

医薬品 – pHと保持挙動 – Drugs

溶離液のpHを変えると、解離性物質の保持挙動が変わります。

ここでは、酸性物質のケトプロフェン、イブプロフェン、インドメタシン、弱酸性物質のイソプロピルパラベン、両性物質のフェキシフェナジン、塩基性物質のフルボキサミン、トリプロリジン溶離液のpHを変えて分析しました。また、塩基性医薬品のアミトリプチリン、プロプラノロールでも、溶離液のpHを変えて分析しました。

L-column3 は、pH 12で使用可能なので、溶離液のpHを大きく変えることができ、吸着がない、シャープなピークが得られます。

キーワード : C18, ODS, オクタデシルシリル化シリカゲル, 医薬品
Key words : Octadecyl silanized silica gel, Drugs
Column : L-column3 C18 (USP category: L1)

[Analytical conditions]

Column : L-column3 C18 (C18, 5 μ m, 12 nm); 2.1 mm I.D. \times 150 mm L.; Cat. No. 812020

Eluent : A: CH₃CN; B: 25 mM Phosphate buffer
A/B, 20/80-70/30 (0-20 min)

Flow rate : 0.3 mL/min

Temperature : 40 $^{\circ}$ C

Detection : UV 220 nm

Injection volume : 1 μ L

System : NEXERA (SHIMADZU CORPORATION)

Sample : 1. Ketoprofen; 2. Ibuprofen; 3. Indometacin; 4. Isopropyl 4-hydroxybenzoate; 5. Fexofenadine
6. Fluvoxamine; 7. Triprolidine

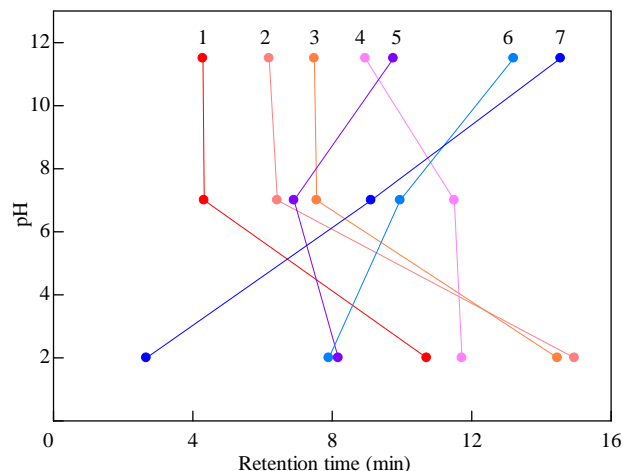
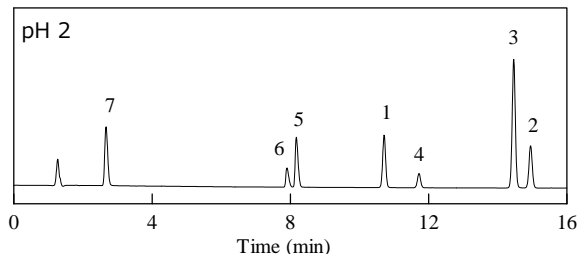
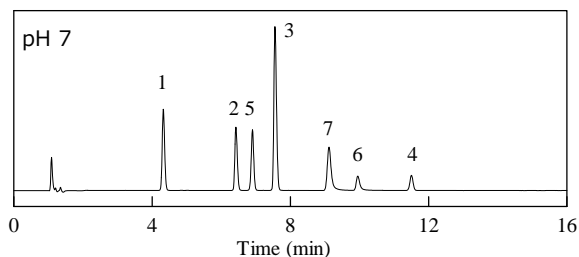
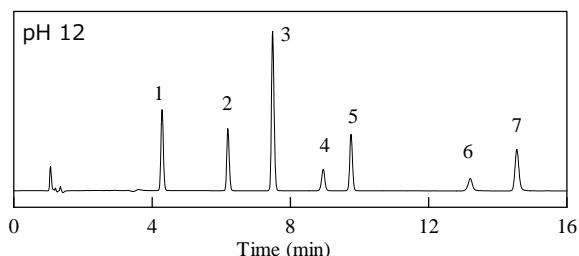


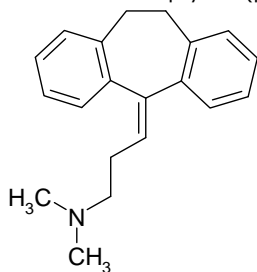
Fig. 1 Chromatogram of Drugs.

