

HPLCの逆相モードの分析で移動相のpHを変更すると、化合物によっては解離・非解離の状態が変化するため、保持時間が変化します。通常、非解離状態では保持時間が長くなり、解離状態では保持時間が短くなります。

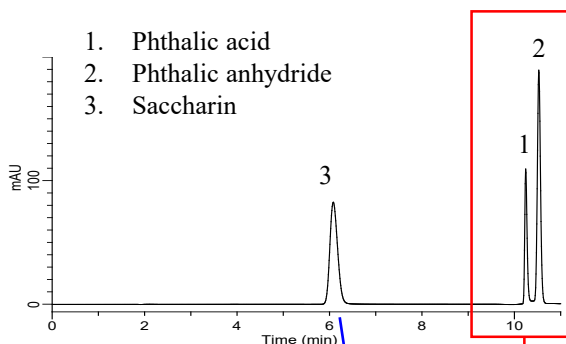
今回Inertsil WP300 C18を用いて、塩基性化合物のサッカリンおよび酸性化合物の無水フタル酸標準品の分析を行い、酸性条件下と中性条件下で溶出順の変化が見られました。また、サンプル中の無水フタル酸が一部フタル酸に変化していることが推定されたのでご報告いたします。

(R.Takahashi)

サッカリンおよび無水フタル酸の測定例

酸性条件

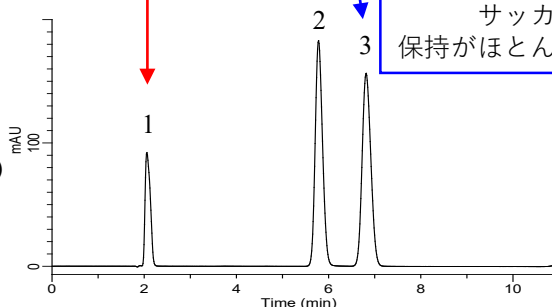
移動相 : A) CH₃OH
B) 50 mM KH₂PO₄ (0.1% H₃PO₄ in H₂O)
(pH 2.6)



酸性化合物のフタル酸・無水フタル酸は酸性条件と中性条件で保持が大きく変わる

中性条件

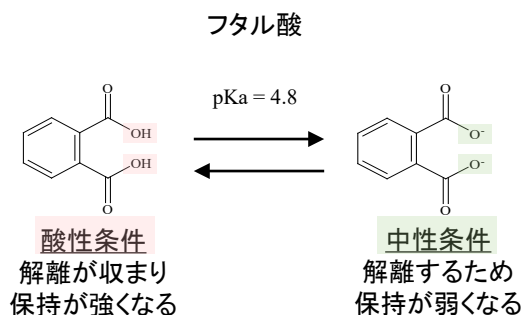
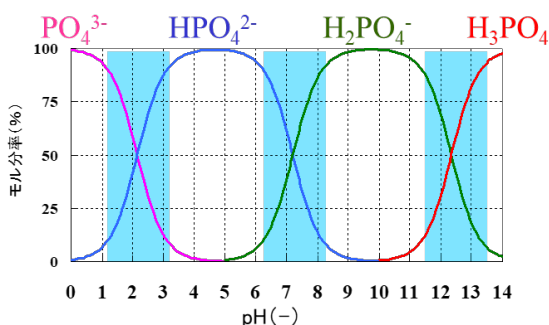
移動相 : A) CH₃OH
B) 50 mM K₂HPO₄ (0.1% H₃PO₄ in H₂O)
(pH 6.7)



塩基性化合物のサッカリンは保持がほとんど変わらない

分析条件は第十八改正日本薬局方原案(酸性条件)および第十八改正日本薬局方(中性条件)を参考にいたしました。

リン酸の緩衝作用とフタル酸の解離



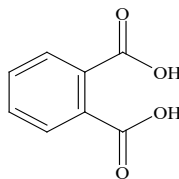
リン酸はpH = 2.15、7.20、12.35 付近で緩衝能がもっと大きくなります。同じリン酸緩衝液でも、酸性条件下では酸性化合物の保持が強くなり、一方で塩基性条件下では塩基性化合物の保持が強くなります。

