

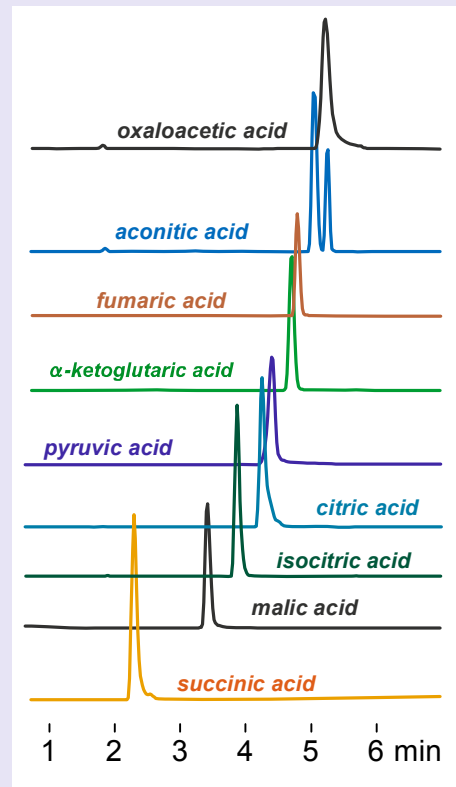
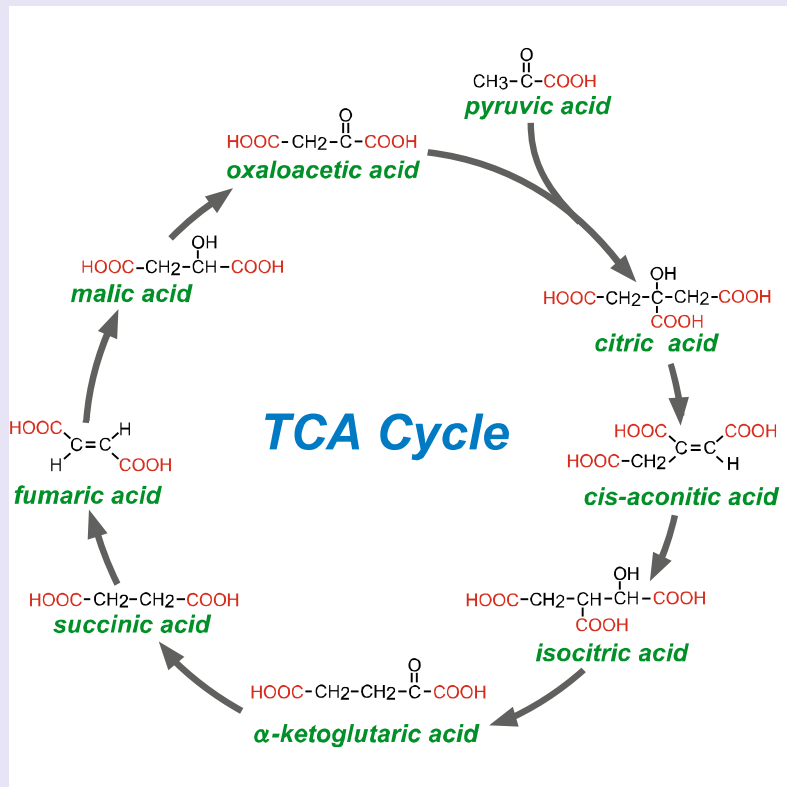
LC-MS用有機酸分析カラム

イントラダ
Intrada Organic Acid

有機酸を誘導体化することなくLC-MS分析ができます
 カルボン酸以外の有機酸も分析できます※)
 一般的な有機酸は10分以内に測定ができます
 1分以下のハイスループット分析用カラムも用意されています

高純度球状3μmシリカ / 有機酸分析専用固定相 (イオン交換モード, 順相モード)

クエン酸回路の非誘導体化LC-MS分析



クエン酸回路を構成するトリカルボン酸やジカルボン酸は、以下の理由によりHPLC分析が困難でした。

- 極性が極めて高く、逆相カラムでは保持しにくい
- 複数の解離基を制御することが困難な多価酸は、シャープなピーク形状が得にくい
- UV吸収が小さいために、直接検出が難しい
- 電気電導度検出はイオン交換モード(グラジエント溶出)に適さない
- プレカラム/ポストカラム誘導体化法はHPLCシステム構成が煩雑になる

