



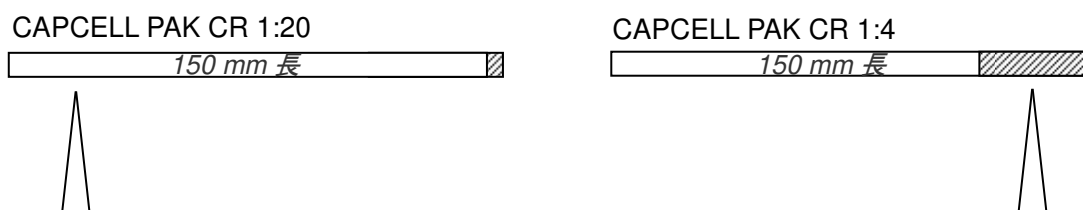
CR の混合比率と LC-MS の感度

Keywords : CAPCELL PAK CR、LC-MS、感度

LC-MS の LC 条件設定では、良好なイオン化効率と十分な保持時間との両立が困難な場合があります。目的物質が疎水性と塩基性を併せもつ場合、新たな選択肢として C₁₈ とは異なる保持挙動を示すカラムを使用することが有効なケースを紹介します。CAPCELL PAK CR は、SCX (強カチオン交換) と C₁₈ を混合したものであり、混合比率が異なる 3 タイプ (1:4、1:20、1:50) が用意されています。SCX の含有比率が高まるほど塩基性化合物の保持は大きくなります。混合比率の違いによる特異的な保持メカニズムを利用し、次のような条件検討が可能です。

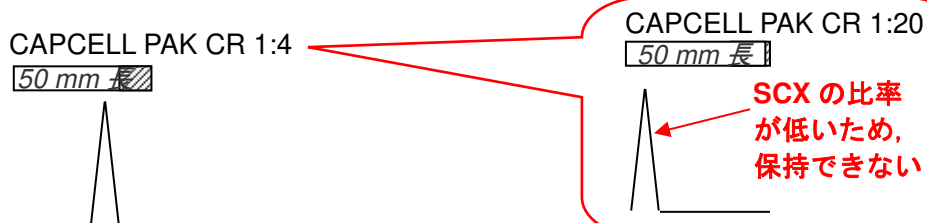
Step1 : CR 1:20 から 1:4 に変更する

CR 1:20 にて 10mmol/L の低濃度の酸性緩衝液を含む系でも保持が小さい場合には、1:4 に変更します。塩基性化合物は SCX 充填剤の比率が高いほど保持が大きくなります。



Step2 : カラム長を短くする or 移動相中の有機溶媒比率を上げる

Step1 で保持が極端に大きくなった場合にはカラム長を短くします。また、移動相中の有機溶媒比率を上げることで疎水性相互作用による保持が弱まり、保持が全体的に小さくなります。一般的に、移動相中の有機溶媒比率が高いほど ESI のイオン化効率が高まり感度向上が期待できます。

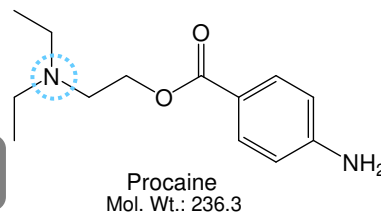


Step3 : 移動相中の緩衝塩濃度を上げる

緩衝液の塩濃度を増減することで塩基性化合物の保持を調整し、ピーク形状を良好にすることができます。ただし、塩濃度が高すぎると流路内での析出や MS の気化部の汚染などを招く可能性があるため注意が必要です。

プロカイン (pKa 8.8) を CAPCELL PAK 1:20 と 1:4 にて分析した結果を紹介します。

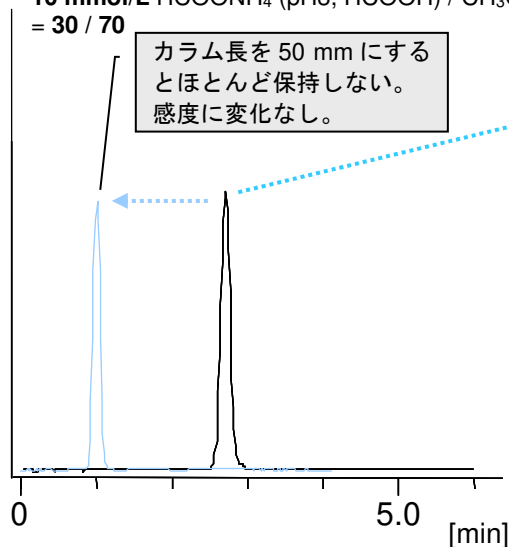
Flow rate : 200 μ L/min
 Temp. : 40 $^{\circ}$ C
 Detection : TOF-MS, Positive
 Inj. vol. : 2 μ L
 Sample : Procaine (100 ng/mL)
 Sample dissolved in : Mobile phase



