

# 23PO-am105

## L-column3 によるアルカリ性移動相を用いた分析法開発

○小幡 友貴<sup>1</sup>, 中野 裕太<sup>1</sup>, 坂牧 寛<sup>1</sup> (<sup>1</sup>一般財団法人化学物質評価研究機構)

【目的】現在、逆相 HPLC 分析ではシリカ基材を用いたカラムが最も汎用されている。しかし、シリカ基材はアルカリ性溶液に簡単に侵食されるため、シリカ系カラムの使用可能な移動相の pH 範囲は制限される。そこで、我々は pH1~12 の移動相が使用可能な化学的耐久性を持つカラム **L-column3** を開発した。今回はこの **L-column3** を用いたアルカリ性移動相による分析において特に有用な結果を得た分析手法を紹介する。

【方法】デュロキセチンを酸性、中性及びアルカリ性移動相で分析し、高負荷時のピーク形状を確認した。さらに、内径 10 mm の **L-column3** セミ分取カラムを作製し、アルカリ性移動相において分取精製を行った。茶葉マトリックスに農薬 117 種を添加し、アルカリ性移動相を用いて一斉試験法に準拠した LC/MS/MS 分析を行った。

【結果及び考察】アルカリ性移動相下でデュロキセチンを高負荷させた時のピーク形状は、酸性や中性条件と比べて非常にシャープであった。アルカリ性移動相によりデュロキセチンの解離を抑えることで疎水性が高くなり負荷量が増加したものと考えられる。セミ分取カラムにスケールアップすることにより、1 回の精製で高純度なデュロキセチン約 10 mg を得ることができた。アルカリ性移動相を用いた茶葉中の残留農薬の LC/MS/MS 分析では、農薬 117 種のうち 95%について S/N が平均 3.2 倍向上した。