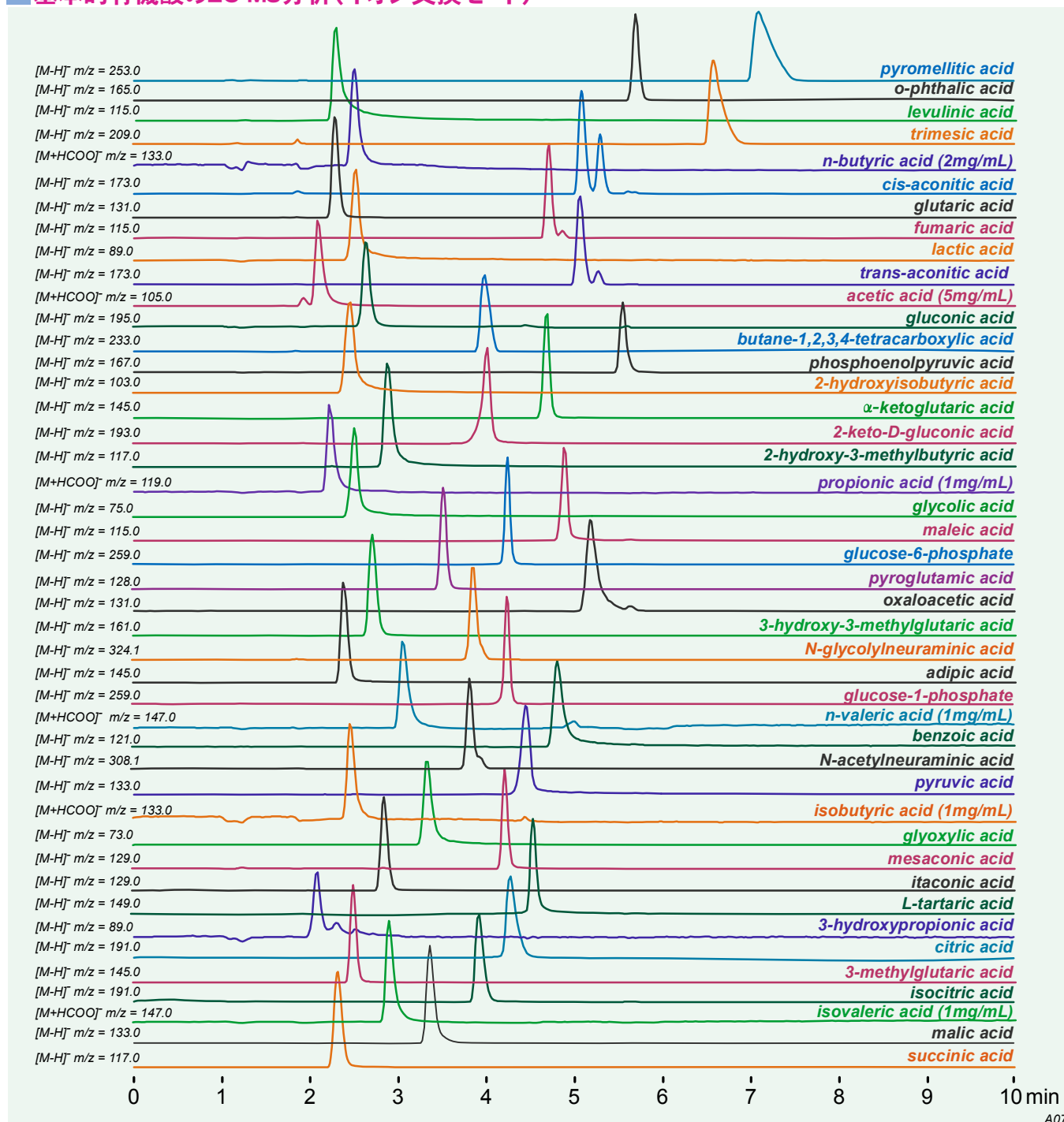
近年普及しつつある汎用LC-MSを用いることで、簡便かつ選択的な有機酸分析を可能にする画期的な分析カラムを開発しました。シリカ系カラムとしては世界初の有機酸分析専用カラムです。煩雑な誘導体化を不要とし、10分でほとんどの有機酸をLC-MS分析することができます。

