

LC 移動相汚染に対する新たなアプローチ

移動相クリーニング機能付き LC, LC/MS 用サククションフィルタの紹介

宮嶋 晃輔, 山口 努, 福澤 興祐, 佐藤 友紀

1 はじめに

液体クロマトグラフィー (LC) 及び液体クロマトグラフィー質量分析法 (LC/MS) において、移動相に起因する問題に度々直面することがある。例えば、分析試料に由来しないピーク、いわゆる「ゴーストピーク」の出現が挙げられる。また、移動相汚染は以下に示す様々な要因によって生じ、装置汚染も引き起こす原因となる。

- 実験室環境中揮発性有機化合物 (VOC) の溶解
- 移動相調製に用いた試薬及び溶媒中の不純物
- 移動相容器や調製に使用した器具からの汚染
- 水系移動相における微生物の発生 等

これら、原因究明と対策には多大な労力や時間を要する。

私たちは移動相中の汚染物質除去効果を有する他に類のないサククションフィルタ “GLC Suction Filter 2” を開発した (特許出願中)。内部に充填されている吸着材により移動相汚染物質をトラップし、移動相をクリーンに保つことで移動相由来のトラブルを未然に防ぐことができる。

2 GLC Suction Filter 2 の特長

GLC Suction Filter 2 の外観と構造を図 1 に示す。GLC Suction Filter 2 は高純度活性炭を充填したサククションフィルタで、移動相中の不純物除去を目的とした製品である。以下に GLC Suction Filter 2 の特長を示す。

(1) システムボリュームに影響しない

送液ポンプ以降に取付けるクリーニングフィルタは、装置に蓄積している汚染の除去効果が期待できるが、送液ポンプから検出部までの流路体積 (システムボリューム) に影響し、グラジエント溶離法においては分析条件の変更を余儀なくされる。一方、本製品は、送液ポンプ以前の LC システム最上流に位置する (図 2) ため、システムボリュームに影響せず既存の分析条件の変更は不要である。

(2) LC/MS でも使用可能

本製品の各部材は移動相への溶出成分が限りなく少ないものを選定している。特に活性炭からの溶出物が問題となるが、GLC Suction Filter 2 では溶出成分が限りな

