

高速液体クロマトグラフィー No. L243

HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY

ヘキサヨード白金酸を用いた含硫黄化合物の HPLCポストカラム誘導体化法

Post-column Derivatization Using Hexaiodoplatinate Reagent for Determination of Sulfur-containing Compounds by High Performance Liquid Chromatography

ヨード白金酸水溶液は酸性条件下で褐色を呈していますが、含硫黄化合物と反応して退色することが知られています。これは、白金原子に配位したヨウ素イオンに含硫黄化合物が置き換わる反応、すなわち配位子交換反応がおこるためと考えられています。今回は、この反応をHPLCのポストカラム誘導体化検出法に応用し、含硫黄化合物の定量を行いました。対象成分はメチオニン、シスチンとしました。(S.Kawano)

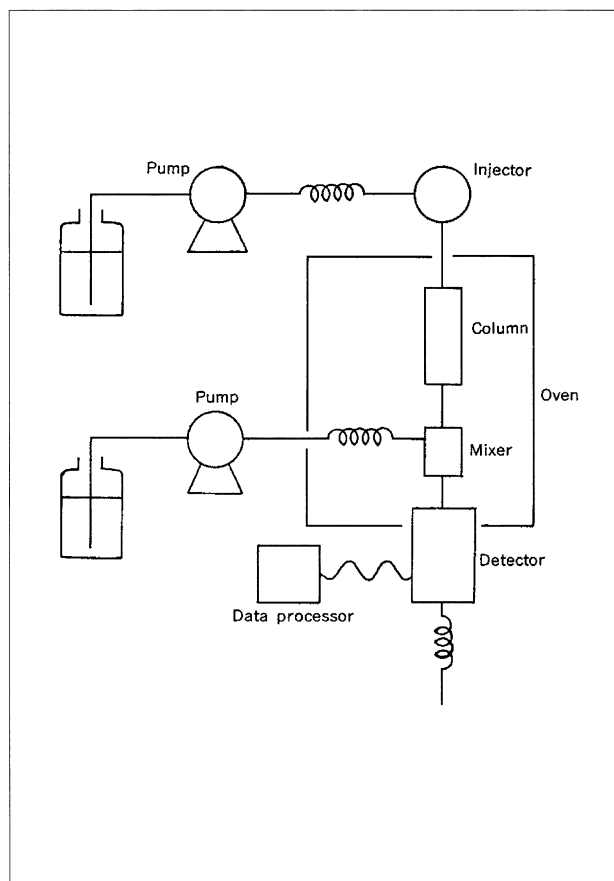


Fig.1 システム図
Flow Diagram of HPLC for Sulfur-containing Compounds

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

分離条件	
カラム	: STR ODS-II (4.6mmI.D.×150mmL)
移動相	: 混合液 (混合比) メチオニンの場合 A/B=5/2(v/v) シスチンの場合 A/B=8/1(v/v) A液: 5mM 1-オクタンスルホン酸ナトリウムを含む 100mMりん酸 (ナトリウム) 緩衝液 (pH2.2) B液: メタノール
流量	: 0.6 mL/min
温度	: 40
検出条件	
反応試薬	: 100 μ Mヘキサクロロ白金酸 および100mMヨウ化カリウムを含む 100mMりん酸 (ナトリウム) 緩衝液 (pH2.2)
流量	: 0.6mL/min
温度	: 40 (メチオニンの場合) 90 (シスチンの場合)
反応部容量	: 400 μ L
検出器	: SPD-10AV
波長	: 500nm
Response	: 4
AUX RANGE	: 2
Polarity	: —

■メチオニンの検量線

Fig.2にメチオニンの検量線を示します。メチオニンの絶対注入量50pmole~10nmoleの範囲で $r^2=0.999$ 以上が得られました。また、S/N=3でのメチオニンの絶対注入量による検出限界値は70pmoleでした。

