

103-99

問題文

以下は日本薬局方アセトアミノフェンの純度試験(液体クロマトグラフィー)の記述の一部である。次の記述のうち、正しいのはどれか。2つ選べ。

操作条件

検出器：A 紫外吸光光度計(測定波長：225nm)

カラム：内径約4mm、長さ約15cmのステンレス管に5 μ mの液体クロマトグラフィー用 B オクタデシルシリル化シリカゲル を充填する。

カラム温度：40℃付近の一定温度

移動相：C pH4.7 の0.05mol/L リン酸二水素カリウム試液／メタノール混液(4：1)

流量：アセトアミノフェンの保持時間が約5分になるように調整する。

カラムの選定：本品及び4-アミノフェノール塩酸塩0.01gずつをメタノール1mLに溶かし、移動相を加えて50mLとする。この液1mLをとり、移動相を加えて10mLとする。この液10 μ Lにつき、上記の条件で操作するとき、(D)の順に溶出し、その E 分離度が7 以上 のものを用いる。

1. Aの検出器の光源には、通常、キセノンランプが用いられる。
2. Bのオクタデシルシリル化シリカゲルは順相系の固定相である。
3. Cの移動相中のメタノール含量を増やすと、アセトアミノフェンの保持時間は短くなる。
4. Dは、アセトアミノフェン、4-アミノフェノールの順である。
5. Eの条件をみたととき、分離度が1.5以上であるので、2つのピークは完全分離している。

解答

3, 5

解説

選択肢 1 ですが

UV の光源は重水素ランプです。キセノンランプは 蛍光吸収法の光源として用います。よって、選択肢 1 は誤りです。

※以下、クロマトグラフィー＝ **CG** と表記します。

選択肢 2 ですが

まず、逆相CGが、流すのが水のような極性溶媒で 固定相が疎水性です。従って、順相はその逆です。固定相は「親水性」でなければなりません。で、シリカゲルだったら親水性です。水を吸う乾燥剤として用いられていることから 判断できると思われます。「オクタデシル化」とは、オクタデシルが C18 のことなので、長い炭素付けて疎水性にした ということです。つまり「オクタデシル化シリカゲル」は「疎水性」です。よって、「逆相系の固定相」に用いられます。

以上より、選択肢 2 は誤りです。

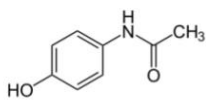
選択肢 3 は、正しい記述です。

メタノールは親水性の移動相です。メタノール含量を増やせば 水性物質が溶けやすくなり、より速くパ〜っと流れていくことになります。つまり保持時間は短くなります。

選択肢 4 ですが

アセトアミノフェンと 4-アミノフェノールの構造を比較すると、4-アミノフェ

ノールの方が親水性と 考えられます。（アセトアミノフェンは、 4-アミノフェノールのアミノ基のHが アセチル基になった構造だからです。）



アセトアミノフェン

従って、溶出順は 先に4-アミノフェノールです。 よって、選択肢 4 は誤りです。

選択肢 5 は、正しい記述です。

以上より、正解は 3,5 です。