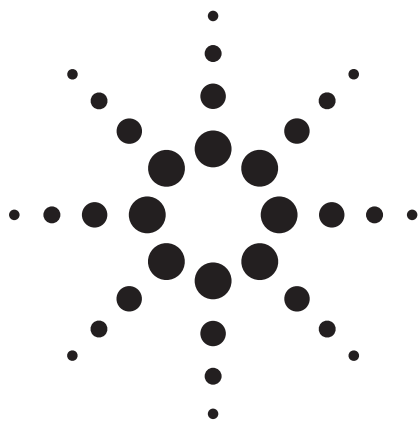


# アジレントの新しいオクタデシルシラン (ODS)(C18)固相抽出カートリッジ： サンプリーク C18



## 技術ノート

### Agilent サンプリーク C18 の特長

- 優れた再現性
- 高い回収率
- 中性、弱酸性、弱塩基性化合物に対応
- 簡単な抽出プロトコル

### 概要

アジレントは、AccuBOND<sup>II</sup>シリーズに代わるものとして、固相抽出(SPE)カートリッジサンプリークシリーズを提供しています。この新しいシリーズは、現在使用されている AccuBOND<sup>II</sup>カートリッジと同様の各種シリカカートリッジ、Florisil PR カートリッジ、アルミナカートリッジで構成されています。また、SPE カートリッジ製品を拡充し、汎用的なポリマ相やイオン交換抽出カートリッジも提供しています。グラファイトカーボンカートリッジのシリーズも利用できます。本技術ノートでは、新しいサンプリーク C18 の性能を AccuBOND<sup>II</sup> C18 SPE カートリッジと比較しています。

SPE は複雑なサンプルの分析ワークフローには欠かせない手順で、共溶出する不純物のイオン化抑制により定量分析に悪影響が生じるおそれがある場合には、LC/MS/MS などの高度に特化した検出器でも必要となります。抽出を確実に行なえば、分析条件が簡素化され、HPLC カラムの寿命が延び、分析結果もより正確になります。柔軟性に富んだ SPE は、液液抽出よりも優れたサンプル前処理テクニックです。

回収の効率と再現性が高まるほか、必要な溶媒量が少ないことから、コストも削減できます。また、クリーンアップツールとしての効率も高く、容易に自動化することもできます。SPE は食品安全、製薬、環境、法医学分野の分析に使用されています。

Agilent サンプリーク C18 吸着剤は、オクタデシルシランを結合した不定形のシリカゲル(シリカ)粒子をベースにしています。この非極性・非エンドキャップ吸着剤は、疎水性化合物を逆相結合します。また、極性相互作用は表面シラノール基と関連しています。この機能性により、対応するサンプリーク C18 EC (エンドキャップ)吸着剤と比べて、塩基性化合物の保持力が向上します。Agilent サンプリーク C18 は、極性物質と非極性物質の汎用SPE相に適しています。

### 品質管理

シリカ結合相サンプリーク SPE 吸着剤の製造過程におけるプロセス管理を改良したことで、より一貫性の高い製品を製造することが可能になっています。QA テストで得たデータでは、吸着剤のロット間の均一性が示されています。主要パラメータの許容範囲を厳格化し、サンプル処理における再現性の高い保持力と溶出性能を確保しています。サンプリーク性能証明書には、保持係数の厳密な許容範囲が示されており、許容範囲内におけるロットの性能が記載されています。そのため、サンプリーク SPE 相は、いっそう高度な一貫性と再現性、品質マーカーにより、再現性の高い SPE 抽出が実現するように設計されています。



## 使用ガイドライン

サンプリーク C18 カートリッジを用いた抽出プロトコルはシンプルです。プロトコルは通常、以下の4ステップの逆相 SPE 手順で構成されます。

- 1) 調製
- 2) ロード
- 3) 洗浄
- 4) 溶出

図1には、メソッド開発の開始手順として推奨される手順を示しています。この例に記載されている容量は、500mg/6 mL カートリッジを用いた場合のもので、他のカートリッジサイズについては、サイズに比例して容量を修正する必要があります。多くのアプリケーションでは、この単純なプロトコルを使用できます。Agilent サンプリーク C18 固相抽出カートリッジは、水、水性バッファ、ほとんどの有機溶媒に対応しています。他の SPE カートリッジと同様、このカートリッジも使い捨てです。カートリッジはアジレントの真空マニフォールドと、Luerチップフィッティングに対応するすべての真空マニフォールドに適合します。

