

【緒言】クロマトグラフィーにおけるグラジエント法は分離の向上と時間短縮の両立を目指したものである。逆相 HPLC においては移動相の疎水性を経時的に変化させるが、同様に MEKC おいても上流リザーバー内の溶媒組成を経時変化させることで逆相グラジエント溶出が可能であり、初期の研究報告が存在する。ところで MEKC においては HPLC の固定相にあたる高次構造を有する分配相側のミセルの組成・濃度を経時変化させることが可能であり、分離マトリックス中を移動する構造分配相を有する MEKC に特有なグラジエント法となる。我々はこれまでに浸透流を抑制し、上流リザーバー内の界面活性剤濃度・組成を変化させることで導入できるミセルグラジエント溶出の基本的方法を見出している。今回、さらに広範な荷電分子及び中性分子の分離に対応できる方法論を確立し、また、細かな溶出プログラムのためのリニア-グラジエントを導入するシンプルな装置の開発も行った。

一方で、本手法によって全く異なる分離モードを多種連結することも原理上可能である。講演では、この観点からの複合分離系についても提案する予定である。

【実験】CE では未修飾かポリ-*MV*-ジメチルアクリルアミド内壁修飾キャピラリー、10mM リン酸緩衝泳動液 (pH2.3 及び 7.2)、界面活性剤に SDS か CTAC を用いた。

【結果と考察】SDS、CTAC 濃度の大きな変化を伴う場合は、後ゾーンが試料の分離領域に達せず、グラジエント溶出できない。各濃度ゾーン間の電気抵抗差が原因であり、電気抵抗をそろえて解決した。また、脂溶性の顕著に低い荷電試料が注入されない問題については、キャピラリー中央部への CZE 注入併用で全試料の分析が可能になった。リニア-法は、落差を用いて界面活性剤濃度の高い溶液をリザーバー内の希薄溶液に連続的に混合・攪拌しながら分離を行うことで達成された。