HPLC条件

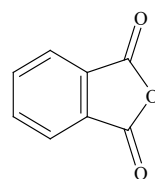
カラム : Inertsil WP300 C18
 5 μ m, 150 \times 4.6 mm I.D.
 流量 : 1.0 mL/min
 カラム温度 : 20 $^{\circ}$ C
 検出器 : UV 230 nm
 注入量 : 10 μ L
 グラジエント

注入後の時間 (分)	移動相A (vol%)	移動相B (vol%)
0	10	90
7.0	10	90
8.0	95	5
11.0	95	5

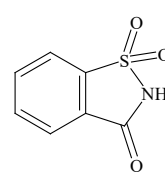
構造式



フタル酸



無水フタル酸

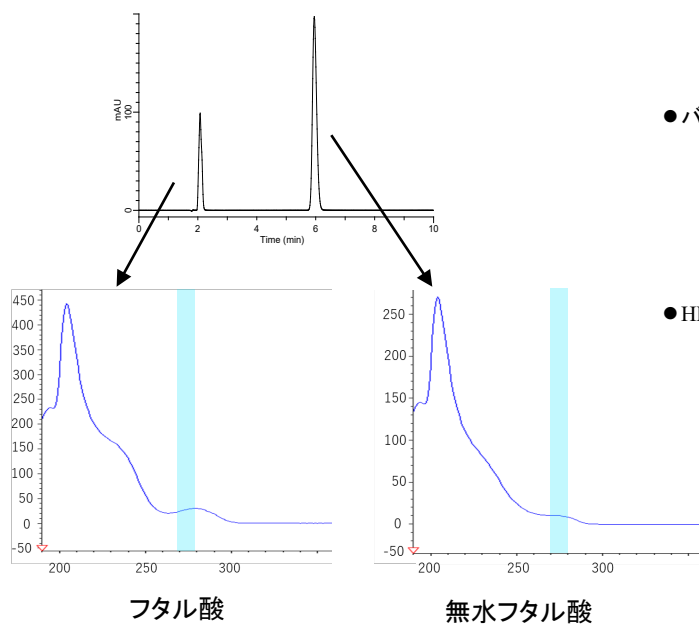


サッカリン

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

無水フタル酸標準品

無水フタル酸標準品を測定すると2つのピークが見られ、それぞれフタル酸と無水フタル酸であることを確認いたしました。



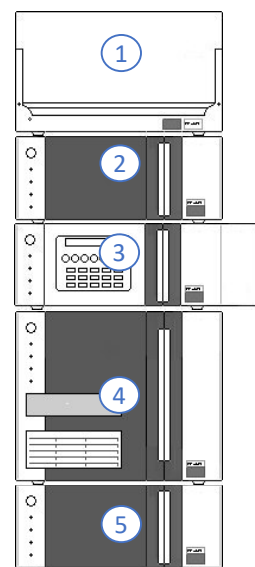
フタル酸

無水フタル酸

使用製品

- カラム
 - Inertsil WP300 C18
5 μ m, 150 \times 4.6 mm I.D.
Cat.No.5020-05845
- バイアル関連製品
 - スクリューバイアル 1.5 mL 100本入
Cat.No.1030-51022
 - セプタム付スクリューキャップ
PTFE赤/シリコン白 厚さ1.0 mm
Cat.No.1030-51222
- HPLC装置
 - 日立HPLCシステム Chromaster

No.	品名	型番
1	オーガナイザー	
2	検出器	5430
3	カラムオープン	5310
4	オートサンプラー	5280
5	ポンプ	5160



フタル酸と無水フタル酸を比較すると、270 nm～280 nm付近の吸収曲線に違いが見られました。



ジーエルサイエンス株式会社

〒163-1130 東京都新宿区西新宿 6-22-1 新宿スクエアタワー 30F
 TEL.03-5323-6611 FAX.03-5323-6622

※各試験法は、変更される場合がありますので、分析の前に確認されることをお勧めします。

データに起因し、直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しても、当社が責任をおうものではありません。また、記載事項につきましては、予告無しに改訂する場合がありますので、あらかじめご了承ください。

カスタマーサポートセンターでは、ノウハウのご提供と分析に関するフォローを行なっております。お困りの際には、カスタマーサポートセンターまでお気軽にお問い合わせください。

カスタマーサポートセンター (土・日・祝除く9:00-17:00)

☎ 04-2934-1100 ✉ info@gl.s.co.jp



【アプリケーションの検索はこちら】

https://www.gl.s.co.jp/technique/app/app_search.html