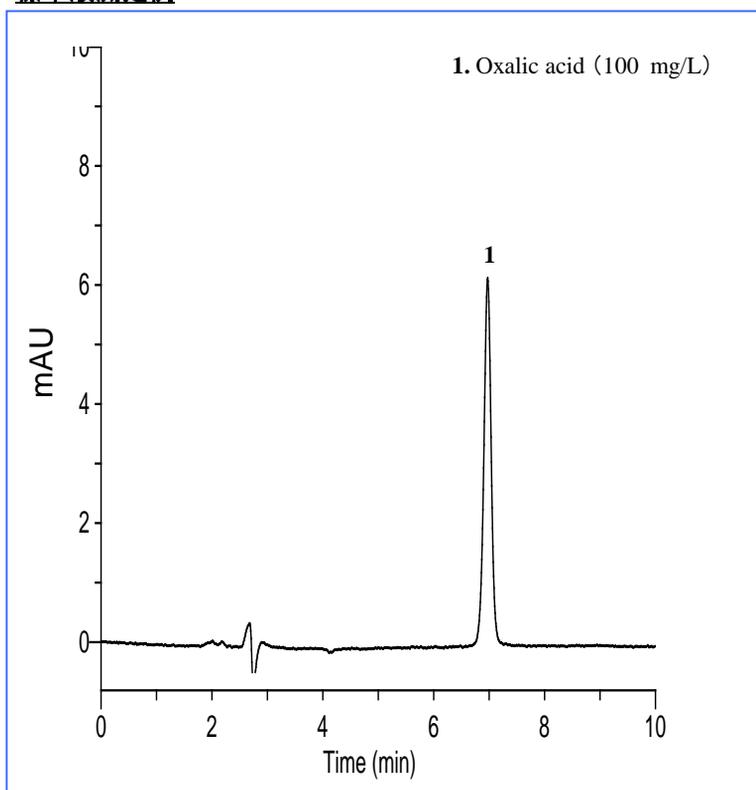


今回はカルバモイル基結合型シリカゲルカラムであるInertsil Amideを使用したシュウ酸の分析をご紹介します。カルバモイル基結合型シリカゲルは2011年4月に施行された改正第十六日本薬局方にクロマトグラフィー用担体/充填剤として追加されました。

シュウ酸の分析ではODSカラムを使用して分析する場合がありますが、十分な保持を得られません。そのため、夾雑成分との分離が困難でした。一方、Inertsil Amideはシュウ酸のような高極性化合物を保持することができるのが特長です。

シュウ酸は多くの食品に含まれており、多いもので、1%程度のシュウ酸を含む食品があります。今回は、シュウ酸が比較的多く含まれている生姜漬物(ガリ)をInertsil Amideカラムで分析しました。(K. Kanno)

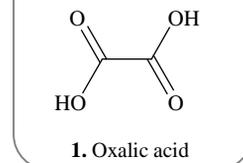
標準液測定例



HPLC条件

- カラム** : Inertsil Amide
(5 μ m, 4.6 mm I.D. x 250 mm)
- 溶離液** : A) CH₃CN
B) 30 mM Na₂HPO₄ (pH 6.8, H₃PO₄)
A/B = 65/35, v/v
- 流量** : 1.0 mL/min
- カラム温度** : 50 °C
- 検出** : UV 220 nm
- 注入量** : 5 μ L

構造式



Structures are created using Chemistry 4-D Draw which is provided by ChemInnovation Software, Inc.

