

Application News

No. L459

高速液体クロマトグラフィー
High Performance Liquid Chromatography

新規カラム “Shim-pack MAqC-ODS I” による水溶性ビタミンの一斉分析

Simultaneous Determination of Water-soluble Vitamins by Newly Developed “Shim-pack MAqC-ODS I” Column

ビタミンは生体内の代謝に関して重要な働きをする物質で、体内で合成できない又は必要量を十分に合成できないため、常に食事などで摂取する必要があります。

ビタミンは水溶性ビタミンと脂溶性ビタミンの二種に分類でき、分析には高速液体クロマトグラフが広く利用されています。そのうち、水溶性ビタミンには極性の高い塩基性成分が多く、これらの成分は逆相モードでは保持が弱いことが知られています。このため、一般的にはイオンペア試薬を用いて分析しています。

しかし、イオンペア試薬を用いた場合、グラジエント溶離が利用し難いため、分析時間が長くなってしまったり、溶出の遅い成分のピークが広がってしまい、感度上昇が困難だったりします。また、移動相調製に手間がかかる、カラムのコンディショニングに時間がかかるという点が課題でした。

ここでは、新たに開発した “Shim-pack MAqC-ODS I” カラムを用いて、移動相にイオンペア試薬を添加せずに水溶性ビタミンの一斉分析を行った例をご紹介します。

A. Uchida M. Ogaito

Shim-pack MAqC-ODS I の概要

Outline of Shim-pack MAqC-ODS I

Shim-pack MAqC-ODS I は金属を含有させたシリカゲルにオクタデシルシリル基を導入した逆相カラムです。金属の含有により、ODS による疎水性相互作用に加えて、陽イオン交換作用を有します。

これにより、塩基性化合物の保持が増大し、従来は移動相にイオンペア試薬として、アルキルスルホン酸ナトリウム（例えば、1-ヘキサンスルホン酸ナトリウム）を要した分析（イオンペアクロマトグラフィー）を通常の緩衝液のみで分析することが可能となります。

イオンペアクロマトグラフィーは、グラジエント溶離における再平衡化に時間を要するためスループットの向上が困難であり、一方、アイソクラティック溶離では、溶出の遅い成分のピークブロードニングによる感度低下が発生するなど、一斉分析への応用は必ずしも相応しいものではありません。

Shim-pack MAqC-ODS I の利用により、イオンペア試薬を使用せずに高極性塩基性化合物を保持できることから、グラジエント溶離を使用することができます。その結果として、高極性塩基性化合物と他の成分の一斉分析において時間短縮や感度向上を達成することが可能になります。

このような特長は、塩基性化合物の多い医薬品不純物分析や、水溶性ビタミンの一斉分析などに威力を発揮します。

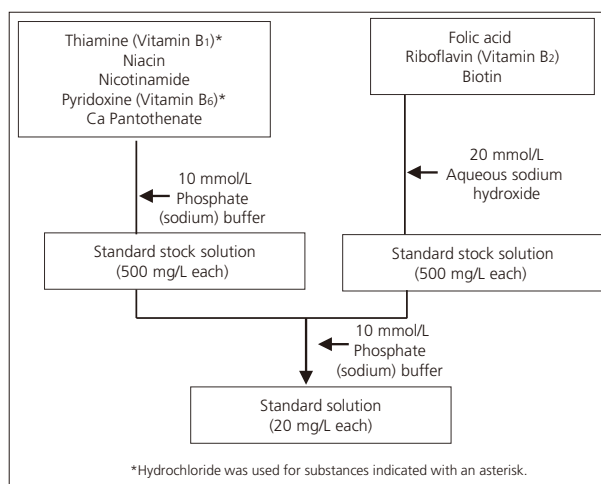
標準試料の分析

Analysis of Standard Solution

標準溶液の調製手順を Fig. 1 に示します。葉酸、リボフラビン、ビオチンは水に溶けにくいので、希アルカリ水溶液に溶かした後に 10 mmol/L のりん酸（ナトリウム）緩衝液（pH 2.6）で希釈しました。標準溶液は各 20 mg/L となるように調製しました。