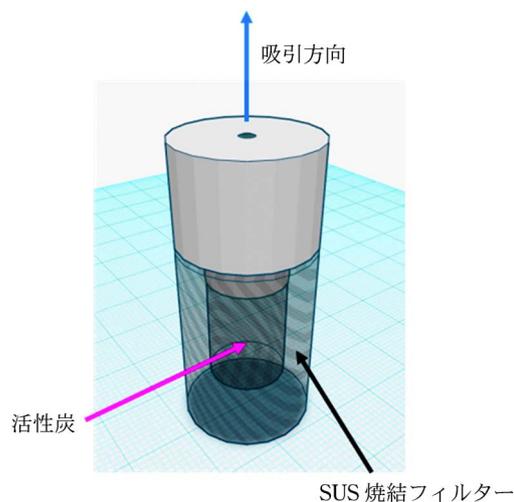


図 1 GLC Suction Filter 2 模式図

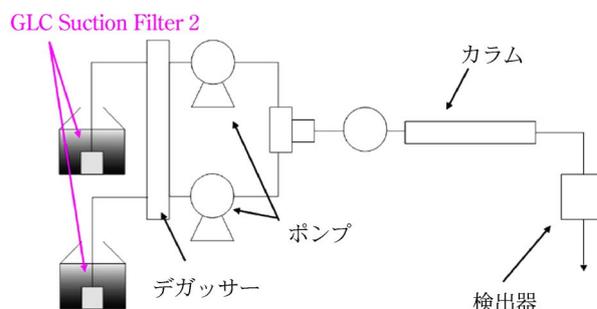


図 2 取付け位置

く少ない高純度活性炭を採用した。その結果、LC/MS でも使用可能な程の低ブリード性能を実現している。

(3) 一般的なサククションフィルタと同等の操作性

内部構造の最適化を図り、通液抵抗が生じにくい設計を実現した。エア噛みが起こりにくく、一般的なサククションフィルタと同等の使用感にて扱える。

GLC Suction Filter 2 の使用により、次のような効果が期待される。

(1) LC システムの汚染防止

LC システムの最上流である移動相をクリーンに保つことで LC システム全体の汚染を防ぐ、ゴーストピークとして分析に直接影響する物質の除去の他、システム内

に蓄積しやすい汚染物質の流入防止も期待できる。

(2) 分析結果の信頼性向上

ゴーストピークの出現は目的成分の同定や定量の妨害を招くため、分析結果の信頼性を損ねる。移動相由来のゴーストピークを除去することで分析結果の信頼性の向上が期待できる。

(3) 解析コストの低減

LCデータを分析データ処理システムによって自動検出した際、ゴーストピークは意図せず検出されてしまうためデータの再解析を余儀なくされる。近年、主に製薬業界においてデータインテグリティ規制強化が進んでおり再解析にかかる労力は増加の一途を辿っている。移動相由来のゴーストピークを減らすことで、解析にかかるコストの低減が期待される。

3 移動相中の汚染物質除去効果 (LC/UV)

3.1 移動相保管により発生した汚染物質除去

超純水は“ハングリーウォーター”とも呼ばれ、多様な物質を溶かしやすい性質をもつ。それ故、採水した瞬間からその汚染リスクを十分に考慮しなければならない。

ポリタンクにて2週間超純水を保管し、それを模擬汚染移動相としてLC/UV分析を行った。図3から、ポリタンクでの長期保管により超純水が汚染されゴーストピークが観測されたが、それらがGLC Suction Filter 2によって除去されていることがわかる。

超純水の汚染リスクをすべてケアすることは難しい。GLC Suction Filter 2を使用することで、汚染による分析への影響を低減できることが示唆された。

3.2 試薬由来の移動相汚染物質除去

図4に、リン酸移動相における試薬由来不純物の除去例を示す。ある試薬メーカーのリン酸(特級グレード)を使用し、0.1%リン酸水溶液を調製した。

リン酸試薬由来のゴーストピークが確認されたが、GLC Suction Filter 2によりそれらのゴーストピークが除去されていることがわかる。

4 有機溶媒移動相中の汚染物質除去効果 (LC/MS)

4.1 アセトニトリル溶媒中の汚染物質除去

アセトニトリルにカフェインを1ppm濃度で溶解させ模擬汚染移動相を調製した。LC/MSを用い、GLC Suction Filter 2によるアセトニトリル中のカフェイン除去効果を評価した(図5)。

図5より、一般的なサクシオンフィルタでは $m/z=195$ [Caffeine+H]⁺及び $m/z=236$ [Caffeine+CH₃CN+H]⁺が検出されているが、GLC Suction Filter 2を使用した場合ではこれらのカフェイン由来のスペクトルは検出されておらず除去されていることがわかる。