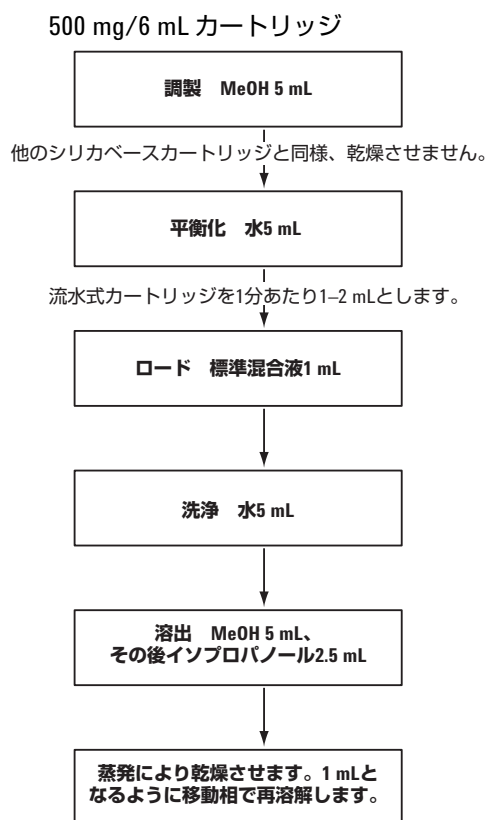


図1. サンプリーク C18 SPE手順

### 新製品 Agilent サンプリーク C18 カートリッジと Agilent AccuBONDII C18 SPE カートリッジの比較

サンプリーク C18 ODS吸着剤を使えば、単純なプロトコルにより、幅広い化合物を高い再現性で回収することが可能で

す。メソッドの最適化にあたっては、分離の選択性を高める必要が生じることがあります。表1に、本研究で用いた化合物を示しています。本研究では、代表的な酸性、中性、塩基性化合物を使用しています。

実験の詳細を以下に記載します。

### 調製

メタノール5 mLをカートリッジに加えます。真空状態にして溶離液を排出します。水5 mLで再び調製します。この手順では、全体を通じて吸着剤を乾燥させないでください。

### ロード

サンプル1 mLをカートリッジに加えます。真空状態にして溶離液を排出します。

### 洗浄

水5 mLをカートリッジに加えます。真空状態にして溶離液を排出します。

### 溶出

採取チューブをカートリッジの下に置きます。メタノール5 mLをカートリッジに加えます。真空状態にして溶離液を採取します。イソプロパノール2.5 mLをカートリッジに加えます。真空状態にして溶離液を同じチューブで採取します。穏やかな窒素流により乾燥させ、濃縮します。残留物を移動相1 mLに溶解します(85:15、以下を参照)。

### HPLC分析手順

カラム：ZORBAX Eclipse Plus C18、4.6 x 150 mm、3.5 μm  
カタログ番号：959963-902

移動相A：0.1%ギ酸を含む水

移動相B：0.1%ギ酸を含むアセトニトリル

グラジエントプロフィール

時間 %B

0.1 15

5 21

18 30

30 67

30.1 15

流量：1 mL/分

検出器：ダイオードアレイ (254 nm)

分析時間 30分、平衡 5分

6つの成分からなるテスト用混合溶液を、濃度1、10、20、50 μg/mLという4種類のキャリブレーションレベルで調製します。デキサメタゾンを内部標準として用いて、各化合物の回収量を定量します。内部標準の濃度は20 μg/mLです。内部標準は、ロードステップの際にサンプルに追加しました。

表1. 評価に用いた化合物とその化学的特性

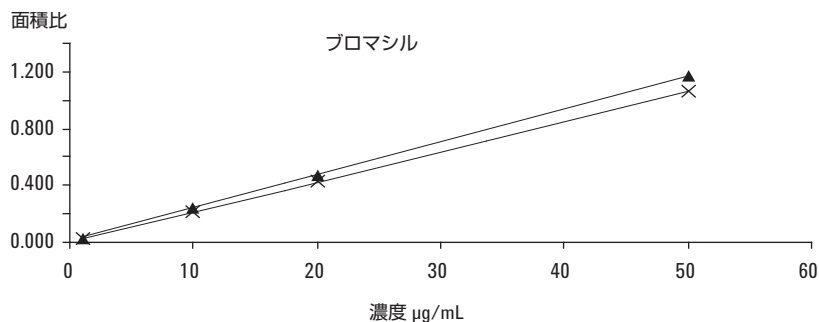
化合物	種別	Log P	説明
カフェイン	塩基性	-0.5	中枢神経系刺激薬
スルファジメトキシ	酸性	1.6	サルファ剤
テブチウロン	中性	データなし	除草剤
プレドニゾン	中性	0.6	ステロイド
プロマシル	塩基性	データなし	農薬-食品への使用が規制
ワルファリン	酸性	3	抗凝血剤
デキサメタゾン	中性	1.1	合成ステロイドホルモン

表2は、Agilent サンプリーク C18 SPE カートリッジの優れた再現性を示しています。単純な汎用プロトコルを用いた場合の回収率の相対標準偏差は、濃度 35 µg/mL の溶液で 5% 未満でした。

図2には、食品での使用が規制されている農薬プロマシルにおける本実験の直線回帰分析データを示しています。検量線が AccuBOND<sup>II</sup> C18 と サンプリーク C18 でほぼ同じである点に注目してください。R<sup>2</sup>値は 0.9999 です。図3には、サンプリーク C18 および AccuBOND<sup>II</sup> C18 における 6 つの化合物の回収性能を示しています。濃度 20 µg/mL の内部標準を用いて、同じサンプルを 6 回にわたって濃度 35 µg/mL で添加しました。回収性能は、各サンプルの検量線から算出しました。

