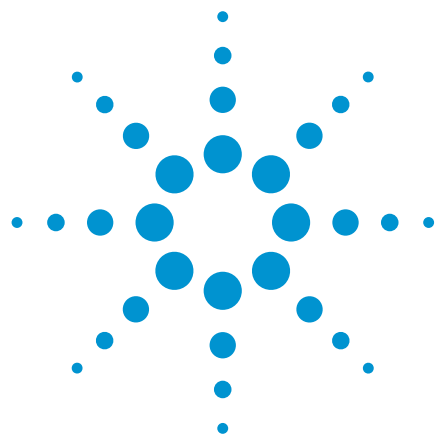




Agilent Poroshell 120 EC-C18、1.9 μm カラムでの 8 種類のベンゾジアゼピンの 分離

アプリケーションノート

低分子医薬品

著者

Anne Mack
Agilent Technologies, Inc.

概要

8 種類のベンゾジアゼピンを、ギ酸とアセトニトリルのグラジエントを使って Agilent Poroshell 120 EC-C18、2.1 $\times$ 150 mm、1.9 μm カラムで分析します。構造的に類似した 8 種類の化合物は、2.2 の最小分解能で、5 分でベースライン分離されました。



Agilent Technologies

はじめに

表面多孔質粒子 LC カラムは、液体クロマトグラフィーでよく使用されるツールです。これらのカラムは全多孔質粒子カラムの同等製品と比べて、低圧で高効率です [1]。この主な理由は、表面多孔質粒子カラムのほうが物質移動距離が短く、カラム内の粒子サイズ分布が実質的に狭いためです [2]。表面多孔質粒子を使用する場合は、粒子サイズを小さくして効率を上げる方法が現在の主流になっています。効率の向上によって、分析速度が上がります。あるいは、分解能と感度が上がりより良い成果を得ることができます。

このアプリケーションノートでは、Agilent Poroshell 120 EC-C18、1.9 μm カラムの UHPLC 性能と、密接に関連する 8 種類の化合物のベースライン分離機能について説明します。

表 1. UHPLC システム構成

Agilent 1290 Infinity LC システム構成

Agilent 1290 Infinity バイナリポンプ (G4220A)	35 μL 溶媒ミキサー : Agilent Jet Weaver、35 μL/100 μL (G4220-60006)
Agilent 1290 Infinity 高性能オートサンブラ (G4226A)	シートアセンブリ、超低分散、Agilent 1290 Infinity オートサンブラ用 (G4226-87030) オートサンブラとヒーター : キャピラリー、ステンレス、0.075 × 220 mm、SV/SLV (5067-4784) バイアル、スクリュートップ、茶色、ラベル付、認証済み、2 mL、100 個 (5182-0716) ふた、ネジ、青色、PTFE/赤色シリコンセプタム、100 個 (5182-0717) バイアルインサート、250 μL、ガラス、樹脂足付、100 個 (5181-1270)
Agilent 1290 Infinity サーマスタット付カラムコンパートメント (G1316C)	熱交換器、低分散、1.6 μL、ダブル (G1316-60005) ヒーターとカラム: A-Line クイックコネクトフィッティングアセンブリ、105 mm、0.075 mm (5067-5961) カラムとフローセル: キャピラリー、ステンレス、0.075 × 220 mm、SV/SLV (5067-4784)
Agilent 1290 Infinity ダイオードアレイ検出器 (G4212A)	超低分散 Agilent Max-Light フローセル、10 mm (G4212-60038)
Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition リビジョン C.01.05 [35]	G4220A: B.06.53 [0013] G4226A: A.06.50 [003] G1316C: A.06.53 [002] G4212A: B.06.53 [0013]
Agilent LC カラム	Agilent Poroshell 120 EC-C18、2.1 × 150 mm、1.9 μm (693675-902)

表 2. UHPLC メソッドパラメータ

カラム	移動相	流量 (mL/min)	移動相の組成	注入量 (μL)	サンプル	カラムコンパート メント (° C)	ダイオード アレイ検出器
Agilent Poroshell 120 EC-C18、 2.1 × 150 mm、1.9 μm	A) 0.4 % ギ酸水溶液	0.5	36 % B イソクラディック	0.5	Cerilliant B-033 8 種類のベンゾジアゼピン 混合物、アセトニトリル中の 各成分は 250 μg/mL、構造に ついては図 1 を参照	20	254 nm、80 Hz
	B) アセトニトリル						

