[TECHNOLOGY BRIEF]

eXtended Performance（XP）カラムを用いた分離の向上

Mia Summers, Kenneth Berthelette, and Kenneth J. Fountain

目的

困難な分離において、従来の HPLC 粒子径カラムに対し 2.5 µm ***XP*** カラムでの分離改善を実証すること

背景

粒子径の小さいカラムに分析法を移管することで迅速な分析が行えることは広く認められています。分析法を粒子径の小さいカラムにそのまま移管すると、おそらく分離も向上します。しかしながら、粒子径が小さくなると、カラムの背圧は高くなります。粒子径 2 µm 以下のカラムの使用には UPLC システムが必要ですが、HPLC 分析法の 2.5 µm e***X***tended ***P***erformance（***XP***）カラムへの移管では、分離における大きな利点を HPLC でも実現できます。これは複雑な混合物の分離に対して特に有益で、小さい粒子径のカラムを用いることで得られる高い分離能により、カラムや分析時間を長くすることなく不純物やターゲット化合物の同定を可能にします。

eXtended Performance（XP）カラムを用いて類縁物質の分離能を向上

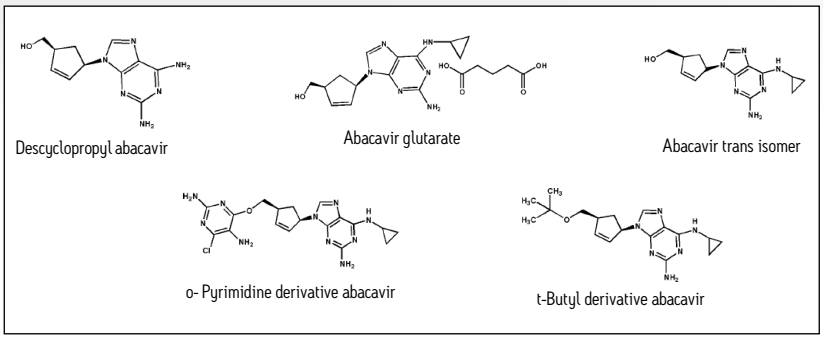

図1　USP 類縁物質混合物中のabacavir 成分

abacavir の類縁物質混合物を用いて 2.5 µm ***XP*** カラムによる分離向上の例を示しました。abacavir は抗 HIV 治療に用いるヌクレオシド逆転写酵素阻害薬です。類縁物質の混合物には、主要成分 abacavir（ここではグルタル酸エステルとして表記）を含む 5 種類の成分が含まれています（図 1）。abacavir とそのトランス異性体との分離は特に困難です。ここでは、粒子径 3.5 µm のカラムと高効率の 2.5 µm ***XP*** カラムを比較して、Abacavir と類縁物質との分離を全体的に向上できることを実証しました。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

ソリューション

HPLC での詳細に渡る分析法開発を最小限に抑えて類縁物質を適切に分離するには、高い分離能をもつ高効率のカラムを使用する必要があります。***XP*** カラムは UPLC カラムハードウェアに 2.5 µm 充填剤を高圧下で充填しています。2.5 µm ***XP*** カラムの背圧は HPLC のシステムにおける使用も可能です。

XP カラムを用いた性能向上を示すために、abacavir の類縁物質混合物を 3.5 µm XSelect® CSH™ C_{18} カラムを用いて分析を行い、同じカラムケミストリー、カラムサイズの 2.5 µm ***XP*** カラムで同じ分析法を用いて分析を行いました。分離の比較を図 2 に示しました。