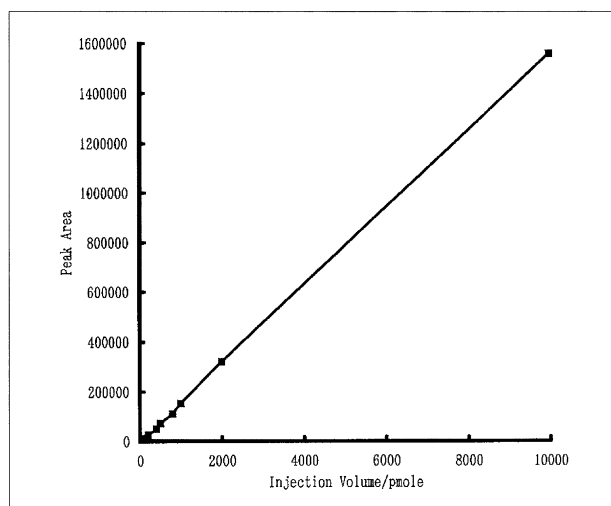


Fig.2 メチオニンの検量線
Calibration Curve for Methionine

■シスチンの分析における本法（間接500nm吸光度検出）と直接215nm吸光度検出によるクロマトグラムの比較

Fig.3に示すように、シスチン200nmole/mL水溶液を10 μ L注入した場合、本法により、215nmでの直接吸光度検出法の約8倍の感度が得られました。

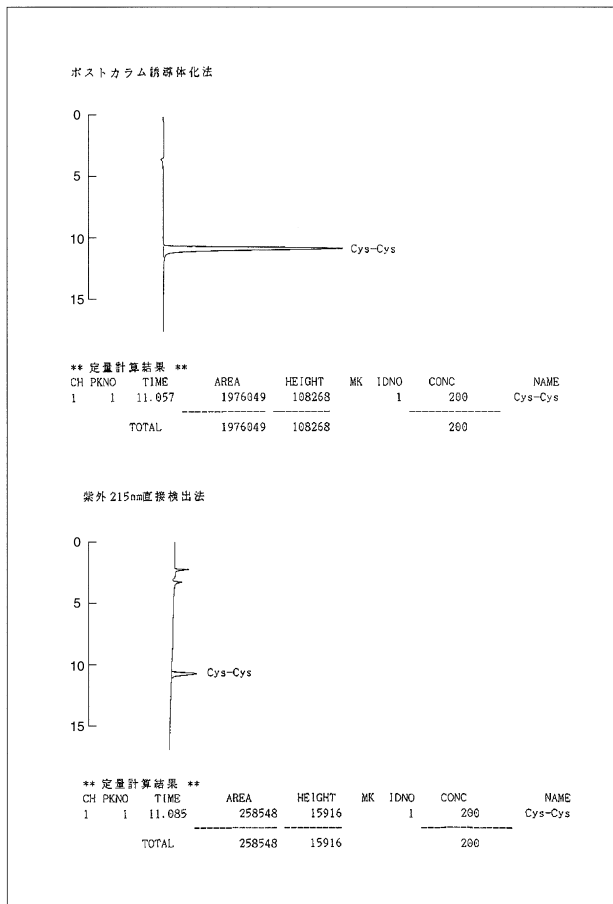


Fig.3 本法（間接500nm検出）と紫外215nm（直接検出）によるクロマトグラムの比較
Comparison in Sensitivity between Post-column Derivatization and Direct Absorption Detection

■実試料の分析

Fig.4に市販コールドパーマ液の分析例、Fig.5に市販アミノ酸輸液の分析例をそれぞれ示します。

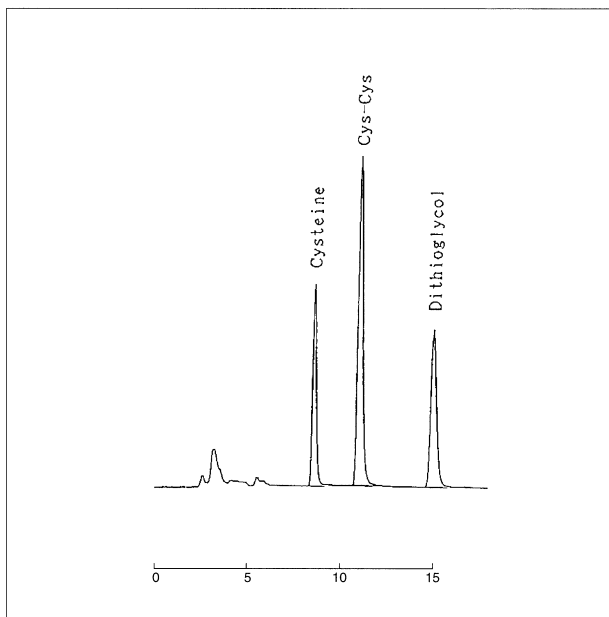


Fig.4 コールドパーマ液のクロマトグラム
Chromatogram of a Solution for Cold Permanent Wave

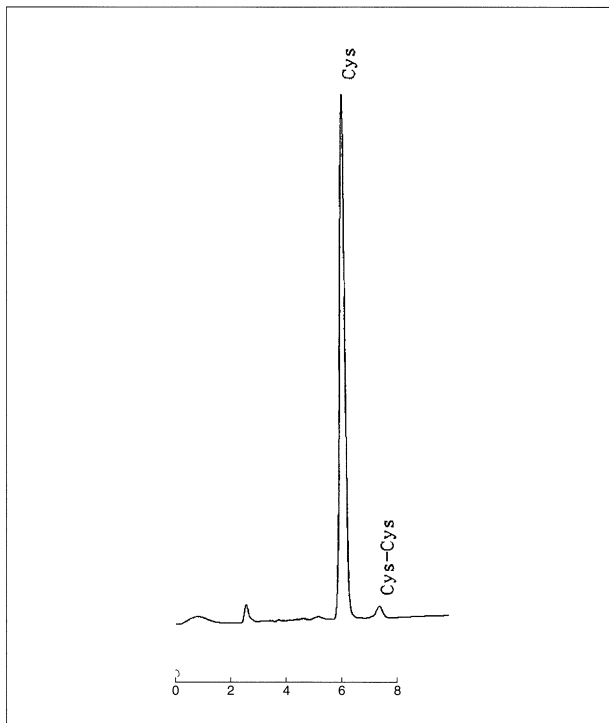


Fig.5 輸液のクロマトグラム
Chromatogram of Infusion

初版発行：1996年11月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

● 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(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。