実験方法

この実験では、Agilent 1290 Infinity LC システムを使用しました。システム
の標準構成を変更して、システムボリュームと分散を大幅に減らしまし
た。表 1 は構成の詳細と、この実験で使用した Agilent LC カラムを示して
います。表 2 は LC メソッドパラメータを示しています。

この実験で分析した 8 種類のベンゾジアゼピンは、Cerilliant から混合成
分溶液として購入しました。これらの構造については図 1 を参照してくだ
さい。ギ酸は Sigma-Aldrich から購入しました。アセトニトリルは Honeywell
(Burdick and Jackson) から購入しました。用いた水は Milli-Q システム
(Millipore) の 0.2 μm ろ過水 18 MW です。

結果と考察

図 2 は、Poroshell 120 EC-C18、 2.1×150 mm、 $1.9 \mu\text{m}$ カラムでの 8 種類のベンゾジアゼピンの分離を示しています。すべての化合物は、最小分解能 2.2 にて、5 分間でベースライン分離されました。このベンゾジアゼピン類は構造的に非常に似ているため (図 1)、分離は困難でしたが、Poroshell 1.9 μm カラムの効率と分解能は、このサンプルを分離するには十分でした。

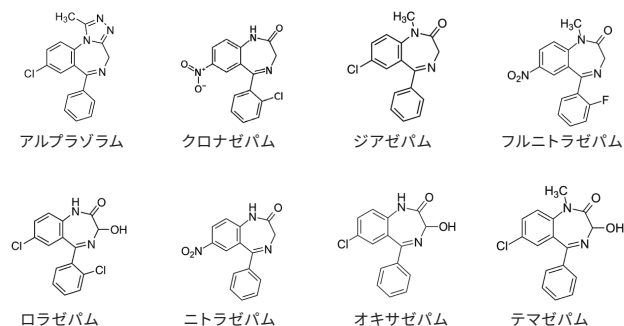


図 1. 対象化合物

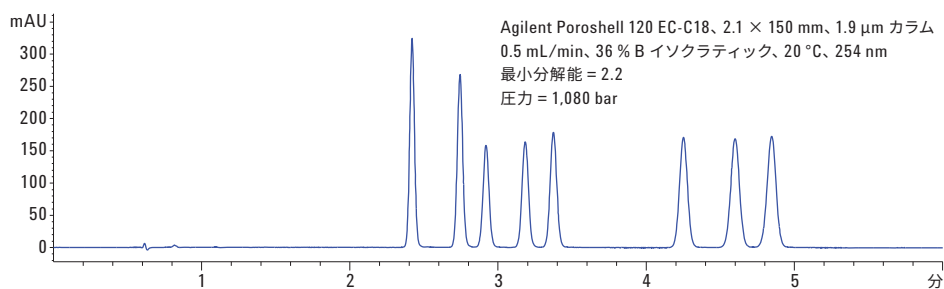


図 2. Agilent Poroshell 120 EC-C18、 $1.9 \mu\text{m}$ カラムでのベンゾジアゼピン類の分離

結論

Agilent Poroshell 120 EC-C18、 $1.9 \mu\text{m}$ カラムを使用して、8 種類のベンゾジアゼピンの分離に成功しました。この小さい粒子の表面多孔質カラムは非常に効率が高いため、密接に関連した化合物を 2.1×150 mm カラムでベースライン分離する分解能を実現しました。

参考文献

1. A. Gratzfield-Huguen, E. Naegele. Maximizing efficiency using Agilent Poroshell 120 Columns. *Agilent Technologies Application Note*, publication number 5990-5602EN, **2016**.
2. V. R. Meyer. *Practical High Performance Liquid Chromatography*. Fourth Edition, p. 34. Wiley (2004).

詳細情報

本文書のデータは代表的な結果を記載したものです。

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト www.agilent.com/chem/jp をご覧ください。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カスタマコンタクトセンタ

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2016

Printed in Japan, October 18, 2016

5991-7539JAJP



Agilent Technologies