Shim-pack MAqC-ODS I を用いた分析例を Fig. 2 に、分析条件を Table 1 に示します。また、比較としてイオンペア試薬を添加した移動相を使用して、一般的な ODS カラムである Shim-pack VP-ODS の分析例を Fig. 3 に、分析条件を Table 2 に示します。

Shim-pack MAqC-ODS I では、グラジエント溶離が可能なので、分析時間が短縮できるとともに、溶出の遅い成分でもピーク形状がシャープになっていることが分かります。



*Hydrochloride was used for substances indicated with an asterisk.

Fig. 1 標準試料調製
Standard Solution Preparation

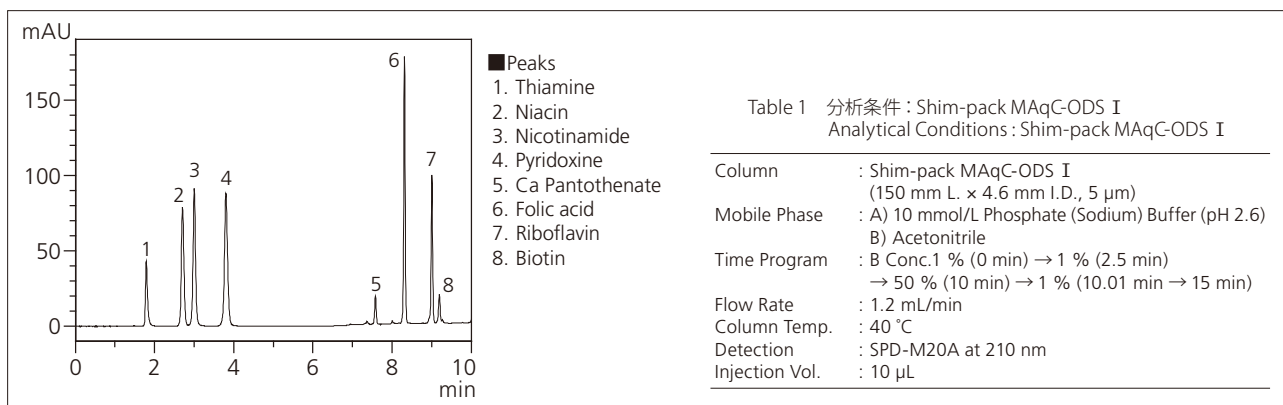


Fig. 2 標準溶液 8 成分のクロマトグラム (Shim-pack MAqC-ODS I)
Chromatogram of A Standard Mixture of 8 Water soluble Vitamins (Shim-pack MAqC-ODS I)

