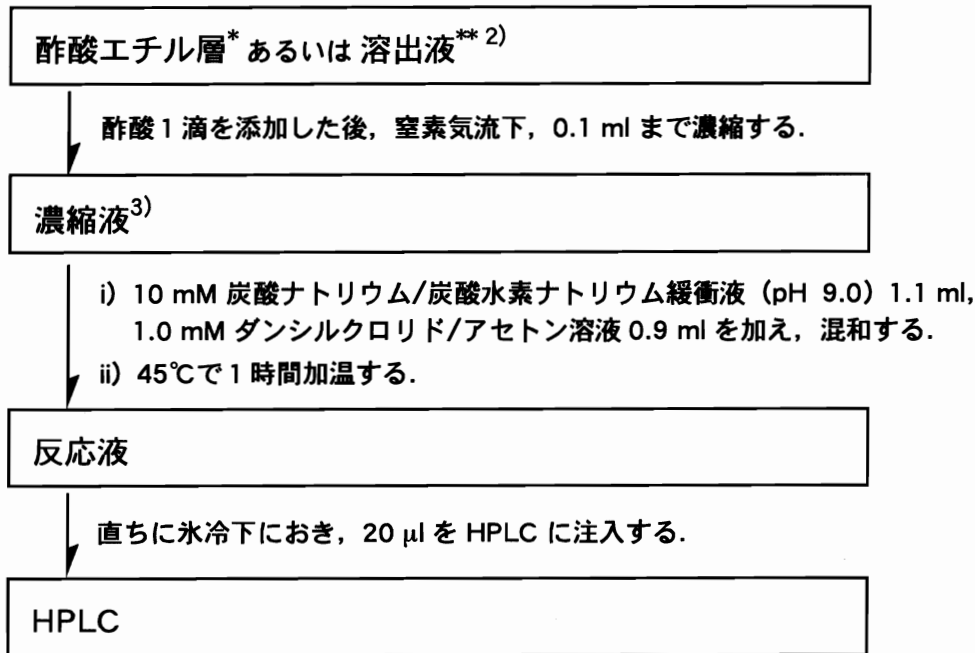


## (2) 高速液体クロマトグラフィー (HPLC)<sup>1)</sup>

### i) 誘導体化



#### 【注 解】

- 1) 抽出はガスクロマトグラフィーの項の液-液抽出および固相抽出に従って行う。
- 2) GC, GC/MS の項, 液-液抽出の酢酸エチル層あるいは固相抽出の溶出液。
- 3) 誘導体化を行わない場合は, 乾固した残渣をそのまま移動相に溶解し, 分析試料とする。誘導体化を行う場合は, 上記の手順をとる。

### ii) HPLC の条件 (非誘導体化)

装 置	: 高速液体クロマトグラフ
検出器	: 紫外可視検出器
カラム	: Finepak SIL C18T <sup>1)</sup> , 25 cm x 4.6 mm i.d., 粒径 5 µm
移動相	: アセトニトリル/0.05 M 酢酸アンモニウム-0.2% 酢酸 (1 : 1, v/v) <sup>2)</sup>
カラム温度	: 室温
流 速	: 1.0 ml/min
測 定	: 波長 254 nm ; 時間 25 min

#### 【注 解】

- 1) ODS (オクタデシルシラン系シリカゲル). 近年, 塩基性化合物専用のカラムや光学分割カラムなど, 多種のカラムが市販されており, 各社のアプリケーションデータを参考にして使い分けると便利である。
- 2) 移動相は, 酢酸アンモニウム 3.85 g および酢酸 2 ml に水を加えて 1,000 ml にした溶液と, アセトニトリルとを 1 : 1 (v/v) の割合で混合する。移動相として, メタノール系も使用されているが, 一般にメタノール系はカラム内圧が高くなるため, カラムの寿命を短くする。
- 3) MA の検出下限は 1 µg/ml である。

## 【文献】

1. 高山成明 他. 衛生化学 1984 ; 30 : 14-18.

## iii) HPLC の条件 (誘導体化)

装置	: 高速液体クロマトグラフ
検出器	: 蛍光検出器
カラム	: Spheri-5RP-18, 3 cm x 4.6 mm i.d. (ガードカラム) + Inertsil ODS-2, 25 cm x 4.6 mm i.d.
移動相	: アセトニトリル/1mM イミダゾール液 (pH 7.0) (7 : 3, v/v) <sup>1)</sup>
カラム温度	: 室温
流速	: 1.0 ml/min
測定	: 波長 Ex (励起) 470nm, Em (蛍光) 530nm ; 時間 約 25 min

## 【注解】

- 1) 移動相は, イミダゾール 68 mg を水に溶かして 1,000 ml とし, 酢酸で pH を 7 に調整する. pH を調整した水溶液と, アセトニトリルとを 30 : 70 (v/v) の割合に混合する.
- 2) MA の検出下限は 50 fmol である.

## 【文献】

1. 高山成明 他. 衛生化学 1991 ; 37 : 14-21.