

高速高分離分析の応用（その1） 新規高性能カラム “ Shim-pack XR-ODS ” 登場

High Speed with High Resolution Analysis (Part1)
Introducing Newly Developed “Shim-pack XR-ODS” Column

近年、分析業務の効率化をはかるため、HPLC分析の大幅な時間短縮が注目されています。HPLCにおいて分析時間を短縮するには、カラム長さを短くする、移動相流量（線速度）を高めるというアプローチが考えられますが、汎用カラム（粒子径5 μm程度）を用いてこれらのアプローチを試みると、カラム効率の低下により分離が損なわれてしまい、期待する結果が得られない場合が多くあります。

このため、分離の高速化をめざし、最近では充てん剤をより微細化（サブ2 μm）したカラムが用いられています。このメリットとしては、カラム単位長さあたりの分離効率を高めることができる、高線速度領域においてカラム効率を維持できることが挙げられますが、反面、カラムの圧力損失は充てん剤粒子径の二乗に反比例して増大するため、カラムや装置への圧力負荷が大きくなり、使用可能な装置に限られる、あるいはカラム長さが制限されるなどの不都合が生じます。

新しく開発された “ Shim-pack XR-ODS ” は、粒子径として “ 2.2 μm ” を採用し、高速と高分離の両立に加えて、扱いやすさを重視した高性能カラムで、以下のような特長があります。

最小理論段高さ*が汎用カラムの1/2以下と小さいため、カラム長さを短くしても高分離を維持することができる。

（*：一理論段を得るためのカラム長さ）

最適移動相流量が汎用カラムの2倍以上と高い。

ほとんどの分析条件において最適移動相流量における圧力損失が30MPa以下である。

このように、“ Shim-pack XR-ODS ” は、圧力損失が小さいため、サブ2 μmカラムのように高耐圧専用装置が不要で、通常の装置で高速高分離分析が実現できます。

ここでは、“ Shim-pack XR-ODS ” を用いた高速高分離分析例についてご紹介します。

T.Yamaguchi

Shim-pack XR-ODSの性能

Performance of Shim-pack XR-ODS

Fig.1は、アルキルフェノン類7成分標準液（各100 mg/L）をShim-pack XR-ODS（上段）と汎用カラムShim-pack VP-ODS（下段）で分析を行った例で、Table 1にその分析条件を示します。Shim-pack XR-ODSでは、移動相線速度をShim-pack VP-ODSの約3倍に高めて分析することにより、高分離を保ちつつ1サイクルの分析時間を1/5以下に短縮することができました。またオクタノフェノンの理論段数を比較したところ、両カラムで同等の理論段数が得られました。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack XR-ODS (75 mmL. × 3.0 mmI.D., 2.2 μm) Shim-pack VP-ODS (150 mmL. × 4.6 mmI.D., 4.6 μm)
Mobile Phase	: Water / Acetonitrile = 3 / 7 (v / v)
Flow Rate	: 1.2 mL/min (XR-ODS) 1.0 mL/min (VP-ODS)
Column Temp.	: 40 °C
Injection Vol.	: 4 μL (XR-ODS) 10 μL (VP-ODS)
Detection	: SPD-20A at 245 nm
Flow Cell	: Semi-micro cell (XR-ODS) Conventional cell (VP-ODS)

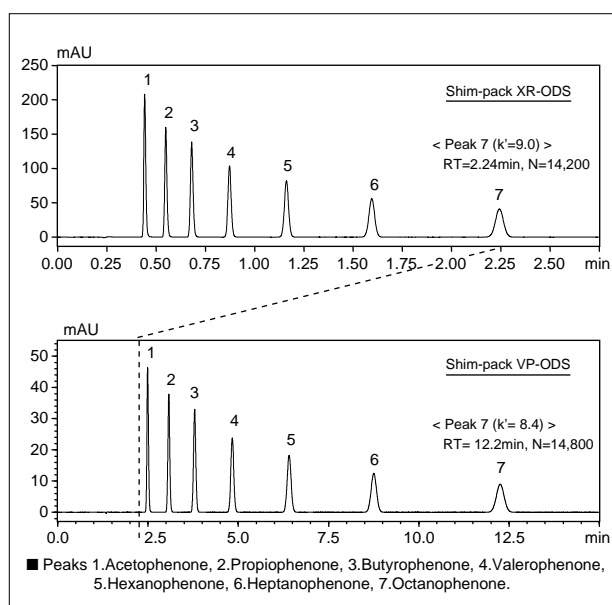


Fig.1 XR-ODSとVP-ODSの比較 - アルキルフェノン類7成分のクロマトグラム
Comparison of XR-ODS and VP-ODS
- Chromatograms of a Standard Mixture of 7 Alkylphenones

PTC-アミノ酸の高速高分離例

High Speed Analysis of PTC-Amino Acids

アミノ酸は、PITC（フェニルイソチオシアネート）試薬を用いるプレカラム誘導体化法によりPTC（フェニルチオカルバミル）誘導体に変換することにより、UV検出器を用いて分析することができます。Fig.2は、PTC-アミノ酸18成分標準液（各100 μmol/L）の分析例で、Table 2に分析条件を示します。わずか4分以内に良好な分離が得られているのがわかります。