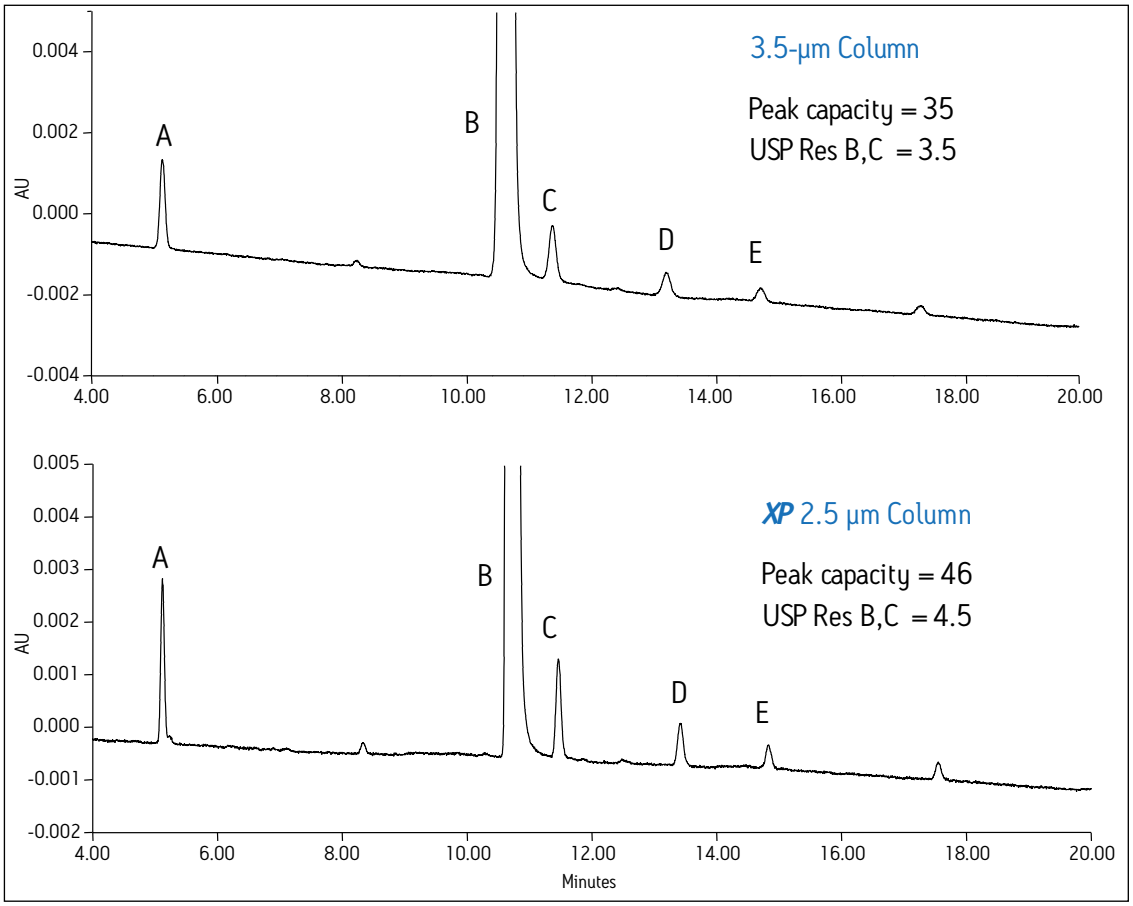

図 2 abacavir 類縁物質の分離。eXtended Performance（XP）カラムを用いた試験性能の向上を実証。A) Descyclopropyl abacavir, B) Abacavir glutarate, C) 1R,4R Trans abacavir, D) o-Pyrimidine abacavir, E) t-Butyl abacavir.

この例では、3.5 µm のカラムから 2.5 µm ***XP*** カラムに変更しただけで、分離全体のピークキャパシティが 31% 向上、ピーク高さが最大 42%まで向上と顕著な性能改善が見られました。ここでは、近接して溶出する abacavir とトランス abacavir の分離度が 28% 向上しています。この例では ***XP*** カラムを用いることで感度および分離を向上でき、結果として不純物などターゲット化合物の同定および定量をより正確に行える可能性を示しています。

まとめ

HPLC 分析法を 2.5 µm ***XP*** カラムに移管することで、分離および感度の向上を達成できます。ここでは abacavir 類縁物質の分析法を用いて、3.5 µm のカラムから 2.5 µm ***XP*** カラムに変更することで、分離全体のピークキャパシティを 31% 向上、ピーク高さは最大 42%まで向上、分離度については 28% の向上が認められました。***XP*** カラムを用いることで、既存 HPLC システムで分離性能を最大化し、更なる分析法開発の必要性を減らして、費用効率の高い資産活用を促進します。

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.®

日本ウォーターズ株式会社 www.waters.com
東京本社 〒140-0001 東京都品川区北品川1-3-12第 5 小池ビル TEL 03-3471-7191 FAX 03-3471-7118
大阪支社 〒532-0011 大阪市淀川区西中島5-14-10 サムティ新大阪フロントビル11F TEL 06-6304-8888 FAX 06-6300-1734
ショールーム 東京 大阪
テクニカルセンター 東京 大阪 名古屋 福岡 札幌

Waters、UPLC、XSelect および The Science of What' s Possible は Waters Corporation の登録商標です。
CSH は Waters Corporation の商標です。
その他すべての登録商標はそれぞれの所有者に帰属します。

©2013 Waters Corporation. Printed in Japan. 2013年9月 720004706JA PDF