

# 高速高分離分析の応用（その18） 新規高性能カラム “ Shim-pack XR-ODS ” 登場

High Speed with High Resolution Analysis (Part 18)  
Introducing Newly Developed "Shim-pack XR-ODS II"

アプリケーションニュースNo.L341では、“ Shim-pack XR-ODS ”（粒子径2.2 $\mu$ m）が特別な高耐圧専用LCシステムを必要とせず、高速と高分離の両立を実現することをご紹介しました。

今回、医薬品中不純物や天然物など多成分分析で求められる一層の高分離ニーズに対応するため、“ Shim-pack XR-

ODS ”を開発しました。

ここでは、“ Shim-pack XR-ODS ”の概要と高速高分離分析例をご紹介します。

T. Yamaguchi

## Shim-pack XR-ODS の概要

Outline of Shim-pack XR-ODS II

“ Shim-pack XR-ODS ”は従来の“ Shim-pack XR-ODS ”の特長をそのままにカラム耐圧性を向上させ、ロングカラムあるいは低温での高分離分析、高粘性移動相を使用するアプリケーションなどに対応できるように設計されています。超高速高分離LCシステム“ Prominence UFLC<sub>XR</sub> ”（システム耐圧66MPa）との組み合わせにより、最大限の性能を発揮します。

UFLC用カラム	Shim-pack XR-ODS	Shim-pack XR-ODS II
特長	超高速 & 高分離分析	高速 & 超高分離分析
最大使用圧力	30 MPa	60 MPa
使用システム（推奨）	Prominence UFLC	Prominence UFLCXR
粒子径	2.2 $\mu$ m	2.2 $\mu$ m
細孔径	12 nm	8 nm
カラム長さ	30, 50, 75, 100 mm	75, 100, 150 mm
カラム内径	2.0, 3.0, 4.6 mm	2.0, 3.0 mm

## Shim-pack XR-ODS の性能

Performance of Shim-pack XR-ODS II

Fig.1は汎用カラム“ Shim-pack VP-ODS ”（上段）と同じカラム長さの“ Shim-pack XR-ODS ”（下段）を用いてアルキルフェノン類7成分標準混合液（各100 mg/L）を分析した例です。Table1にそれら分析条件を示します。

“ Shim-pack XR-ODS ”では移動相の線速度を“ Shim-pack VP-ODS ”の約3倍に高めて分析することにより、1サイクルの分析時間を短縮することができかつオクタノフェンにおいて約2倍の理論段数を得ることができました。

Table 1 分析条件  
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack VP-ODS (150 mmL. $\times$ 4.6 mmI.D., 4.6 $\mu$ m) Shim-pack XR-ODS II (150 mmL. $\times$ 3.0 mmI.D., 2.2 $\mu$ m)
Mobile Phase	: Water / Acetonitrile = 3 / 7 (v/v)
Flow Rate	: 1.0 mL / min
Column Temp.	: 40 $^{\circ}$ C
Injection Vol.	: 10 $\mu$ L (VP-ODS) 4 $\mu$ L (XR-ODS)
Detection	: SPD-20A at 245 nm
UV Cell	: Conventional Cell (VP-ODS) Semi-micro Cell (XR-ODS)

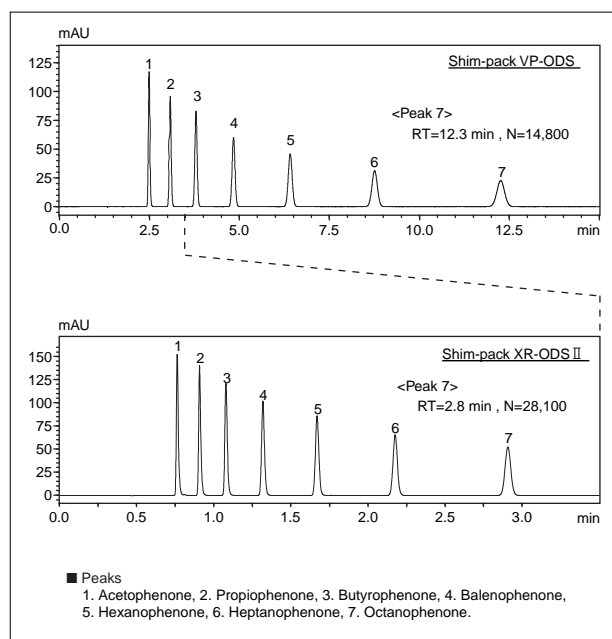


Fig.1 XR-ODS IIとVP-ODSの比較

- アルキルフェノン類7成分のクロマトグラム

(上段: Shim-pack VP-ODS 下段: Shim-pack XR-ODS II )  
Comparison of VP-ODS and XR-ODS II

