

高速液体クロマトグラフ用充てんカラム

Shim-pack MAqC-ODS I

Shim-pack MAqC-ODS Iは金属を含有させたシリカゲルにオクタデシルシリル基を導入した逆相カラムです。金属の含有により、ODSによる疎水性相互作用に加えて、陽イオン交換作用を有します。塩基性化合物の保持が増大するので、従来は移動相にイオンペア試薬を要した分析も通常の緩衝液のみでの分析が可能となり、さらにグラジエント溶離を使用することができます。

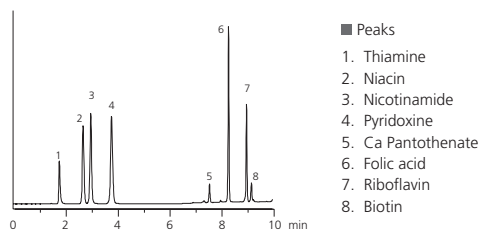
このような特長は、塩基性化合物の多い水溶性ビタミンや医薬品の分析に威力を発揮します。



▶ 水溶性ビタミンの一斉分析例

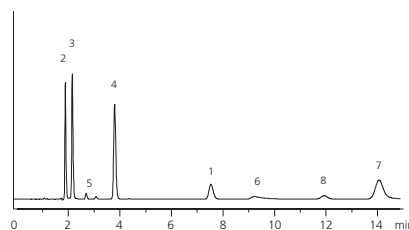
水溶性ビタミンは、極性の高い塩基性成分が多く、これらの成分は逆相モードでは保持が弱いことが知られています。このため、Shim-pack VP-ODSのような一般的なODSカラムでは、イオンペア試薬を移動相に添加して分析します。しかし、イオンペア試薬を用いた場合グラジエント溶離が利用し難いため、溶出の遅い成分のピークが広がってしまい、感度向上が困難です。また、移動相調製に手間がかかることやカラムのコンディショニングに時間がかかるという点も課題でした。Shim-pack MAqC-ODS Iでは、グラジエント溶離が可能のため分析時間が短縮できるとともに、溶出の遅い成分でもシャープなピークが得られ、例えば、通常のODSカラムで最後に溶出するリボフラビンでは約2.3倍の高感度化も達成できました。

Shim-pack MAqC-ODS I



カラムサイズ	150 mm L. × 4.6 mm I.D., 5 μm
移動相	A) 10 mmol/L リン酸 (Na) 緩衝液 (pH 2.6) B) アセトニトリル
タイムプログラム	B Conc. 1% (0 min) → 1% (2.5 min) → 50% (10 min) → 1% (10.01 min) → 15 min
検出	UV 210 nm
流量	1.2 mL/min
注入量	10 μL
カラム温度	40 °C

Shim-pack VP-ODS

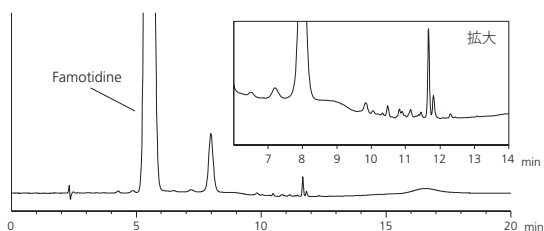


カラムサイズ	150 mm L. × 4.6 mm I.D., 5 μm
移動相	A) 0.8 mmol/L 1-オクタンスルホン酸Naを含む 100 mmol/L リン酸 (Na) 緩衝液 (pH 2.1) B) アセトニトリル A/B = 10/1 (v/v)
検出	UV 210 nm
流量	1.2 mL/min
注入量	10 μL
カラム温度	40 °C

▶ 医薬品不純物の分析例

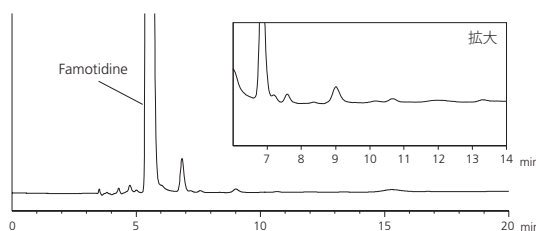
医薬品の多くは塩基性化合物です。医薬品の不純物である未反応の原料や副生成物・分解物も同様に、高極性の塩基性成分が大部分を占めます。不純物ピークの解析にLC/MSを用いる場合、不揮発性のイオンペア試薬が含まれていると分析は困難です。以下のファモチジンの分析例でShim-pack MAqC-ODS Iで分析した際に用いた移動相では、自動前処理システム Co-Sense for LC/MS等を利用して移動相の脱塩を行うことで、LC/MS測定も可能です。なお、比較のShim-pack VP-ODSでの分析条件は、第十六改正日本薬局方に従っています。通常のODSカラムでは12種の不純物が検出されましたが、Shim-pack MAqC-ODS Iでは、分離特異性およびグラジエント溶離の活用により20種の不純物を検出することができました。

Shim-pack MAqC-ODS I



カラムサイズ	150 mm L. × 4.6 mm I.D., 5 μm
移動相	A) 10 mmol/L リン酸 (Na) 緩衝液 (pH 2.6) B) アセトニトリル
タイムプログラム	B Conc. 8% (0 min) → 8% (5 min) → 50% (12 min) → 8% (12-20 min)
検出	UV 254 nm
流量	1.0 mL/min
注入量	5 μL
カラム温度	25 °C