※) 異性体を含むすべての有機酸の分析を保証するものではありません。アミノ酸やペプチドなどの双性イオンは対象外です。

一般的有機酸が10分以内で分析できます

Intrada Organic Acid は、多様な構造からなる有機酸に適用するための固定相表面設計の工夫がなされたLC-MS用カラムです。弱酸から強酸まで広範囲な有機酸に対応します。しかもほとんどの有機酸を10分以内に溶出させることができます。

基本的有機酸のLC-MS分析(イオン交換モード)



A07

基本的分析条件(イオン交換モード)

Intrada Organic Acid, 150 x 2 mm
 A: acetonitrile / water / formic acid = 10 / 90 / 0.1
 B: acetonitrile / 100mM ammonium formate = 10 / 90
 0%B (0-1min), 0-100%B (1-7min), 100%B (7-10min)
 0.2mL/min, 37°C, MS (ESI, SIM, Negative)
 5 μ L (100 μ g/mL in 0.1% HCOOH)

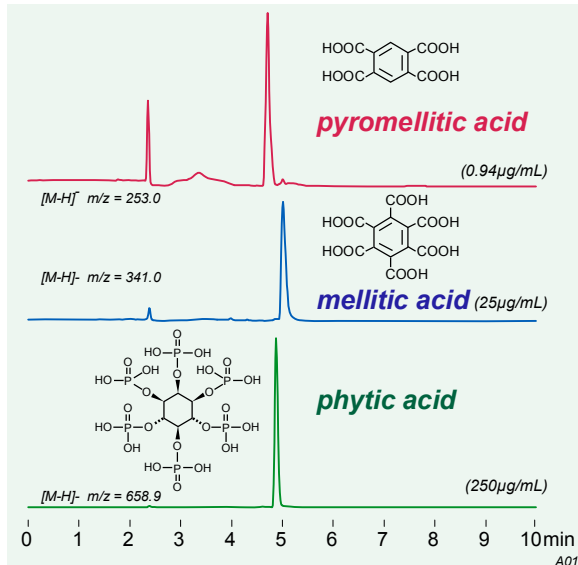
有機酸構造は多岐にわたっています。モノ,ジ,トリカルボン酸の他、ヒドロキシカルボン酸、ケト酸、芳香族カルボン酸、さらにはスルホン酸や硫酸、リン化合物など多くの種類があり、これらすべてを分離分析することはかなり困難です。

Intrada Organic Acid カラムの設計では、各種有機酸のアニオン性と極性に注目し、LC-MSに適應する揮発性移動相を用いた吸脱着の最適化を念頭に置きました。その結果、多様な有機酸構造にほぼ対応できる固定相の開発に成功しました。

Intrada Organic Acidは、有機酸を誘導体化することなく直接LC-MS分析できる、シリカ系としては世界初のLC-MS用カラムです。

多様な有機酸構造に対応しています

多価酸やポリカルボン酸のLC-MS分析(順相モード)