- Chromatograms of a Standard Mixture of 7 Alkylphenones  
(Upper: Shim-pack VP-ODS, Lower: Shim-pack XR-ODS II)

## セファゾリンナトリウムの類縁物質試験

### Impurity Test of Cefazolin

日本薬局方におけるセファゾリンナトリウムの類縁物質試験では、5 g/Lのセファゾリンナトリウム溶液をHPLCにより分析し、セファゾリンに対するセファゾリン以外の溶出成分の面積比を求めることが記されています。

Fig.2にはセファゾリン溶液(5 g/L)を紫外可視吸光

度検出器 (SPD-20A) で分析した結果と、約1分から3分までを拡大したクロマトグラムを示します。またTable 2にはその分析条件を示します。幅広いダイナミックレンジを有するSPD-20Aにより、微細なピークを見逃すことなく高分離かつ高感度に検出できていることがわかります。

Table 2 分析条件  
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack XR-ODS II (150 mmL. × 3.0 mmI.D., 2.2 μm)
Mobile Phase	: A ; 20 mmol / L (Sodium) phosphate buffer (pH2.5) B ; Acetonitrile B Conc. 15 % (0 min) → 30 % (4 min) → 50 % (9 min)
Flow Rate	: 0.9 mL/min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Vol.	: 4 μL
Detection	: SPD-20A at 245 nm
UV Cell	: Semi-micro Cell

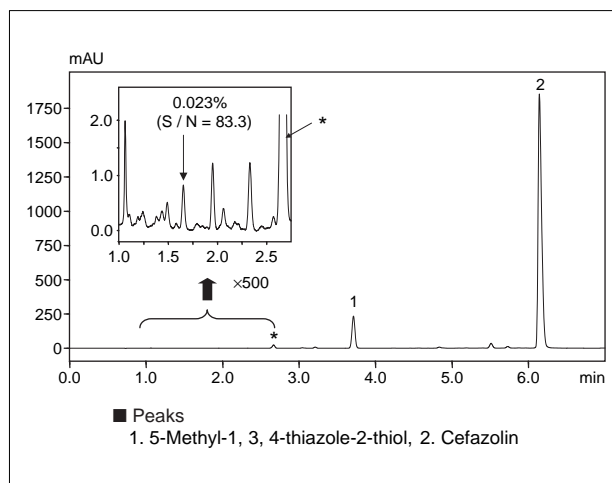


Fig.2 セファゾリンのクロマトグラム  
Chromatogram of Cefazolin

## 清涼飲料水の分析

### Analysis of Soft Drink

Fig.3に清涼飲料水を分析した結果を、Table 3にその分析条件を示します。清涼飲料水はメンブランフィルタ(孔径0.2 μm)でろ過後、4 μLを注入しました。

超高速高分離LCシステム“Prominence UFLCxR”は66MPaまでシステム耐圧を向上したことにより、高粘性移動相溶媒であるメタノールを用いた分析条件の場合においても高速化が可能となります。本分析におけるカラム負荷圧は43MPaとなりました。

Table 3 分析条件  
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack XR-ODS II (75 mmL. × 3.0 mmI.D., 2.2 μm)
Mobile Phase	: A ; 40 mmol / L (Sodium) acetate buffer (pH4.0) B ; Methanol A / B = 4 / 1 (v/v)
Flow Rate	: 1.0 mL / min
Column Temp.	: 40 °C
Injection Vol.	: 4 μL
Detection	: SPD-20A at 250 nm
UV Cell	: Semi-micro Cell

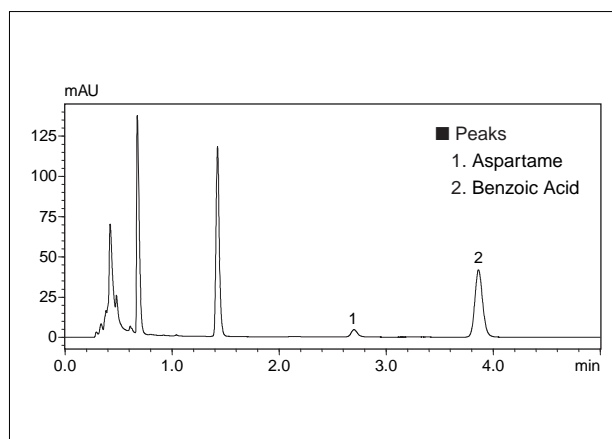


Fig.3 清涼飲料水のクロマトグラム  
Chromatogram of Soft Drink

初版発行：2008年10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。