Fig. 2 Comparison of Retention time.

一般に酸性物質は溶離液のpHが低くなると保持は大きくなります。逆に塩基性物質は溶離液のpHが低くなると保持は小さくなります。アルカリ性溶離液を用いると、酸性から中性域とは異なる分離パターンが得られる可能性が高く、分離の改善が期待できます。

[Analytical conditions]

Column : L-column3 C18 (C18, 5 μ m, 12 nm); 2.1 mm I.D. \times 150 mm L.; Cat. No. 812020
 Eluent : A: CH₃CN; B: Aqueous solution
 A/B, 40/60-90/10-90/10 (0-10-12 min)
 Flow rate : 0.3 mL/min
 Temperature : 40 $^{\circ}$ C
 Detection : ESI-MS/MS(+)
 Injection volume : 1 μ L
 System : MS/MS: 3200 Q TRAP (SCIEX)
 Sample : Amitriptyline (pKa 9.4)



5 mM NH₃ in H₂O
 5 mM HCO₃NH₄ in H₂O
 5 mM CH₃COONH₄ in H₂O
 5 mM HCOONH₄ in H₂O
 0.1% HCOOH in H₂O

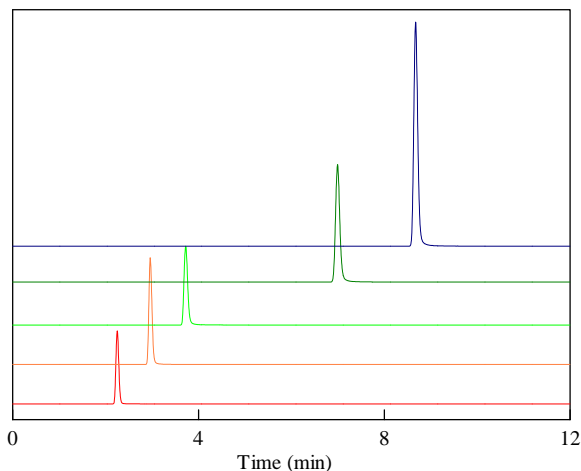


Fig. 3 Mass chromatogram of Amitriptyline.

[Analytical conditions]

Column : L-column3 C18 (C18, 5 μ m, 12 nm); 2.1 mm I.D. \times 150 mm L.; Cat. No. 812020
 Eluent : A: CH₃CN; B: 25 mM Phosphate buffer
 A/B, 50/50-70/30 (0-15 min)
 Flow rate : 0.2 mL/min
 Temperature : 40 $^{\circ}$ C
 Detection : UV 255 nm
 Injection volume : 1 μ L
 System : NEXERA (SHIMADZU CORPORATION)
 Sample : Propranolol (pKa 9.5)

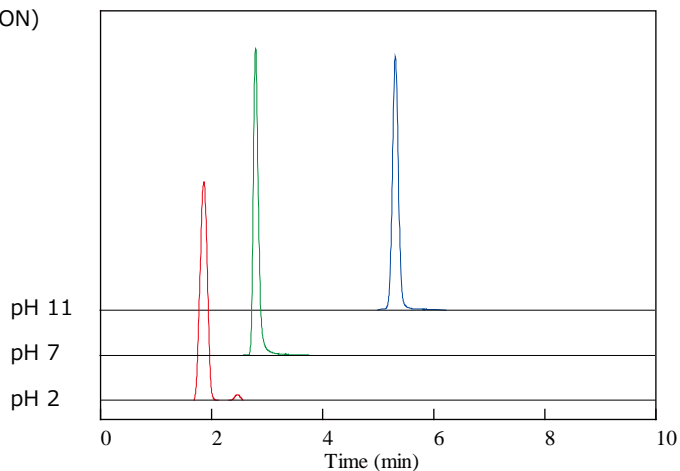
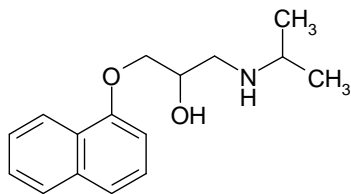


Fig. 4 Chromatogram of Propranolol.

微量分析で使用されること多いLC/MSでは、ピーク強度が重要です。pHが高くなると、塩基性物質のピーク強度が向上します。塩基性物質の分析において十分な保持とピーク強度が得られるのは、アルカリ性溶離液を用いる利点です。