Table 2 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack XR-ODS (75 mmL. × 3.0 mmI.D., 2.2 μm)
Mobile Phase	: A ; 10 mmol/L (Potassium) phosphate (pH7.0) B ; Acetonitrile Linear gradient B 5 % (0-0.3 min)→40 % (3.4 min)
Flow Rate	: 1.2 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Vol.	: 4 μL
Detection	: SPD-20A at 254 nm
Flow Cell	: Semi-micro cell

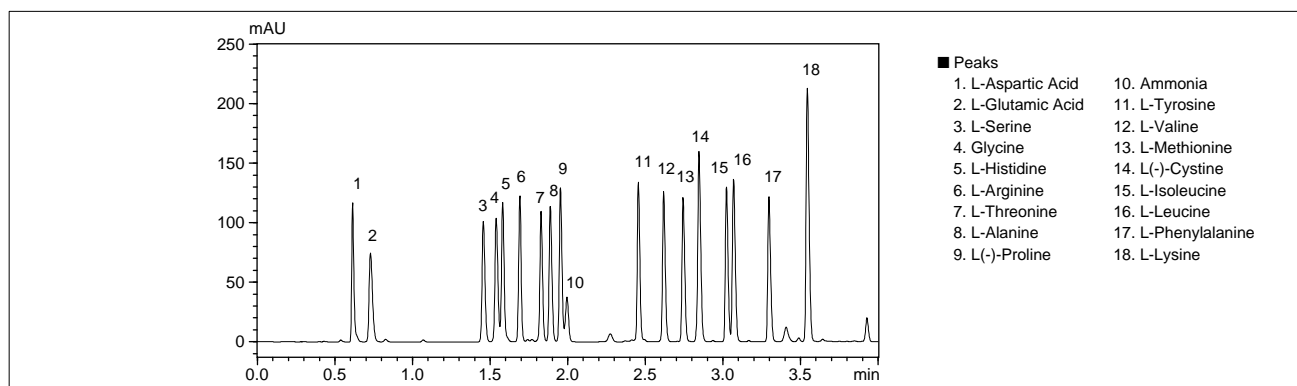


Fig.2 PTC-アミノ酸18成分のクロマトグラム
Chromatogram of a Standard Mixture of 18 PTC-Amino Acids

DNPH-アルデヒド・ケトン類の高速分析例

High Speed Analysis for DNPH-Aldehydes and Ketones

室内や大気中のアルデヒド・ケトン類は、2,4-DNPH（2,4-ジニトロフェニルヒドラジン）試薬を用いるプレカラム誘導体化法によるHPLC分析が一般に用いられています。Fig.3は、アルデヒド・ケトン類13成分の2,4-DNPH誘導体標準液（各30 μmol/L）の分析例で、Table 3に分析条件を示します。

Table 3 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack XR-ODS (75 mmL. × 3.0 mmI.D., 2.2 μm)
Mobile Phase	: A ; Water/THF=8/2 (v/v) B ; Acetonitrile Linear gradient B 20 %→50 %, 5 min
Flow Rate	: 1.2 mL/min
Column Temp.	: 50 °C
Injection Vol.	: 4 μL
Detection	: SPD-20A at 360 nm
Flow Cell	: Semi-micro cell

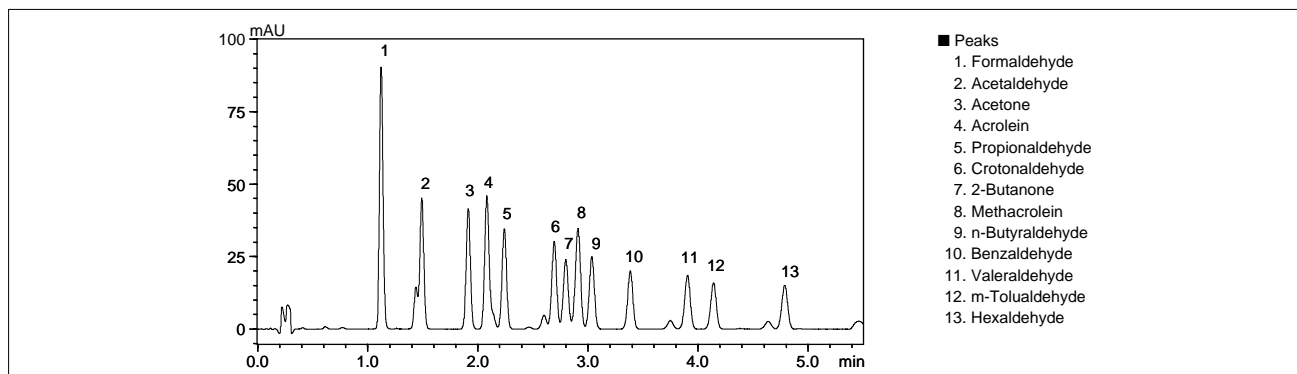


Fig.3 DNPH-アルデヒド・ケトン類13成分のクロマトグラム
Chromatogram of a Standard Mixture of 13 DNPH-Aldehydes and Ketones

初版発行：2006年11月
A改訂版発行：2006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。