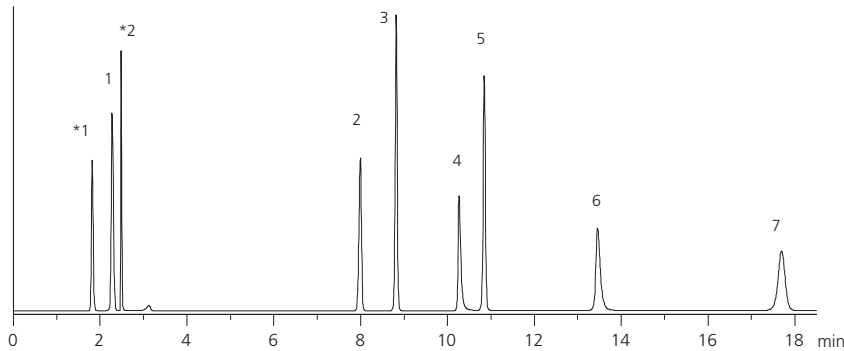
Shim-pack VP-ODS



カラムサイズ	150 mm L. × 4.6 mm I.D., 5 μm
移動相	1-ヘプタンスルホン酸ナトリウム 2 g を水 900 mL に溶かし、酢酸 (100) を加えて pH3.0 に調整した後、水を加えて 1000 mL とする。この液にアセトニトリル 240 mL 及びメタノール 40 mL を加える。
検出	UV 254 nm
流量	0.5 mL/min
注入量	5 μL
カラム温度	25 °C

感冒薬の分析例

市販感冒薬（OTC医薬品）中に含まれる成分に着目し、Shim-pack MAqC-ODS Iでグラジエント溶離を利用して一斉分析をしました。水溶性ビタミンや医薬品不純物の例と同様に、溶出の遅い成分もグラジエント溶離が利用できることによりピークがシャープになっています。



■ Peaks

- | | |
|------------------------|----------------|
| 1. Thiamine | *1 Nitric acid |
| 2. Acetaminophen | *2 Maleic acid |
| 3. Caffeine | |
| 4. Chlorpheniramine | |
| 5. Ethenzamide | |
| 6. Isopropylantipyrene | |
| 7. Ibuprofen | |

移動相	A) 20 mmol/L リン酸 (Na) 緩衝液 (pH 2.5) B) アセトニトリル
タイムプログラム	B Conc.1% (0 min) → 1% (2min) → 50% (8 min) → 50% (18 min) → 1% (18.01 min → 23 min)
検出	UV 220 nm
流量	1.0 mL/min
注入量	10 µL
カラム温度	40 °C

製品情報

品名	P/N	カラム内径	カラム長さ	粒子径	最大使用圧力
Shim-pack MAqC-ODS I	S228-59936-91	4.6 mm	150 mm	5 µm	20 MPa
	S228-59936-94	2.0 mm			

※本カラムを有効に活用いただくために

- 1) 本カラムは塩基性化合物の保持を強めることを目的としていますので、緩衝液はpH2~4の範囲でご使用ください。
- 2) 塩基性物質がテーリングする場合には、緩衝液の塩濃度を高めることで、改善できる場合があります。
- 3) 塩濃度を高めると塩基性化合物の溶出は早くなることもあり、塩濃度によっても保持調整が可能です。

本製品は、エーザイ株式会社と共同により開発しました。

トラブル解消のため補修用部品・消耗品は純正部品をご採用ください。
外観および仕様は改良のため、予告なく変更することがありますのでご了承ください。

分析計測事業部 604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1

株式会社 島津製作所

東京支社 101-8448 東京都千代田区神田錦町1丁目3
(03)3219-(官公庁担当) 5631・(大学担当) 5616・(会社担当) 5685
関西支社 530-0012 大阪市北区芝田1丁目1-4 阪急ターミナルビル14階
(06)6373-(官公庁・大学担当) 6541・(会社担当) 6556
札幌支店 060-0807 札幌市北区北七条西2丁目8-1 札幌北ビル9階 (011)700-6605
東北支店 980-0021 仙台市青葉区中央2丁目9-27 プライムスクエア広瀬通12階 (022)221-6231
郡山営業所 963-8877 郡山市堂前町6-7 郡山フコク生命ビル2階 (024)939-3790
つくば支店 305-0031 つくば市吾妻3丁目17-1
(029)851-(官公庁・大学担当) 8511・(会社担当) 8515
北関東支店 330-0843 さいたま市大宮区吉敷町1-41 明治安田生命大宮吉敷ビル8階
(048)646-(官公庁・大学担当) 0095・(会社担当) 0081
横浜支店 220-0004 横浜市西区北幸2丁目8-29 東武横浜第3ビル7階
(045)311-(官公庁・大学担当) 4106・(会社担当) 4615
静岡支店 422-8062 静岡市駿河区稲川1丁目1-1 伊伝静岡駅前ビル2階 (054)285-0124

名古屋支店 450-0001 名古屋市中村区那古野1丁目47-1 名古屋国際センタービル19階
(052)565-(官公庁・大学担当) 7521・(会社担当) 7531
京都支店 604-8445 京都市中京区西ノ京徳大寺町1
(075)823-(官公庁・大学担当) 1604・(会社担当) 1603
神戸支店 650-0033 神戸市中央区江戸町9-3 栄光ビル9階 (078)331-9665
岡山営業所 700-0826 岡山市北区磨屋町3-10 住友生命岡山ニューシティビル6階 (086)221-2511
四国支店 760-0017 高松市番町1丁目6-1 住友生命高松ビル9階 (087)823-6623
広島支店 730-0036 広島市中区袋町4-25 明治安田生命広島ビル15階 (082)248-4312
九州支店 812-0039 福岡市博多区冷泉町4-20 島津博多ビル4階
(092)283-(官公庁・大学担当) 3332・(会社担当) 3334

島津コールセンター（操作・分析に関する電話相談窓口） ☎ 0120-131691
IP電話等：(075)813-1691

<http://www.an.shimadzu.co.jp/>