

**Shim-pack**
**XR-ODSII**
**取扱説明書**
**■はじめに**

Shim-pack XR-ODS IIは、高速・高分離分析用に設計された逆相クロマトグラフィー用カラムです。粒子径 2.2  $\mu\text{m}$  の全多孔性球状高純度シリカゲルにオクタデシル基 (ODS) を化学結合した後、エンドキャッピングした充てん剤を充てんしています。

**■仕様**
**●充てん剤**

項目	内容
基 材	全多孔性球状高純度シリカゲル
粒子径	2.2 $\mu\text{m}$
細孔径	8 nm
表面修飾	オクタデシル基 (モノファンクショナル)
表面処理	エンドキャッピング処理
炭素含有率	約 20.2%

**●カラム**

項目	内容
タイプ	ステンレス管充てんカラム
封入溶液	添付のカラムパフォーマンスレポートに記載された移動相が封入されています。
最大使用圧力	60 MPa*1
使用 pH	2 ~ 7.5
最高使用温度	80 $^{\circ}\text{C}$ (水または pH 3.0 以上の酸水溶液とアセトニトリルの混合液使用時)

\*1. 詳細については、「■カラムの取り扱い」を参照してください。

**■サイズ**

各カラムは以下のサイズを用意しています。

サイズ	1.5 mm i.d.	2.0 mm i.d.	3.0 mm i.d.
30 mm	228-59907-91	-	-
50 mm	228-59907-92	228-41623-94	-
75 mm	228-59907-93	228-41623-91	228-41624-91
100 mm	228-59907-94	228-41623-92	228-41624-92
150 mm	228-59907-95	228-41623-93	228-41624-93

**■カラムの品質保証**

本カラムには、充てん剤の品質やカラム充てん状態に関する品質保証書類 (Certificate of Compliance) が添付されています。各項目の内容は以下のとおりです。

**●充てん剤特性**

項目	内容
Particle Size	シリカ基材の粒度分布 50% 点における粒子径 ( $\mu\text{m}$ ) を表します。
Pore Size	窒素吸着法によるシリカ基材の平均細孔径 (nm) を表します。
Pore Volume	窒素吸着法によるシリカ基材の細孔容量 (mL/g) を表します。
Specific Surface Area	窒素吸着法によるシリカ基材の比表面積 ( $\text{m}^2/\text{g}$ ) を表します。
Trace Metal Contents	シリカ基材に含まれる金属不純物の含有量 (ppm) を表します。
Carbon Loading	CNH 測定によるオクタデシル基およびメチル基の炭素含有率 (%) を表します。
C18 Surface Coverage	充てん剤表面のオクタデシル基表面修飾率 ( $\mu\text{mol}/\text{m}^2$ ) を表します。

**●クロマトグラフィー特性**

項目	内容
Hydrophobic Interaction	充てん剤表面の疎水性をアミルベンゼンとブチルベンゼンの分離係数 ( $\alpha$ ) で示します。
Basic Compound	塩基性化合物の溶出特性を <i>N</i> -アセチルプロカインアミドのフェノールに対する分離係数 ( $\alpha$ ) およびテーリング係数 ( <i>Tf</i> ) で示します。
Acidic Compound	酸性化合物の溶出特性をサリチル酸のフェノールに対する分離係数 ( $\alpha$ ) およびテーリング係数 ( <i>Tf</i> ) で示します。
Chelating Compound	配位性化合物の溶出特性 (充てん剤表面における金属不純物の影響) を 8-キノリノールのトルエンに対する分離係数 ( $\alpha$ ) および理論段数 ( <i>N</i> ) で示します。

**●カラム充てん状態**

項目	内容
Retention Time	ナフタレンの保持時間 ( $t_R$ ) が規格内にあることを示します。これにより、充てん剤の充てん密度が適切であることを表します。
Plate Number	ナフタレンの理論段数 ( <i>N</i> ) が規格内にあることを示します。これにより、充てん剤の充てん状態が正常であることを表します。理論段数は以下の式で計算しています。 $N = 5.54 \times (t_R / W_{1/2})^2$ $t_R$ : 保持時間 $W_{1/2}$ : ピーク半幅
Tailing Factor	ナフタレンのテーリング係数 ( <i>Tf</i> ) が規格内にあることを示します。これにより、充てん剤が均一に充てんされていることを表します。テーリング係数は以下の式で計算しています。 $Tf = W_{0.05} / 2f$ $W_{0.05}$ : 5% 高さのピーク幅 $f$ : 5% 高さの前ピーク幅
Pressure	カラムにかかる圧力を表します。カラムの充てん状態が適切であることを表しています。

## ■カラムの取り付け

- カラムには移動相の流れる方向 (→) を示してあります。その方向に合わせてカラムを取り付けてください。
- カラムと配管の接続には、SUS 製メイルナットおよび SUS 製フェルールを使用してください。接続するときは、余分な空隙が生じないように気をつけてください。なお、SUS 製メイルナットは以下の製品名、部品番号で入手できます。

