, **715** 57 (2012).
- 2) P. Koblová, H. Sklenářová, P. Chocholouš, M. Polášek, P. Solich, *Talanta*, **84** 1273(2011).