

## マウスウォッシュ中の有効成分 CPCおよびGK2の高速同時分析

岩田 奈津紀

### ユーザーベネフィット

- ◆ 約4分で2種類の有効成分を同時に分析可能です。
- ◆ 塩基性物質（第四級アンモニウム塩など）のピークがテーリングせず、再現よく分析できます。
- ◆ 移動相にイオンペア試薬や過塩素酸塩を使用しません。

### ■はじめに

市販の口腔ケア商品には複数の有効成分が含まれており、これらは一般にHPLCで分析します。中でも、第四級アンモニウム塩である塩化セチルピリジニウム（CPC）をC18カラムで分析する場合、シリカゲル充填剤の表面に残存するシラノール基（残存シラノール基）とCPCが相互作用し、吸着やピークのテーリングを生じることが知られています。近年、残存シラノール基をマスクするエンドキャッピング技術を施したカラムが市販されていますが、対象成分によっては抑制効果が小さく、ピークのテーリングを生じるものもあります。このような場合、酸性移動相にイオンペア試薬や過塩素酸塩を添加することにより、成分の吸着を抑制することができます。しかし、Shim-pack Arata™ C18は、イオンペア試薬などを添加しなくても、残存シラノール基との相互作用を抑制し、良好なピーク形状が期待されます。

本稿では、マウスウォッシュ中の有効成分であるCPCおよびグリチルリチン酸ジカリウム（GK2）の高速同時分析例をご紹介します。

### ■塩化セチルピリジニウム、グリチルリチン酸ジカリウム混合標準溶液の分析

CPCおよびGK2はそれぞれ、殺菌作用および抗炎症作用を期待して口腔ケア商品に添加される成分です。図1にCPCおよびGK2の混合標準溶液（各100 mg/L）のクロマトグラムを、表1に分析条件を示します。Shim-pack Arata C18を使用することにより、イオンペア試薬や過塩素酸塩を添加しない移動相組成でも、CPCのシャープなピークが得られました。また、移動相にイオンペア試薬などを使用すると、CPCの保持が増し、分析時間が長くなります。本稿では、イオンペア試薬などを使用しないギ酸系の移動相を使用することで、対象の2成分を4分以内に溶出可能でした。

表1 分析条件

System	: Nexera™ XR
Column	: Shim-pack Arata C18*1 (75 mm×3.0 mm I.D., 2.2 μm)
Flow rate	: 1.0 mL/min
Mobile phase	: A) 0.1% formic acid in water B) 0.1% formic acid in acetonitrile
Time Program	: 40%B (0 min)→50%B (4.00-4.50 min)→40%B (4.51-7.00 min)
Mixer	: 180 μL
Column temp.	: 40 °C
Injection volume	: 1 μL
Vial	: SHIMADZU LabTotal™ for LC 1.5 mL, Glass*2
Detection (PDA)	: SPD-M40 at 254 nm

\*1 P/N: 227-32802-02 \*2 P/N: 227-34001-01

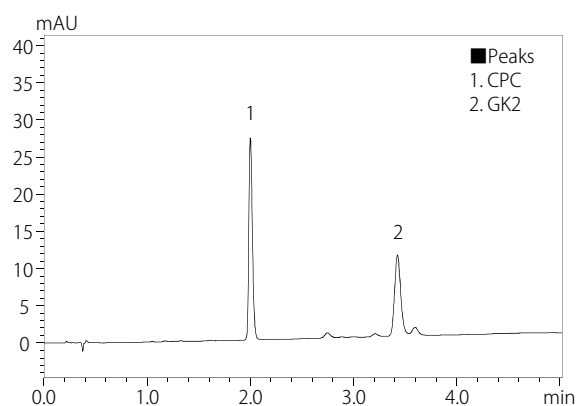


図1 CPCとGK2の混合標準溶液（各100 mg/L）のクロマトグラム

### ■再現性

表2に、10 mg/Lの混合標準溶液について、6回繰り返し分析における保持時間とピーク面積の再現性(%RSD)を示します。いずれの化合物においても、保持時間とピーク面積の再現性は0.6%以下の結果が得られました。

表2 6回繰り返し分析における再現性 (%RSD)

Compound	Retention time	Peak area
CPC	0.14	0.52
GK2	0.08	0.31

### ■検量線

図2にCPCとGK2の検量線（5~200 mg/L）を示します。いずれも寄与率  $r^2=0.99999$ 以上と良好な直線性が得られました。

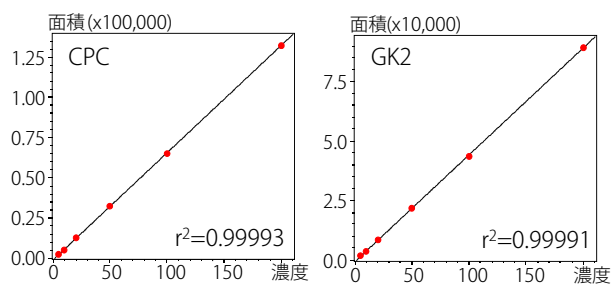


図2 検量線

## ■ マウスウォッシュの分析

試料は、市販マウスウォッシュ2種類を使用しました。マウスウォッシュを超純水で10倍希釈し、0.2 μmのメンブランフィルターでろ過後、HPLCに供しました。

図3および図4にクロマトグラムを、表3にマウスウォッシュ中の各成分の濃度を示します。なお、この濃度は前処理後の濃度となります。

表3 分析結果

Compound	Concentration (mg/L)	
	Mouthwash A	Mouthwash B
CPC	23.1	44.7
GK2	143.6	22.4