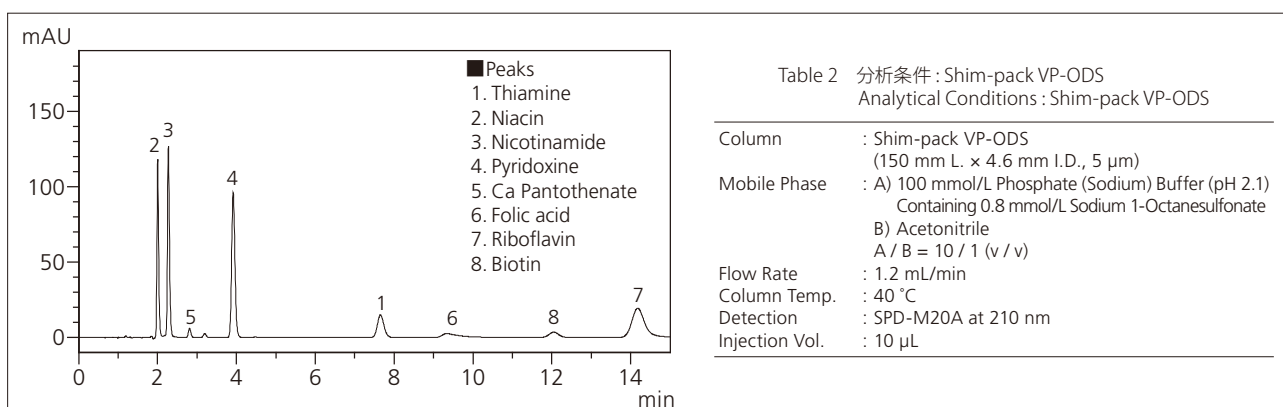


Fig. 3 標準溶液 8 成分のクロマトグラム (Shim-pack VP-ODS)
Chromatogram of A Standard Mixture of 8 Water soluble Vitamins (Shim-pack VP-ODS)

■ マルチビタミン錠剤の分析

Analysis of Multivitamin Tablet

Fig. 5 は、Shim-pack MAqC-ODS I を用いて分析したマルチビタミン錠剤のクロマトグラムです。分析条件は、Table 1 と同じです。

前処理方法は、Fig. 4 に従って行いました。

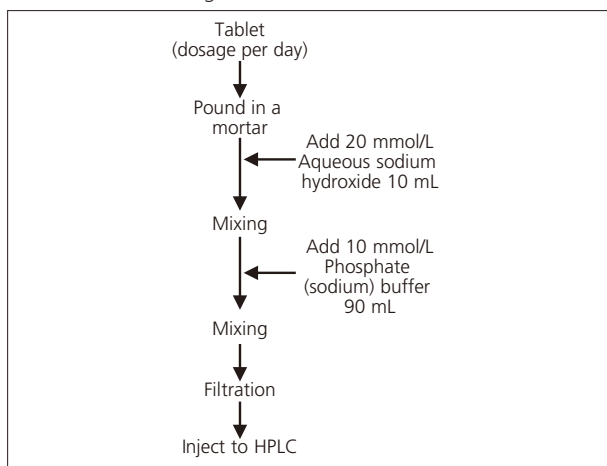


Fig. 4 サンプルの前処理手順
Sample Preparation Scheme

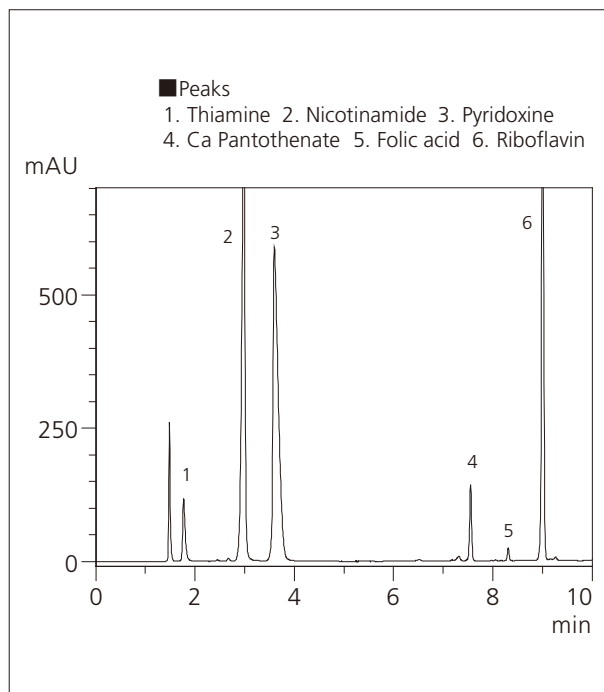


Fig. 5 マルチビタミン錠剤のクロマトグラム
Chromatogram of Multivitamin Tablet

Shim-pack MAqC-ODS I は、エーザイ株式会社との共同開発製品です。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

初版発行: 2014年5月

島津コールセンター ☎ 0120-131691
(075) 813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。

<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。

3100-05402-510-1K
2014.5