表2. サンプリーク C18 カートリッジと AccuBOND<sup>II</sup> C18 カートリッジの比較

化合物	ロードステップ中に IS 添加	AccuBOND <sup>II</sup> C18	AccuBOND <sup>II</sup> C18	サンプリーク C18	サンプリーク C18
		ロードステップ中の IS 回収率%	% RSD n = 6	ロードステップ中の IS 回収率%	% RSD n = 6
カフェイン		98.3	6.0	107.9	4.4
スルファジメトキシ		101.3	2.7	114.0	1.8
テブチウロン		100.3	4.1	97.4	2.6
プレドニゾン		100.2	1.4	108.7	0.7
プロマシル		100.1	3.5	99.5	1.7
ワルファリン		102.2	3.4	98.4	1.9



SPE抽出後に内部標準を添加  
 サンプリーク C18 – x  
 AccuBOND<sup>II</sup> C18 – ▲

図2. サンプリーク C18 と AccuBOND<sup>II</sup> の性能の比較。  
 食品での使用を規制されている農薬プロマシルの検量線。

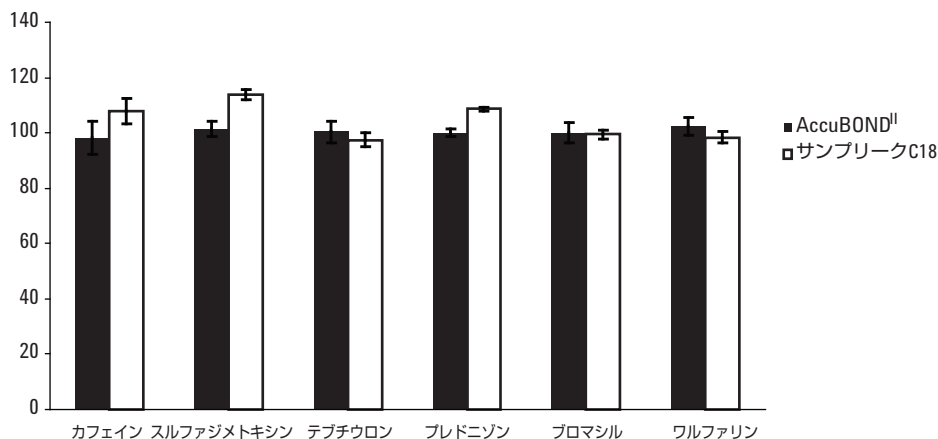


図3 酸性、塩基性、中性化合物を代表する6種類の各化合物におけるサンプルーク C18 と AccuBOND<sup>II</sup> C18 の性能の比較。濃度 20 µg/mL の内部標準を用いて、同じサンプルを6回にわたって濃度 35 µg/mL で添加。

## まとめ

アジレントは新しいシリカベース SPE カートリッジシリーズを提供しています。Agilent サンプルーク C18 は、逆相吸着剤です。汎用プロトコルを用いて、複雑な混合液から弱塩基性、弱酸性、中性化合物を分離することができます。C18 シリカ SPE カートリッジは、製薬、環境、法医学といった分野に応用できます。サンプルーク C18 カートリッジの精度と正確性は、AccuBOND<sup>II</sup> C18 カートリッジの性能に匹敵します。製造プロセスにおいては、新しい品質管理手順を導入しました。その結果、新しいサンプルーク C18 では、ロット間再現性の性能仕様がより厳格になっています。サンプルーク C18 は、AccuBOND<sup>II</sup> C18 製品と同じ優れた性能と、AccuBOND<sup>II</sup> C18 よりも高い品質を備えた製品です。

## 詳細情報

アジレント製品とサービスの詳細については、アジレントのウェブサイト [www.agilent.com/chem/jp](http://www.agilent.com/chem/jp) をご覧ください。

Agilent サンプルーク C18 汎用カートリッジとバルク

部品番号	説明
5982-1111	C18 ODS、100 mg、1 mL チューブ、ボックスあたり100個
5982-1132	C18 ODS、200 mg、3 mL チューブ、ボックスあたり50個
5982-1135	C18 ODS、500 mg、3 mL チューブ、ボックスあたり50個
5982-1160	C18 ODS、1000 mg、6 mL チューブ、ボックスあたり30個
5982-1165	C18 ODS、500 mg、6 mL チューブ、ボックスあたり30個
5982-1182	C18 ODS SPEバルク吸着剤、25g ボトル

アジレントは、本文書に誤りが発見された場合、また、本文書の使用により付随的または間接的に生じる損害について一切免責とさせていただきます。

本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに変更されることがあります。著作権法で許されている場合を除き、書面による事前の許可なく、本文書を複製、翻案、翻訳することは禁じられています。

アジレント・テクノロジー株式会社  
© Agilent Technologies, Inc. 2008

Printed in Japan  
August 11, 2008  
5989-9326JAJP