

Shim-pack MAqC-ODS I

取扱説明書

■はじめに

Shim-pack MAqC-ODS I カラムは、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 HPLC 用高性能逆相分析カラムです。シリカゲル基材に金属を含有させることで、通常の ODS カラムでの疎水相互作用に加えて、陽イオン交換作用を有し、通常の ODS カラムと比較して塩基性化合物の保持が増大します。これにより、塩基性化合物の多い、医薬品不純物分析や水溶性ビタミンの一斉分析などに威力を発揮します。

■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	5 μm
細孔径	12 nm
表面修飾	オクタデシルシリル基 (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 13 %
ボディ	ステンレス管
封入液	メタノール
使用 pH	2 - 4 ^{*1}
使用最大圧力	20 MPa
最高使用温度	50°C ^{*1}

*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

■サイズ

サイズ	2.0 mm i.d.	4.6 mm i.d.
150 mm	228-59936-94	228-59936-91

■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	228-18565-94	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、メタノールやアセトニトリルと酸性緩衝液との混

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。酸性緩衝液にはリン酸緩衝液が適しています。

- 塩基性物質がテーリングするような場合には、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。また、塩濃度を高めると塩基性化合物の溶出は早くなることがあります。
- 通常の ODS カラムで塩基性物質の保持を高めるために、イオンペア試薬としてアルキルスルホン酸を使用されている場合、本カラムではイオンペア試薬を使用しなくても塩基性化合物の保持を高めることができます。

■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 4.0、50°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 (内径が 4.6 mm のとき)、または 0.2 mL/min (内径が 2.0 mm のとき)の流量で約 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。

■ガードカラム

ガードカラムには下記の Shim-pack GVP-ODS が使用できます。初回はホルダと交換カートリッジの両方をお求めください。

適用 カラム	品 名	P/N
内径 2.0 mm	Shim-pack GVP-ODS 5×2.0 (交換カートリッジ 2 個入り)	228-34938-93
	ガードカラムホルダ, 2.0 mm I.D.	228-34938-94
内径 4.6 mm	Shim-pack GVP-ODS 10×4.6 (交換カートリッジ 2 個入り)	228-34938-91
	ガードカラムホルダ, 4.6 mm I.D.	228-34938-92

■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。

■カラムの品質保証

本カラムには、カラム充てん状態に関するカラムパフォーマンスレポート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

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 (Tf) 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。

■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。