

同一化合物の標準品がない場合でも 未知微量成分のLC半定量が可能です

LC/UVやLC/MSにおける定量では、標準品が同一化合物でない場合、ターゲットとの感度差が大きく、これまで対応が困難だった。荷電化粒子検出器(CAD: Corona Aerosol Detector, ユニバーサル検出器)を用いることで、化合物の化学構造に依存しない応答性を有することから、ターゲットと同一化合物の標準品が入手困難な場合でも、有機微量成分(難揮発性成分)の半定量分析が可能になった。

荷電化粒子検出器の特徴

- ✓ HPLCカラム溶出物の噴霧・気化により生成した粒子を検出
- ✓ あらゆる難揮発性成分(沸点350°C以上)を検出
- ✓ 化学構造に依存しない一貫した応答性(±30%)
=標準品として同一化合物を用いなくても半定量可能*
- ✓ 検出下限: 測定溶液中 数ug/mL程度(数ng程度)
=ELSDの約10倍 高感度

同一の標準品がない有機成分の(半)定量方法例

含有量 %以上 (主成分)	内標添加 ¹ H NMR (ピーク識別ができた場合)	溶媒分画-重量法 など
含有量 %未満 (微量成分)	GC/FID(揮発性成分)※熱に不安定な化合物除く LC/CAD(難揮発性成分)	

※溶出位置での移動相組成による感度差を補正して実施

異なる標準品を用いたLC/CADによる分子量分布を有する成分の半定量分析(LC/MSとの比較)

- ・2種類のポリエチレングリコール(PEG)の検量線をLC/MS, LC/CADでそれぞれ作成
→鎖長の異なるPEGの半定量値を算出、真値とのずれを評価

[LC/MS半定量結果(真値を100%として)]

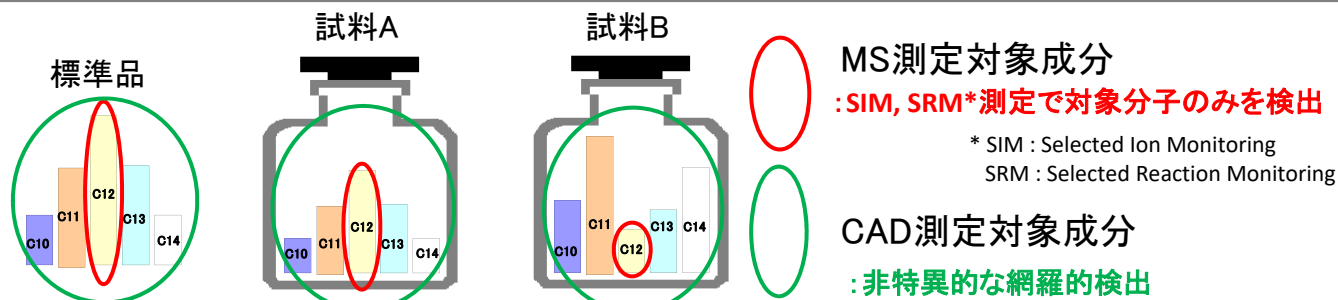
分析対象 標準品	<chem>HO(CH2CH2O)10OH</chem>	<chem>HO(CH2CH2O)18OH</chem>
<chem>HO(CH2CH2O)10OH</chem>		26%
<chem>HO(CH2CH2O)18OH</chem>	395%	

↑イオン化効率が分析対象と標準品で異なる

[LC/CAD半定量結果(真値を100%として)]

分析対象 標準品	<chem>HO(CH2CH2O)10OH</chem>	<chem>HO(CH2CH2O)18OH</chem>
<chem>HO(CH2CH2O)10OH</chem>		102%
<chem>HO(CH2CH2O)18OH</chem>	120%	

LC/MSでは、標準品が異なると定量値のずれが大きいが、LC/CADでは標準品が異なっても半定量可能



[分子量分布を有する成分の測定対象イメージ比較(LC/MS, LC/CAD)]

<MS定量の長所> SIM, SRM測定により、特定の1分子を測定対象として高感度検出が可能

<CAD定量の長所> 成分間感度差が少なく、同一の標準品を用いなくても半定量が可能

測定対象の分子量分布が、標準品と異なっても、網羅的に検出・半定量が可能

このようなHPLC分析で、CADの検出器が有効です

- ✓ 複数成分を網羅的に半定量したい場合
- ✓ 対象が変性物や劣化物で標準品がない場合
- ✓ 他社品などで標準品が入手困難な場合
- ✓ RI, ELSDより高感度での検出が必要な場合