Step1 and 2 : 混合比率, カラム長, 有機溶媒比率の変更

CAPCELL PAK CR 1:20
2.0 mmi.d. x 150 mm

10 mmol/L HCOONH₄ (pH3, HCOOH) / CH₃CN
= 30 / 70

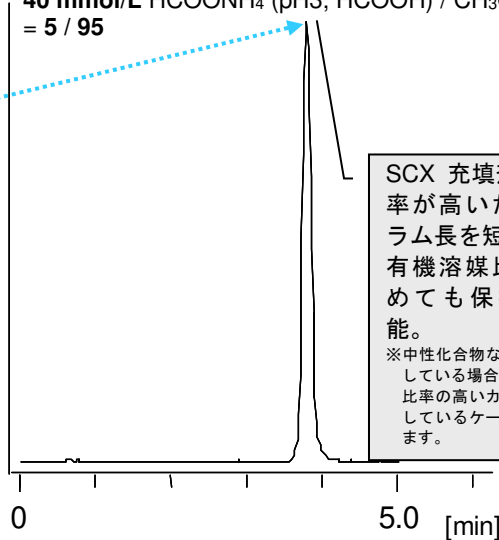


カラム長を 50 mm にするとほとんど保持しない。感度に変化なし。

感度向上

CAPCELL PAK CR 1:4
2.0 mmi.d. x 50 mm

40 mmol/L HCOONH₄ (pH3, HCOOH) / CH₃CN
= 5 / 95



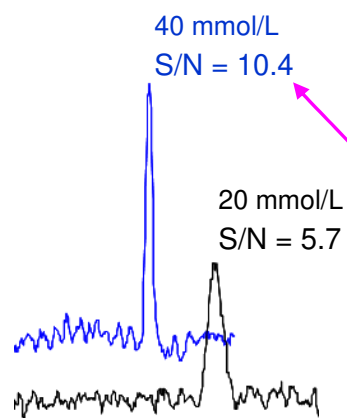
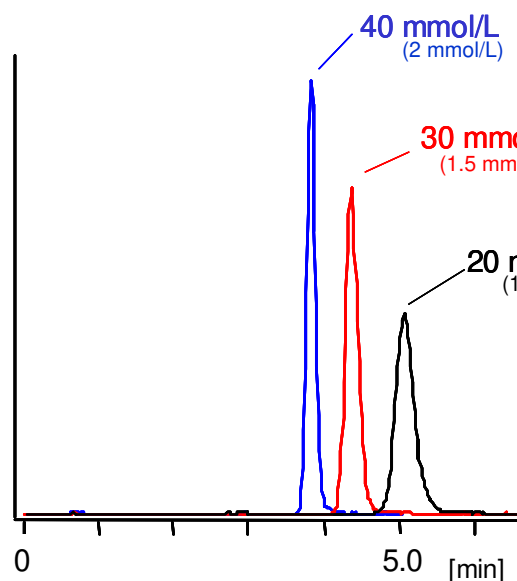
SCX 充填剤の比率が高いためカラム長を短くし、有機溶媒比を高めても保持[※]可能。

[※]中性化合物などが共存している場合は C₁₈ の比率の高いカラムが適しているケースもあります。

Step3 : LC-MS で使用可能な範囲で緩衝塩濃度を上げる

CAPCELL PAK CR 1:4
2.0 mmi.d. x 50 mm

X mmol/L HCOONH₄ (pH3, HCOOH) / CH₃CN = 5 / 95
[※]()内の濃度は移動相中に換算した濃度



感度アップ
1.8 倍

感度比較 (1 ng/mL)

 OSAKA SODA

株式会社大阪ソーダ
 ヘルスケア事業部営業部
 〒550-0011 大阪市西区阿波座一丁目 12 番 18 号
 TEL: 06-6110-1598 FAX: 06-6110-1612
 E-mail: silica@osaka-soda.co.jp
 HP: <https://sub.osaka-soda.co.jp/HPLC/>



アプリケーションの検索はこちら。

<https://sub.osaka-soda.co.jp/HPLC/sys/ap>