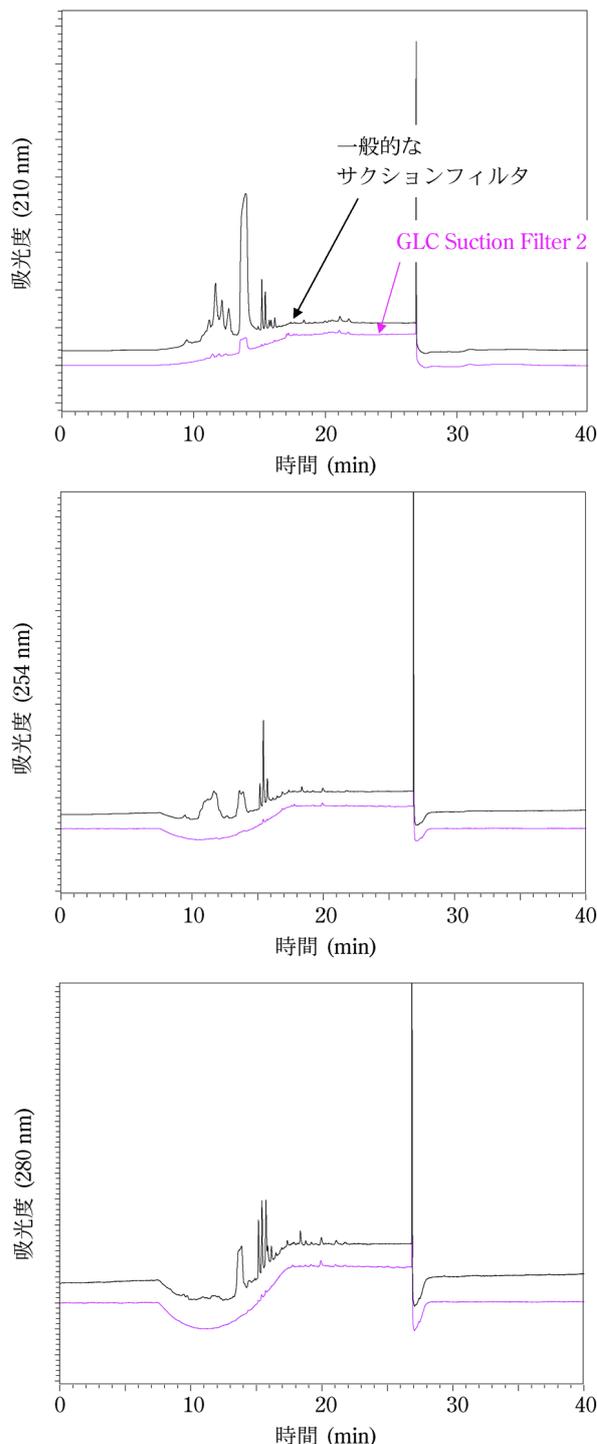


図3 移動相保管により発生したゴーストピークの除去 (UV波長: 210 nm, 254 nm, 280 nm)

測定条件: 装置, Nexera XR_SPD-M20A; カラム, Shim-pack VP-ODS (内径 4.6 mm, 長さ 150 mm, 粒子径 5 μm); 溶離液, A: 超純水 (ポリタンクにて2週間保管), B: アセトニトリル; 移動相の送液, B Conc. 20% (0-5 min.)→95% (15-25 min.)→20% (25.01-40 min.); 流量, 1.0 mL/min; カラム温度, 40°C。

5 おわりに

本稿では、移動相クリーニング機能付きLC, LC/MS用サクシオンフィルタGLC Suction Filter 2について

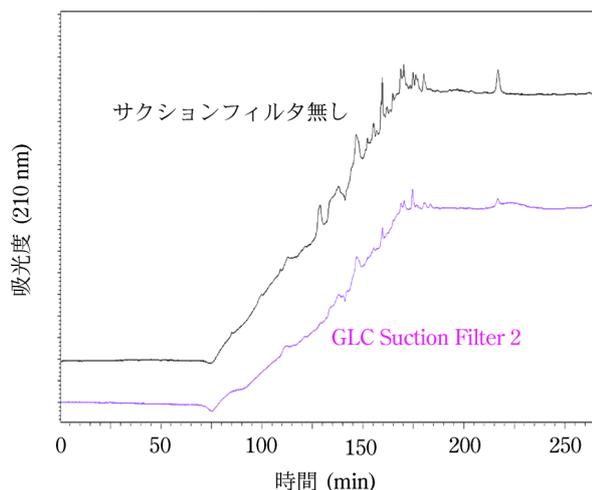


図4 リン酸試薬由来のゴーストピークの除去例
測定条件：装置，Nexera X2 MP_SPD-M20A；カラム，Shim-pack VP-ODS（内径4.6 mm，長さ150 mm，粒子径5 μm）；溶離液，A：0.1%リン酸水溶液，B：アセトニトリル；移動相の送液，B Conc. 20%（0-5 min.）→95%（15-25 min.）→20%（25.01-40 min.）；流量，1.0 mL/min；カラム温度，40℃。

