



～アプリケーションデータ～

HILIC モードによる配糖体の分析 & ピーク形状

Keywords : 配糖体、ゲニポシド、ゲニポシド酸、ピーク形状

ゲニポシドは生薬サンシシ中に含まれるイリノイド配糖体であり、胆汁分泌亢進作用のほか下痢を起こす作用があることも知られています。ゲニポシド酸は杜仲茶に含まれる配糖体の代表的な成分であり、高コレステロール、高血圧、高脂血症の軽減など生活習慣病の予防効果があるとされています。

これらの物質はともに配糖体であるため親水性が高く、ODS カラムを用いた疎水性相互作用では保持が弱くなり、夾雑成分との分離が困難になることが予想されました。

ここではPC HILIC を用い、このような親水性化合物を有機溶媒（アセトニトリル）比率の高い移動相下で効果的に保持させた分析例を紹介します。

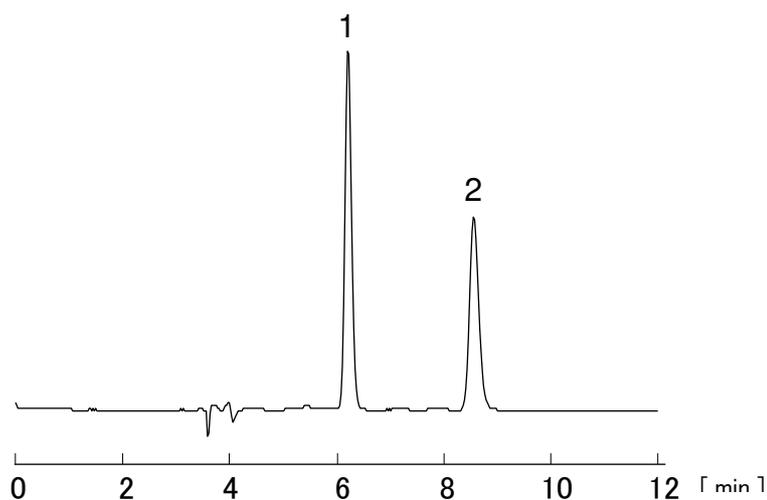
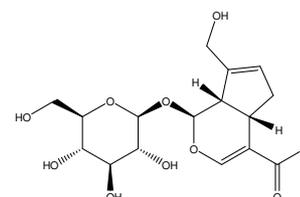
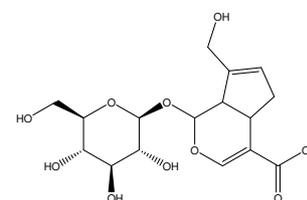


図1 標準品によるクロマトグラム



1. ゲニポシド (M.W. 388.4)
100 µg / mL



2. ゲニポシド酸 (M.W. 374.3)
100 µg/mL

【HPLC Conditions】

Column	: PC HILIC S5 ; 2.0 mm i.d. × 250 mm
Mobile phase	: 0.1 vol% CH ₃ COOH, H ₂ O / CH ₃ CN = 10 / 90
Flow rate	: 200 µL/min
Temperature	: 40 °C
Detection	: UV 254 nm
Inj.vol.	: 2 µL
Sample dissolved in	: H ₂ O / CH ₃ CN = 10 / 90

HILIC モードにおいて試料溶液中の有機溶媒濃度の違いはどんな影響を示すでしょうか？

HILIC は、充填剤表面に存在する水の相と比較的有機溶媒含有量の多い移動相との間で物質を分配させる順相クロマトグラフィーといえます。そのため移動相中の水%は保持力に、また試料溶媒中の水%はピーク形状に大きな影響を与えます。