品名	P/N	備考
メイルナット 1.6 MN	228-16001	1 個入り
フェルール 1.6 F	228-16000-10	1 個入り

- 接続配管には内径 0.1 ~ 0.2 mm、外径 1.6 mm の SUS 製チューブを使用してください。カラム外要因によるピークの広がりを抑えるために、配管は必要以上に長くしないでください。

**注記** 流路内の汚れや空気がカラムの中に入ると、カラムが劣化することがあります。カラムを接続する前には必ず移動相を送液し、流路を洗浄してください。

## ■移動相溶媒

- 移動相溶媒の種類は、逆相クロマトグラフィーで一般に使用される水とアセトニトリルの混合液が基本になります。
- イオン性物質の分析では、酢酸、ギ酸、りん酸緩衝液などの pH 調整剤の添加によって、化合物の解離状態を一定にします。このとき、固定相を安定させるために、使用可能な pH の範囲に充分留意してください。

## ■カラムの取り扱い

- カラムを接続するときは、メイルナットの締め付けすぎは接続部の破損につながるので注意してください。
- カラムの長期安定した性能を維持するために、「■仕様」の項に記載された圧力、温度などの使用条件を守って使用してください。また、急激な圧力変化はカラムを劣化させることがあるので、避けてください。
- 本カラムで新規に分析法を開発される場合は、カラムを交換するときに圧力のバラツキで耐圧を超えることを避けるために、以下の式で求められる圧力値を分析圧の上限としてください。

$$P = 60 \times \frac{P_C}{P_L} \quad \text{単位: MPa}$$

$P_L$ : 検査成績書記載の上限圧力

$P_C$ : 検査成績書記載の圧力

$P$ : 分析メソッドに設定できる上限圧力

- 圧力上限以内であっても、流量を高くしすぎるとカラム寿命が短くなることがあるので注意してください。それぞれのカラム内径に対する最適流量および最高流量の目安は下表を参照してください。

カラム内径	最適流量	最高流量 (目安)
1.5 mm	0.2 ~ 0.3 mL/min	0.5 mL/min
2.0 mm	0.4 ~ 0.5 mL/min	1.2 mL/min
3.0 mm	0.9 ~ 1.2 mL/min	2.0 mL/min

- 移動相の pH は「■仕様」の項に記載された範囲で使用できますが、緩衝液を使用するときは、pH 2.5 ~ pH 7.0、40 °C 以下にしてください。カラムが安定します。
- 移動相や試料溶液は、あらかじめメンブランフィルタ (0.22  $\mu$ m) でろ過した後、使用してください。浮遊物があると、カラムの目詰まりによって圧力上昇の原因になります。
- カラムを取り外すときは、カラム温度が室温になっていること、圧力がかかっていないことを確認してください。
- カラムには落下などの衝撃を与えないでください。
- イオン対試薬 (テトラブチルアンモニウム塩や 1- オクタンスルホン酸塩など) の添加によって、化合物の保持を調整できます。このとき、イオン対試薬の濃度が多少変化しても化合物の保持があまり変化しない条件を設定してください。

## ■カラムの洗浄

本カラムに脂溶性物質やイオン性物質が吸着しますと、ピーク成分の溶出時間が変化したり、ピーク形状が悪くなったりすることがあります。そのような現象が見られた場合は、カラムの通液方向を逆にして (試料が流入する方向とは逆の方向に) 接続し、以下の手順で洗浄してください。有機溶媒に溶解しない塩類 (りん酸塩など) がカラムに残っているときは、あらかじめ水を洗浄手順に記載された流量で送液して塩類を洗い流しておいてください。洗浄によって回復することがあります。なお、洗浄後はカラムを元の通液方向に戻して使用してください。また、流路に洗浄液が残らないように、十分に移動相で置換してください。

### <洗浄手順>

0.1 % TFA アセトニトリル溶液 (またはメタノール溶液) を約 1 時間通液し、次いでアセトニトリル (またはメタノール) を約 10 分間、「■カラムの取り扱い」に記載された最適流量で通液する。

**注記** カラムの汚染状態によっては洗浄効果が十分に現れないことがあります。

## ■カラムの保管

本カラムを装置から外して保管するときは、カラム内を乾燥させないため、必ずカラム両端に栓をします。しばらく使用しないときの封入液は水とアセトニトリルの混合液 (4/6, v/v) を使用してください。移動相に緩衝液を使用したときは、あらかじめ水で電解質を洗い出し、封入液を通液してください。

## ■テクニカルサポート

本カラムの技術的なご質問やご相談については、以下の窓口で承ります。

島津分析コールセンター  
フリーダイヤル ☎ 0120-131691  
e-mail : analytic@group.shimadzu.co.jp

※ 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。