



強カチオン交換モードによる短時間分析 Part 1

Keywords: CAPCELL PAK SCX UG80、強カチオン交換モード、高速グラジエント、短時間分析、塩基性物質

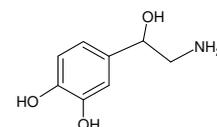
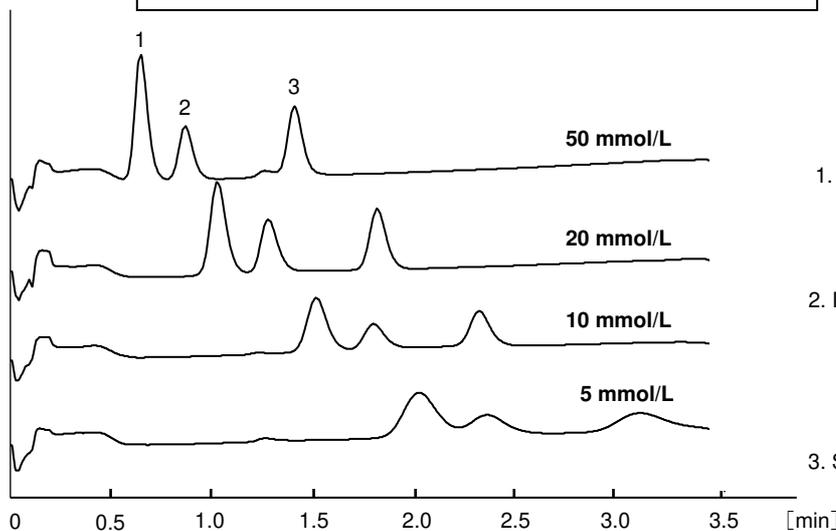
薬物の分析には C18 カラムを用いた逆相分配モードが汎用されていますが、薬物の多くは塩基性部位を有しているためカチオン交換モードを用いた測定も有用です。CAPCELL PAK SCX UG80 はポリマーコート型シリカにスルホン酸基を導入した強カチオン交換充填カラムです。このカラムを用いて保持力を調整するためには、移動相の pH、塩濃度、有機溶媒と水の比率を検討することが重要ですが、この中でも塩濃度を増減させることで、塩基性物質の保持を大きく変化させることができます。

ここでは内径 2.0 mm、長さ 20 mm の CAPCELL PAK SCX UG80 を用いた塩基性物質の短時間分析について述べます。

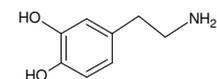
図 1 に、ノルエピネフリン、ドーパミン及びセロトニンを試料として用い、移動相の有機溶媒としてアセトニトリルを選択し、塩濃度を変化させグラジエント溶出法により得られたクロマトグラムを示します。塩濃度の低下とともに保持力は増加しています。

	小	← (保持) →	大
塩濃度	高		低
pH	高		低
有機溶媒%	高		低

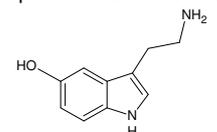
【HPLC 条件】
 Column : CAPCELL PAK SCX UG80 2.0 mm i.d. × 20 mm
 移動相 : A) x mmol/L HCOONH₄ · H₂O (pH 4)
 B) x mmol/L HCOONH₄ · 90 %CH₃CN (pH 4)
 B 5 % (0.0 min) → 100 % (3.0 min)
 流速 : 600 μL / min (通常流速の 3 倍)
 温度 : 40 °C
 検出 : UV 270 nm
 注入量 : 2 μL



1. L-Norepinephrine (M.W. 169.2)



2. Dopamine (M.W. 153.2)



3. Serotonin (M.W. 176.2)

図 1 塩濃度の違いによる塩基性物質の溶離挙動 (アセトニトリル系)

一般に強カチオン交換充填カラムでは高い塩濃度を用いて塩基性物質を溶出させるイメージがありますが、短いカラム（内径 2.0 mm, 長さ 20 mm）を用いて低い塩濃度におけるグラジエント溶出を行うことにより、短時間分析が達成できます。またその塩に揮発性の塩を用いることにより、MS を検出器として適用することも可能です。

次に移動相の有機溶媒にメタノールを選択し同様の検討を行った結果を図 2 に示します。アセトニトリルの場合と同様に、これらの塩基性物質を低い塩濃度で短時間に溶出させることができます。

【HPLC 条件】	
Column	: CAPCELL PAK SCX UG80 2.0 mm i.d. × 20 mm
移動相	: A) x mmol/L HCOONH ₄ · H ₂ O (pH 4) B) x mmol/L HCOONH ₄ · 90 %CH ₃ OH (pH 4) B 20 % (0.0 min)→100 % (3.0 min)
流速	: 600 μL / min (通常流速の 3 倍)
温度	: 40 °C
検出	: UV 270 nm
注入量	: 2 μL

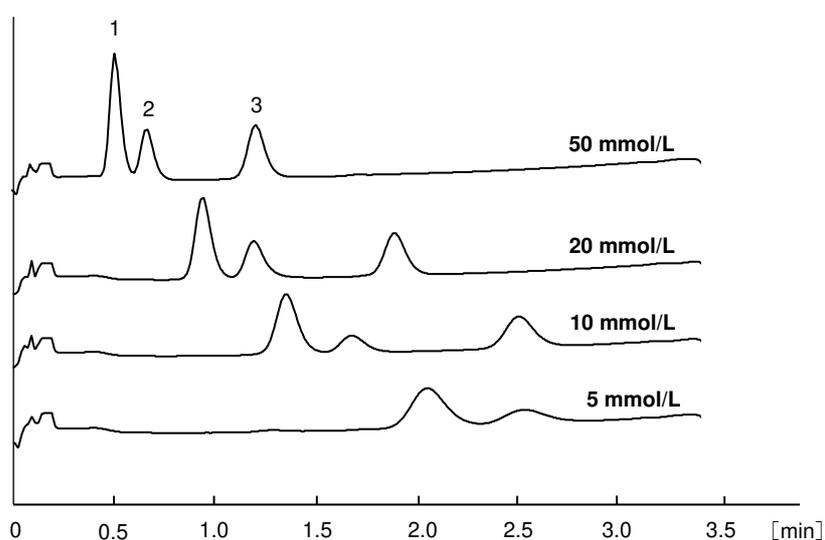


図 2 塩濃度の違いによる塩基性物質の溶離挙動（メタノール系）

移動相の有機溶媒としてメタノールを選択した場合には、ほぼ同じ保持時間に各塩基性物質を溶出させるために有機溶媒の初期濃度を 15% 高める必要がありました（アセトニトリルのほうが溶出力が強い）。

このように内径 2.0 mm, 長さ 20 mm の CAPCELL PAK SCX UG80 を用いることにより低い塩濃度領域で塩基性物質の短時間分析を行うことができます。

Part 2 では、Part 1 の結果を LC-MS へ適用し感度の比較について触れてみたいと思います。



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>