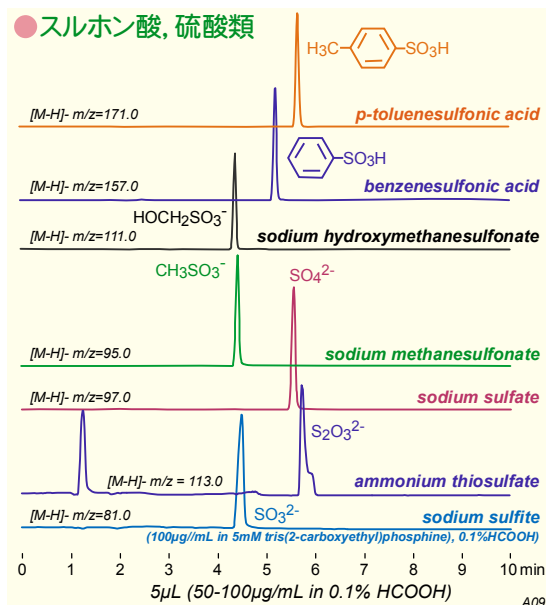


Intrada Organic Acid カラムは、弱酸に最適な固定相表面として基本設計がなされています。このため、多価酸やポリカルボン酸などのイオン性の強い酸は、イオン交換モードによる分析条件では溶出が困難な場合があります。この課題を解決するために、中性pH条件における順相モードを用いて、ほとんどの有機酸を溶出できるような工夫をおこないました。従来のポリマー系イオン交換カラムとは異なり、Intrada Organic Acid カラムは、有機溶媒濃度変化に対して強度の高いシリカ系カラムです。Intrada Organic Acid カラムは多様な有機酸の分析に対応します。

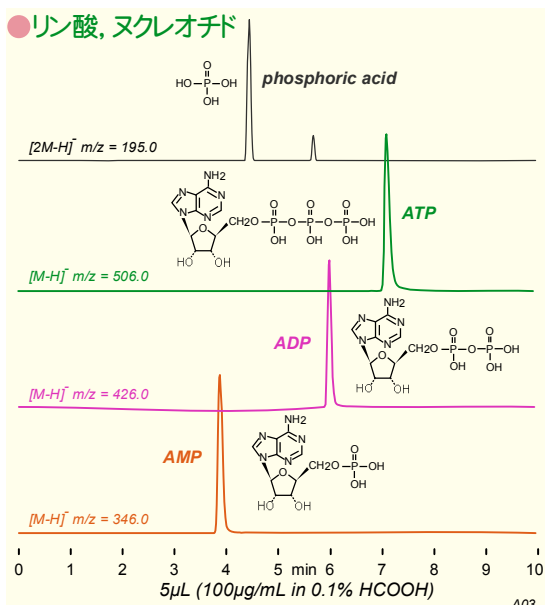
基本的分析条件(順相モード)

Intrada Organic Acid, 150 x 2 mm
A: acetonitrile / 100mM ammonium acetate = 95 / 5
B: acetonitrile / 100mM ammonium acetate = 10 / 90
0%B (0-1min), 0-100%B (1-4min), 100%B (4-10min)
0.2 mL/min, 37 °C, MS (ESI, SIM, Negative)
5 μ L (50mM AcONH₄ solution)

