

冷却恒温槽を用いた室温での効果的分析

— TSKgel ODS-80Ts を用いた向精神薬の一斉分析 —

HPLCによる分析の場合、再現性など分析精度を上げるため、恒温槽を用いて一定の温度で分析が行われるのが一般的です。この際、40℃程度の温度を使用すれば、有機溶媒を含む溶離液の粘性が下がるため、室温での分析に比べカラム圧を下げることができます。一方、試料の保持力に関しては、分配速度の変化により温度が低い方が試料のカラムへの保持が強くなるので、溶離液組成を変えないで分離を改善したい場合には、カラム温度を変えてみる（下げてみる）のが効果的です。しかし室温で分析する場合は非常に温度調節の良い実験室を除いて室温にも温度変化があるので、25℃が正確に維持できる冷却恒温槽を用いることで最も信頼おけるデータが得られます。

図（別紙）に TSKgel ODS-80Ts を用いて向精神薬の分析を冷却恒温槽を用いて 25℃および 40℃で行った例を示します。40℃で分析した場合は、カルバマゼピンとフェニトインが分離できていません。一方 25℃で分析した場合、全般的に試料の保持は強くなっていますが、フェニトインの溶出が特に遅れるため、カルバマゼピンとの完全分離が達成されています。またスルチアムやバルプロ酸の溶出も相対的に遅れていることがわかります。このように、冷却恒温槽を用いて 25℃で分析することによって、溶離液組成を変えることなく、試料の分離（保持力・選択性）を改善できる場合があります。

（尚、向精神薬の分析に関しては、テクニカルインフォメーション 0018 に TSKgel Super-ODS 関連データがあります）

クロマトグラフィーの条件は以下の通りです（図は別紙）。

カラム ; TSKgel ODS-80Ts 4.6 mm I.D. x 15 cm 共にガードフィルタ付き
 溶離液 ; A: 50 mM NaH₂PO₄ (pH 2.5)/acetonitrile = 80/20
 B: 50 mM NaH₂PO₄ (pH 2.5)/acetonitrile = 30/70
 TSKgel ODS-80Ts : 0min(B:0%), 5min(B:30%), 10min(B:30%), 25min(B:100%)
 流速 ; TSKgel ODS-80Ts : 1.0 ml/min
 温度 ; 25℃および 40℃
 検出 ; UV (210 nm) (セルはヒートシンク除去)
 試料 ; 1. エトサキシミド (375 μg) 2. フリミドン (20 μg) 3. スルチアム (125 μg)
 4. DL-5-(4-ヒドロキシフェニル)-5-フェニルピナントイン (20 μg) 5. フェニトイン (20 μg)
 6. カルバマゼピン (20 μg) 7. フェニトイン (20 μg) 8. ニトラゼパム (20 μg)
 9. クロチパム (2 μg) 10. バルプロ酸 (400 μg) 11. シンチアム (20 μg)
 試料注入量は、4 μl。尚、試料 1、3 および 9 は、錠剤を溶かし、マイシヨリディスクで濾過したものを母液とした。また濃度は、錠剤中の含有量から求めた。

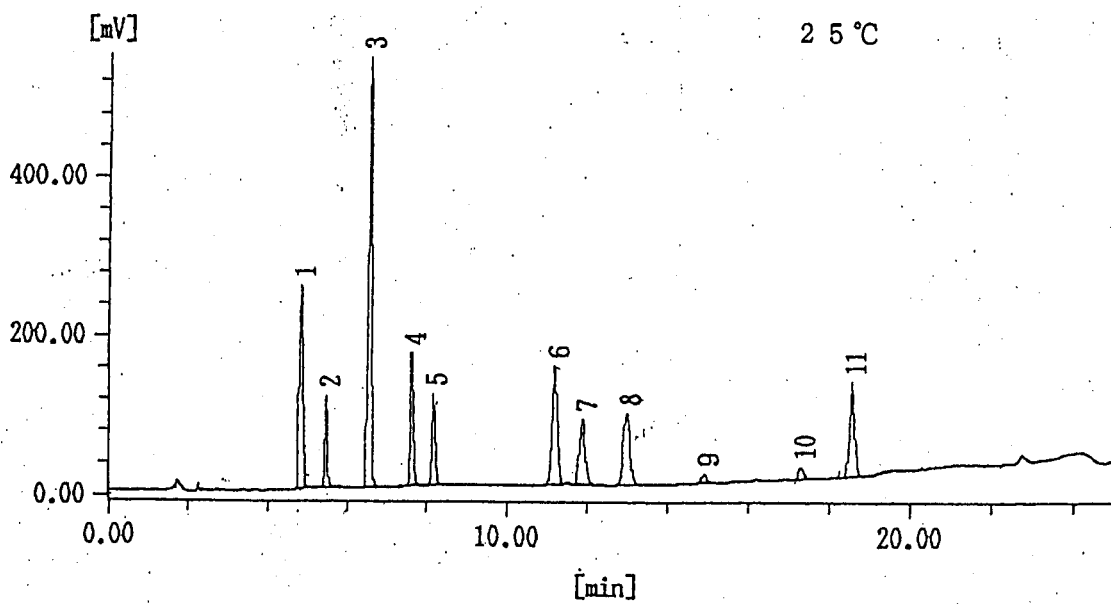
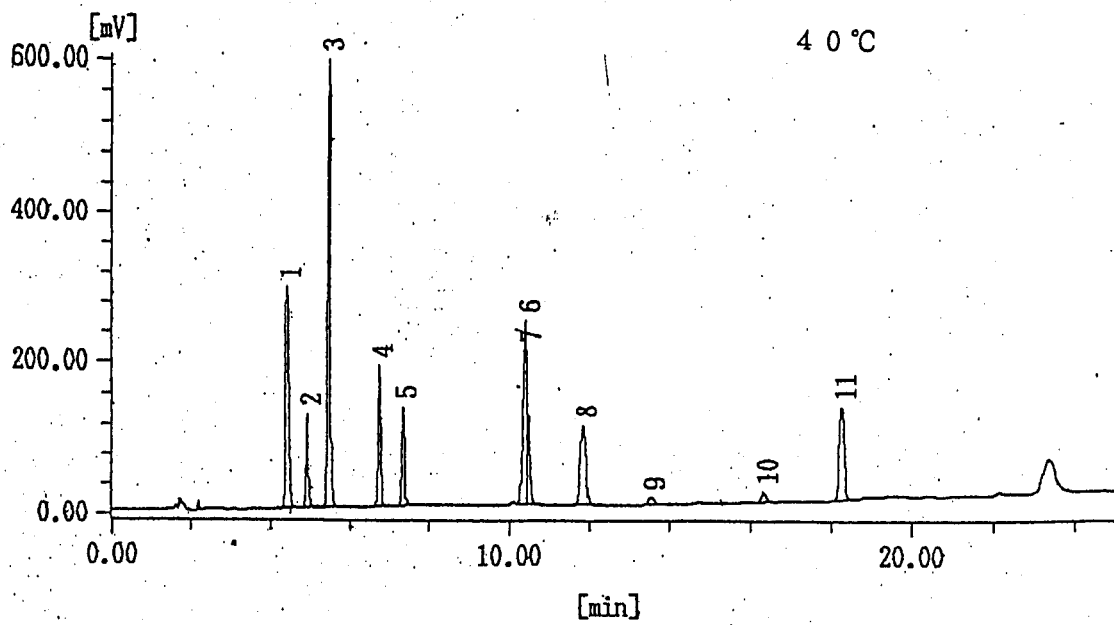


図 TSKgel ODS-80Ts を用いた向精神薬分離における分析温度の影響