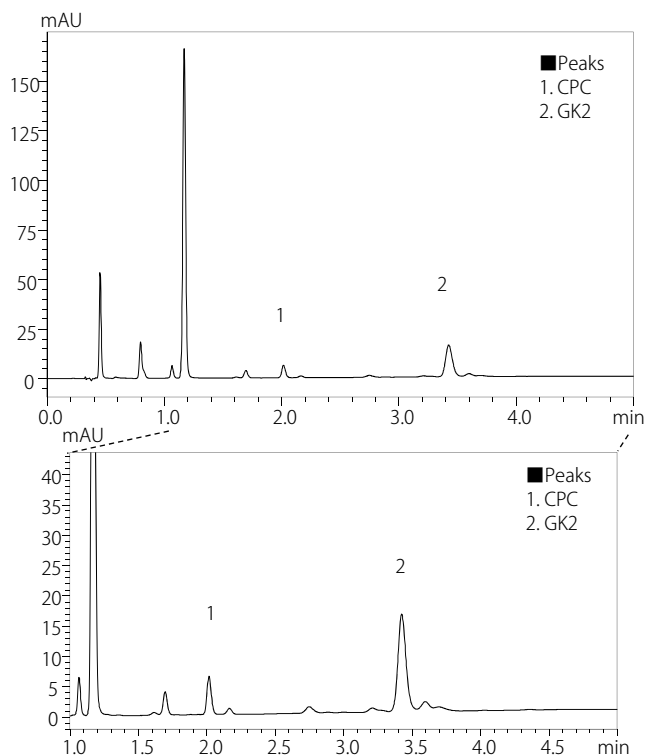


図3 マウスウォッシュAのクロマトグラム

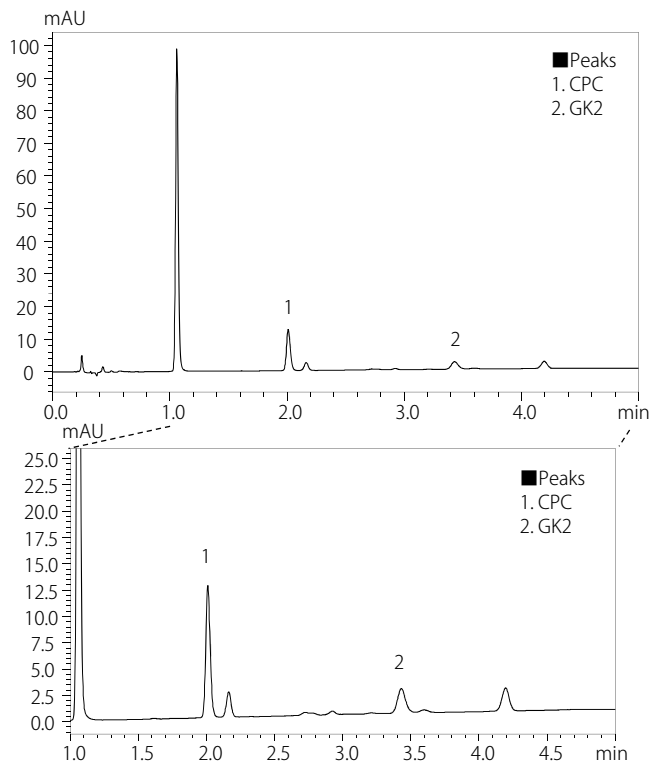


図4 マウスウォッシュBのクロマトグラム

## ■ UVスペクトルによる確認

フォトダイオードアレイ (PDA) 検出器を使用した場合、ピークの保持時間に加え、標準品のUVスペクトルとの一致から定性することも可能です。

図3で得られたマウスウォッシュAに含有される約2分のピークのUVスペクトルと、標準品のUVスペクトルの重ね描きを図5に示します。各UVスペクトルは比較のため、ノーマライズして表示しています。マウスウォッシュAおよび標準品のいずれも212 nmおよび258 nmに極大吸収波長が検出されたため、マウスウォッシュAの約2分のピークは、CPCであると同定できました。同様に、マウスウォッシュAに含有される約3.5分のUVスペクトルから、250 nmに極大吸収波長が検出されたため、GK2であると同定できました (図6)。

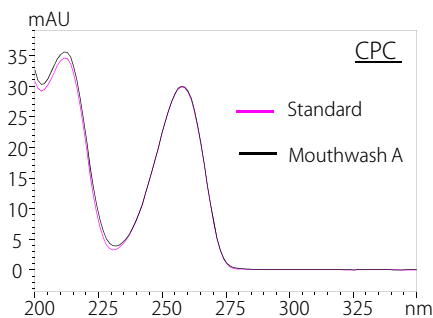


図5 UVスペクトルの比較 (CPC)

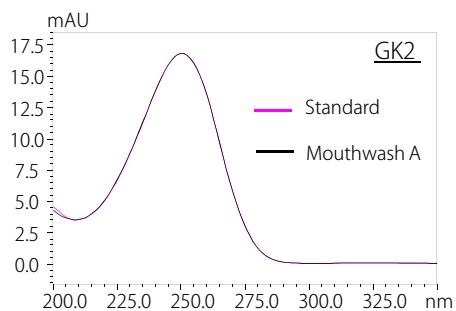


図6 UVスペクトルの比較 (GK2)

## ■ まとめ

マウスウォッシュ中の有効成分であるCPCとGK2の高速同時分析を行いました。Shim-pack Arata C18を使用することにより、CPCのような塩基性物質のピークのテーリングを抑制することができました。また、本法は移動相にイオンペア試薬や過塩素酸塩を使用していないため、短時間で対象の2成分を分析可能でした。さらに、PDA検出器を使用することにより、得られたピークが目的成分であることを保持時間とUVスペクトルの一致から確認できました。

Nexera、Shim-pack ArataおよびSHIMADZU LabTotalは、株式会社 島津製作所の日本およびその他の国における商標です。