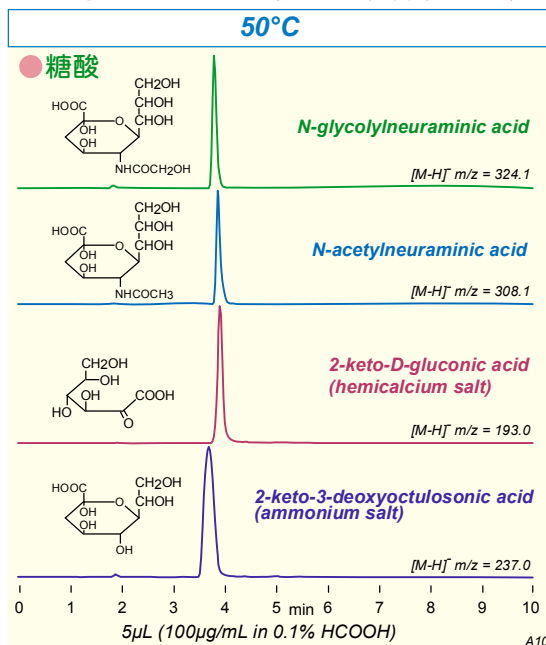
基本的分析条件(イオン交換モード)によるカルボン酸以外の有機酸のLC-MS分析



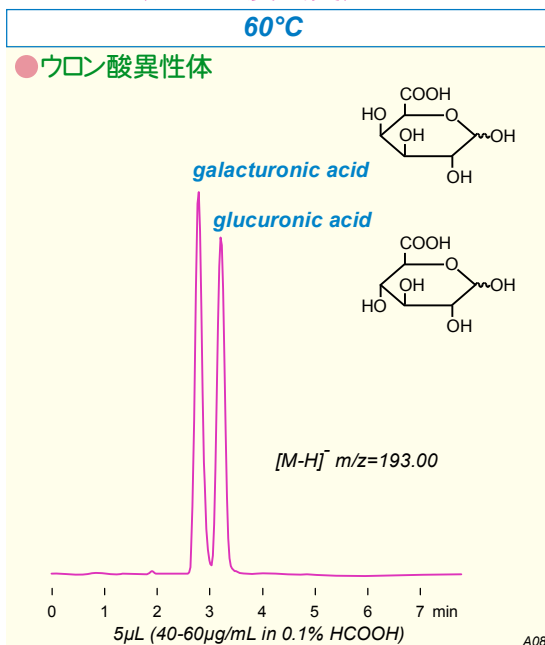
Intrada Organic Acidカラムは、カルボン酸のような代表的な有機酸だけでなく、硫酸やスルホン酸などの強酸や多価酸も、イオン交換モードとMS検出によって、簡単に分析することを可能にします。さらにライフサイエンスで重要なリン酸化合物も同様に分析できます。リン酸の数異なるヌクレオチドは逆相保持が困難な対象物ですが、本カラムを用いればいずれも短時間分析が可能です。しかもイオンクロマトグラフィーが主流であるリン酸そのものも分析することができます。



基本的分析条件(イオン交換モード)による糖質有機酸のLC-MS分析(分析温度変更)



Intrada Organic Acidカラムは、イオン交換モードにより酸性糖を簡単に分析することができます。ただし還元末端のアルデヒド構造に起因するアノマー互変異性により、通常の実験条件では2ピークになりがちです。このため本カラムによる還元糖の分析においては基本的分析条件(イオン交換モード)に加えて、分析温度を50-60°Cに高めることが望まれます。これによりグルクロン酸とガラクトuron酸のような構造異性体(エピマー)も分離が可能となります。

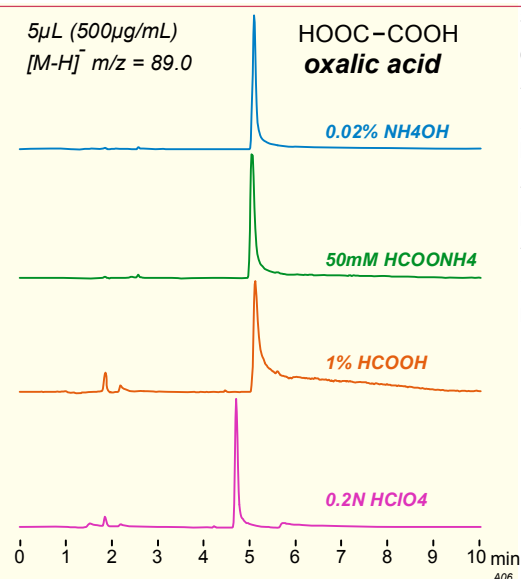


試料溶媒と前処理の重要性

有機酸の解離基の数やpKaによっては、試料溶解溶媒(特にpH)の検討が必要となります。また実試料の場合、タンパク質などの極性高分子と有機酸を分離する前処理が重要となります。

試料溶解溶媒pHの影響

基本的分析条件(イオン交換モード)



シュウ酸(pKa 1.2, 4.2)やメチルマロン酸(pKa 3.1, 5.7)のようなpKaの大きく異なるようなジカルボン酸は、通常のギ酸溶液では解離制御が困難なため、良好なピーク形状が得られないことが懸念されます。この場合、溶解溶媒をより低pH(過塩素酸)や高pH(アンモニア)にすることで、解離を安定化できる可能性があります。対象物の解離基の数とpKaに応じた溶解溶媒の検討が重要です。

試料前処理例(限外ろ過)

有機酸を含む実試料の前処理はかなり難しい課題です。一例としては以下のように、試料を適切なpH溶媒で希釈し、遠心限外ろ過(排除限界MW 3000Da)により、高分子を除去する方法が考えられます。また、除蛋白を兼ねた終濃度0.2N 過塩素酸溶液を遠心(13,000rpm, 5min)して、上清を注入試料溶液とすることも一案です。

