

Shim-pack VP-ODS / C8 / Phenyl

取扱説明書

■ はじめに

Shim-pack VP-ODS / -C8 / -Phenyl カラムは HPLC 用高性能カラムです。シリカゲルを基材として、オクタデシルシリル基(ODS)、オクチル基(C8)、フェニルプロピル基(Phenyl)を化学結合した後、効果的にエンドキャッピングした、分析用逆相充てん剤を充てんしています。

■ 仕様

項目	内容
基材	全多孔性球状高純度シリカゲル
粒子径	4.6 μm
細孔径	12 nm
表面修飾	VP-ODS : オクタデシルシリル基 VP-C8 : オクチル基 VP-Phenyl : フェニルプロピル基 (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	VP-ODS : 約 20 % VP-C8 : 約 12.5 % VP-Phenyl : 約 12.3 %
ボディ	ステンレス管
封入液	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
使用 pH	2 - 7.5 ^{*1}
使用最大圧力	約 20 MPa
最高使用温度	80 $^{\circ}\text{C}$ ^{*1} (水または pH3.0 以上の酸性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「カラムの取り扱いについて」をご参照ください

■ 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「■ 品質保証書類の記載項目」に記載しています。

■ 品質保証書類の記載項目

● 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 (μm) 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 (m^2/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 (α) で示します。
Basic Compound	塩基性化合物の溶出特性を N-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 (α) およびテーリング係数 (T_f) 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 (α) およびテーリング係数 (T_f) 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-キノールのトルエンに対する分離係数 (α) および理論段数 (N) 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 (N) 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 $W_{1/2}$: ピーク半値幅
Tailing Factor	ナフタレンのテーリング係数 (T_f) 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。 $T_f = W_{0.05} / 2f$ $W_{0.05}$: 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。

■ 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	VP-ODS	VP-C8	VP-Phenyl
4.6 mm i.d. × 150 mm	228-34937-91	228-59927-91	228-59928-91
4.6 mm i.d. × 250 mm	228-34937-92	228-59927-92	228-59928-92
6.0 mm i.d. × 150 mm	228-34937-93	-	-
2.0 mm i.d. × 150 mm	228-34937-94	228-59927-93	228-59928-93
2.0 mm i.d. × 250 mm	228-34937-95	228-59927-94	228-59928-94
4.6 mm i.d. × 50 mm	228-36849-91	-	-
20 mm i.d. × 100 mm	228-36849-93	-	-
10 mm i.d. × 250 mm	228-36849-94	-	-

■ カラムの取り付け

- カラムには移動相の流れる方向(→)を示してありますので、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、必要に応じて PEEK 製メイルナット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、PEEK 製メイルナットは以下の製品名、製品番号で入手できます。

品名	P/N	備考
メイルナット PEEK	228-18565-84	5 個入り

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、メタノール/水、アセトニトリル/水混合液が基本になります。あらかじめメンブランフィルタ(0.45 μm 以下)で濾過した後、使用してください。
- イオン性物質の分析では、酢酸、ギ酸などの酸や、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、固定相を安定に保つために、使用可能な pH の範囲には充分留意してください。
- イオン対試薬(テトラブチルアンモニウム塩やペンタンスルホン酸塩など)の添加により溶質の保持を調整することができます。このとき、イオン対試薬の濃度が少し変化しても溶質の保持があまり変動しない条件を設定してください。

■ カラムの取り扱い

- カラム接続時、メイルナットの締め付けすぎは接続部の破損につながります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りますので、避けてください。
- 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。
- 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。

注記 試料溶液はあらかじめメンブランフィルタ(0.45 μm 以下)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。

■ カラムの洗浄

- 極性の低い中性物質がカラム内に残っているときは、メタノールまたはアセトニトリルを 1 mL/min の流量で(内径 2.0 mm のカラムのときは 0.2 mL/min)約 30 分間送液して、カラムを洗浄してください。このとき、これらの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、塩類が析出しないように、あらかじめ水を同様の流量で送液して塩類を洗い流しておいてください。
- 塩、塩基などのイオン物質やイオンペア試薬がカラムに残っているときは、0.1 %酢酸のメタノール溶液またはアセトニトリル溶液で洗浄してください。洗浄時間は汚れの度合いにより異なります。
- タンパク質や核酸などの親水性高分子がカラムに残っている場合、洗浄は困難です。このような高分子を含有する試料を取り扱うときはガードカラムを使用し、これを定期的に交換してカラムを保護してください。あらかじめ限外ろ過などの前処理によって試料から高分子を除去しておくことも効果的です。

■ 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出荷時と同じ移動相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。