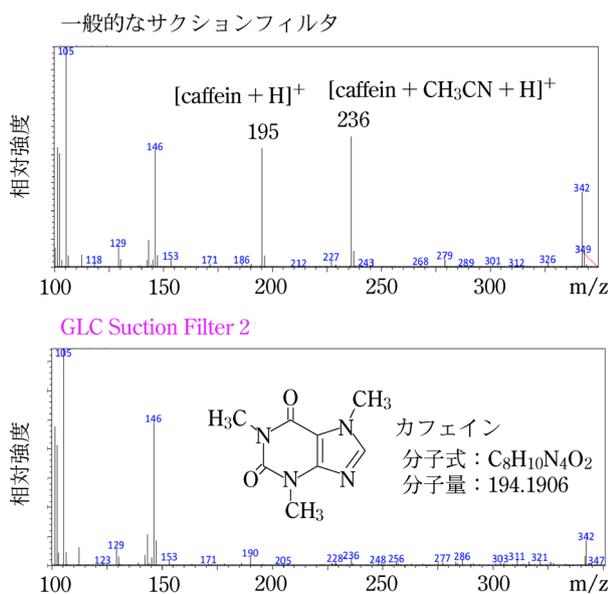


図5 有機溶媒移動相中の汚染物質除去例
LC条件：装置，Nexera X2；溶離液，A：超純水，B：1 ppm カフェインアセトニトリル溶液；流量，0.2 mL/min；カラム温度，40℃。MS条件：装置，LCMS-2020；イオン化法，ESI（+）；ネブライザーガス流量，1.5 L/min；ドライイングガス流量，15 L/min；DL温度，250℃；ヒートブロック温度，400℃。

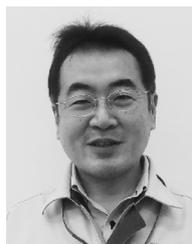
で紹介した。GLC Suction Filter 2を使用することにより，移動相中汚染物質に基づくシステム汚染やゴーストピークの発生を未然に防ぐことが可能となる。ゴーストピークに悩まされるクロマトグラファーは多くいると思われる。GLC Suction Filter 2がその悩みの種を取り除く一助となれば幸いである。

文 献

- 1) 福澤興祐，村越幹昭，山口 努，浅川直樹，佐藤友紀：“微量分析のためのファーストイナート LC カラムと高機能性サクシオンフィルターの開発”，第29回クロマトグラフィー科学会議，(2018)。
- 2) 島津製作所 HPLC 技術情報誌“LC Talk” Vol. 112，p7 (2020)。



宮嶋見輔 (Kosuke MIYAJIMA)
株式会社島津ジーエルシー（〒259-1304 神奈川県秦野市堀山下 380-1）。
E-mail : miyajima-ko@glc.shimadzu.co.jp



山口 努 (Tsutomu YAMAGUCHI)
株式会社島津ジーエルシー（〒259-1304 神奈川県秦野市堀山下 380-1）。
E-mail : t_yamaguchi@glc.shimadzu.co.jp



福澤興祐 (Kosuke FUKUZAWA)
株式会社島津ジーエルシー（〒259-1304 神奈川県秦野市堀山下 380-1）。
E-mail : fukuzawa@glc.shimadzu.co.jp



佐藤友紀 (Yuki SATO)
株式会社島津ジーエルシー（〒259-1304 神奈川県秦野市堀山下 380-1）。
E-mail : y-sato@glc.shimadzu.co.jp