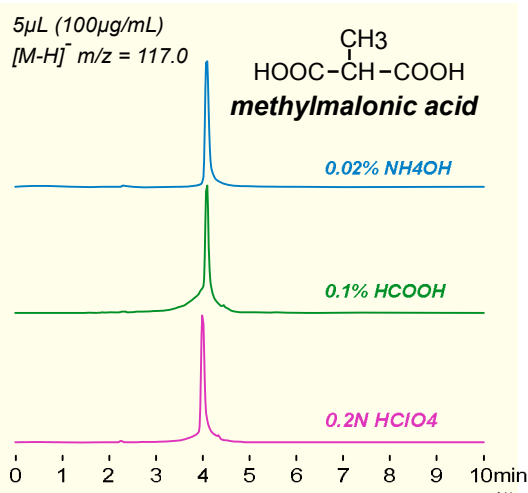
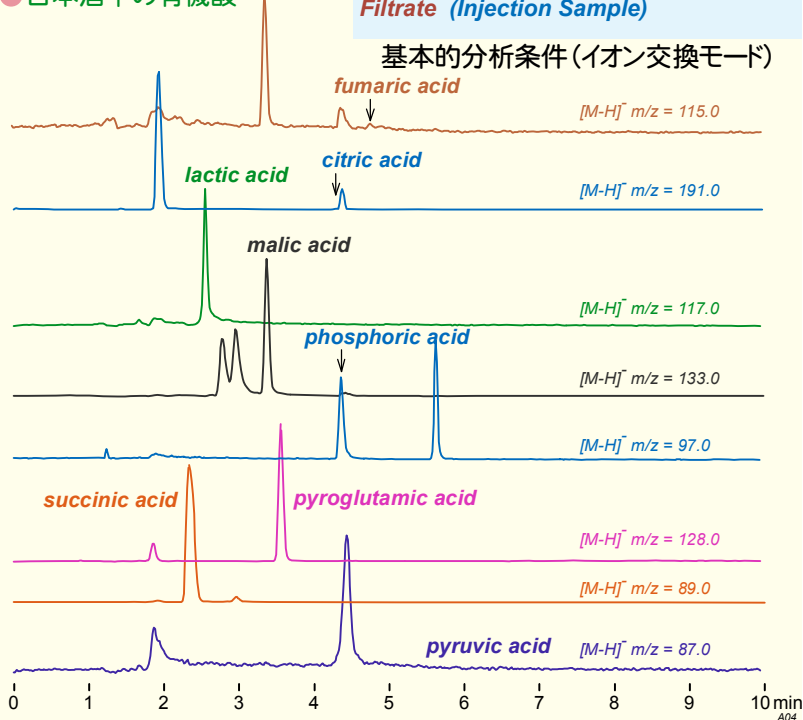
Japanese Sake

← 20-fold dilution with 0.1% HCOOH

← Centrifugal Ultrafiltration (Amicon, 3000 NMWL)

Filtrate (Injection Sample)

● 日本酒中の有機酸



ご注意

- 本製品は、LC-MS専用の有機酸分析用カラムです。グラジエント溶出が必須であるため、UV検出器や電気電導度検出器は使用することができません。またELSDも物質同定が困難であることからおすすめできません。
- 本製品は、異性体などを含むすべての有機酸の分離を保証するものではありません。
- 分析感度は化合物構造や質量分析装置性能に依存します。特に脱溶媒温度はMS感度に影響します。
- ピーク形状は試料マトリクスの影響を受ける場合があります。試料前処理や試料溶解溶媒、移動相条件を工夫する必要があります。
- ガードカラムはメタルフリーではありません。イオン抑制や配位性を示す化合物にはガードカラムはおすすめできません。

製品情報

主な仕様: 粒子径3 μ m球状シリカゲル, 固定相:有機酸分析用(イオン交換), 耐圧:30MPa, メタルフリーカラム

カラム名	カラムサイズ	ガードカラム
イントラダ Intrada Organic Acid	30x2mm, 50x2mm, 75x2mm, 100x2mm, 150x2mm, 250x2mm	ガードホルダー / カートリッジカラム
		ご注意: ガードカラムはメタルフリーではありません 金属イオンと相互作用しやすい有機酸には適用できません。

取扱店

Imtakt
インタクト株式会社

ホームページにおいでください。
最新情報があります。

www.imtakt.com
〒600-8813 京都市下京区中堂寺南町 京都リサーチパーク
PHONE:075-315-3006 FAX:075-315-3009 E-mail: info@imtakt.com