ここでは移動相の水%を一定にした系において、試料溶媒中の水%がピーク形状に与える影響について示します。

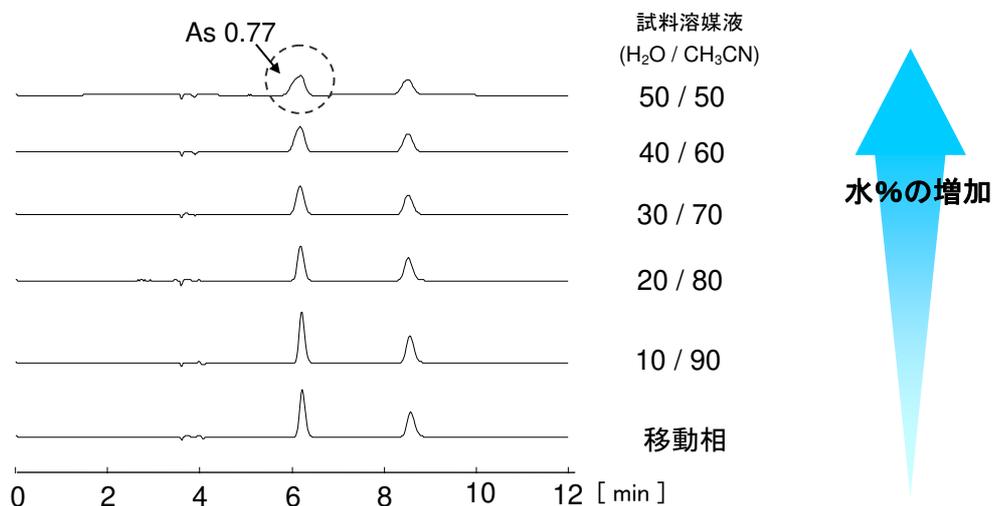


図 2 試料溶媒中の水%の違いによる影響

図 2 からわかるように、試料溶媒中の水%の増加に伴いゲニポシド及びゲニポシド酸のピーク形状が幅広くなる傾向にあることが認められます。また、これらの試料を移動相に溶かした場合のクロマトグラムも併せて示しました。有機溶媒%が同一であれば(90%)、これらのピーク形状に差はほとんど認められませんでした。

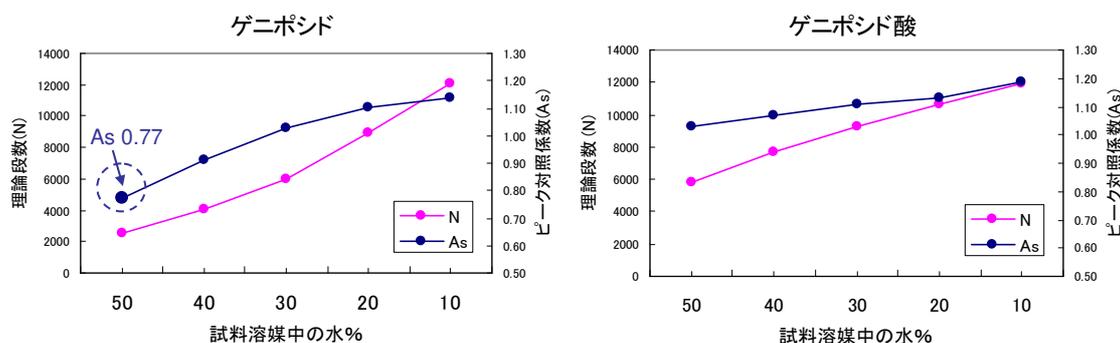


図 3 ゲニポシドおよびゲニポシド酸の理論段数(N)とピーク対照係数(As)の変化

図 3 から、試料溶媒中の水%増加に伴いゲニポシド及びゲニポシド酸の理論段数は低下し、特にゲニポシドのピーク形状にリーディングが認められる傾向にあることがわかります。これは親水性相互作用モードにおける分配が、試料溶媒中の水%の増加にともない移動相側にずれたためと考えられます。また、ゲニポシド及びゲニポシド酸の理論段数の変化はゲニポシドに比較して保持の大きいゲニポシド酸のほうが小さくなっています。

以上より、PC HILIC を用いた場合の試料溶媒中の溶液組成は移動相と同一にすることが最も望ましいと考えられるのと同時に、保持力を大きくする移動相設計を行うことによって試料溶媒中の水%による影響を小さくすることができると考えられます。



株式会社大阪ソーダ
ヘルスケア事業部営業部
〒550-0011 大阪市西区阿波座一丁目 12 番 18 号
TEL: 06-6110-1598 FAX: 06-6110-1612
E-mail: silica@osaka-soda.co.jp
HP: <https://sub.osaka-soda.co.jp/HPLC/>



アプリケーションの検索はこちら。

<https://sub.osaka-soda.co.jp/HPLC/sys/ap>