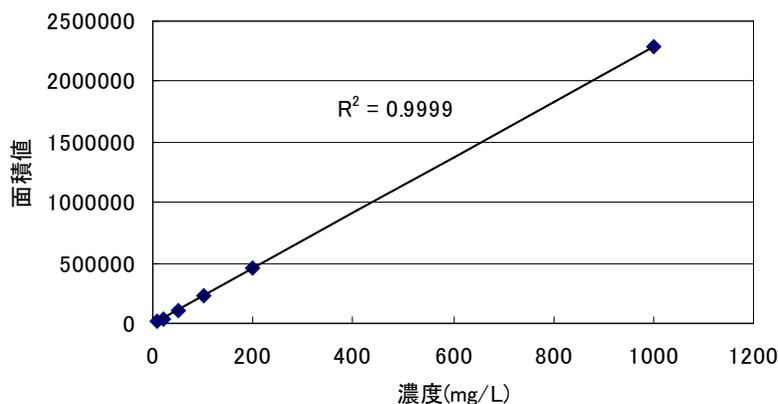


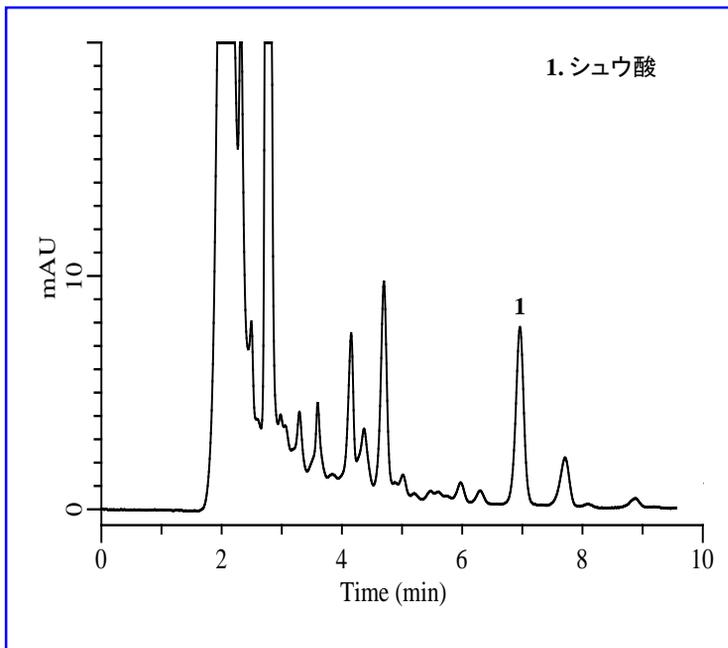
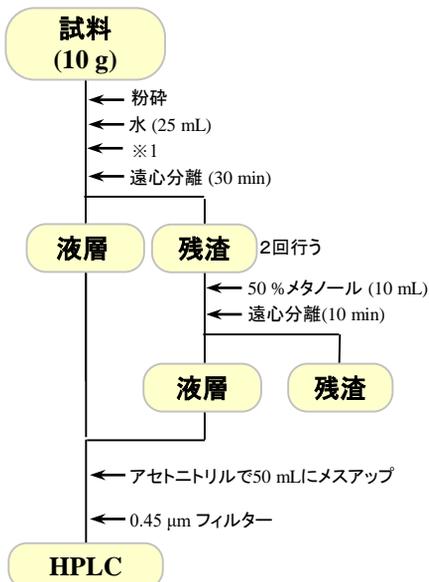
表1. シュウ酸(100 mg/L)の面積値

	面積値
1回目	228967
2回目	228243
3回目	228072
4回目	227364
5回目	227627
RSD%	0.27%

図1. シュウ酸の検量線

前処理例 (生姜漬物)

市販生姜漬物 (ガリ) 分析例



※1 試料中にアスコルビン酸が含まれる場合、シュウ酸の回収率が低下する可能性がありますのでアスコルビン酸除去操作を行ってください。

食品衛生検査指針 食品添加物編参照

HPLC装置: GL-7400 シリーズ

番号	品名	型番
1	キャリアリザーバー	GL-7480
2	カラムオーブン	GL-7430
3	ポンプ	GL-7410
4	UV検出器	GL-7450
5	オートサンプラー	GL-7420

Amideカラム使用のテクニック①

AmideカラムはHILICモードで分析します。HILICモードは有機溶媒比率が高いため、有機溶媒に対して溶解性の高い塩を使用するのがポイントです。

＜推奨の塩と濃度＞

酢酸アンモニウム、ギ酸アンモニウム 10 mM程度

これらの塩はシュウ酸のような酸性化合物やUVの低波長領域で分析では不向きな場合があります。その際は、リン酸塩、ナトリウム塩、カリウム塩を使用してください。ただし、アセトニトリルに対する溶解性が低いため、塩の析出には十分注意して使用してください。

HPLCカラム:

Inertsil Amide 5 μm 4.6 mm I.D. × 250mm
Cat. No. 5020-07836

