

4 μm のイオン交換樹脂を充填した 高分離能カラム Dionex IonPac AS11-HC-4 μm

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社

キーワード

高圧イオンクロマトグラフィー(HPIC)/4 μm 充填剤/高分離能

はじめに

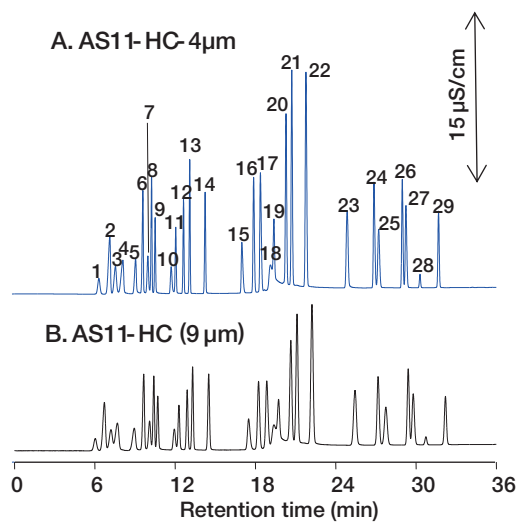
カラムクロマトグラフィーでは、高い理論段数のカラムを用いることでより良い分離能を得ることができます。高い理論段数を得るためには、粒子径の小さい充填剤を用いる必要があります。イオンクロマトグラフィー用カラムでは、これまで7–9 μm の粒子径のイオン交換樹脂が一般的でしたが、4 μm の充填剤のカラムThermo Scientific™ Dionex™ IonPac AS11-HC-4 μm を開発しましたので紹介します。

粒子径4 μm カラムの利点

カラム充填剤の粒子径を小さくすることにより、幅の狭い（理論段数の高い）ピークを得ることができます。ピーク幅が狭くなることにより近接していたピークの見分ける分離度が向上します。分離度の向上はベースライン処理を容易にし、結果の信頼性をより高いものにします。

従来のカラムとの比較

Dionex IonPac AS11-HC（粒子径9 μm ）カラムは、1997年に発売したグラジエント分析用陰イオン交換カラムですが、交換容量が高く分離能に優れたカラムとして、とくに多成分一斉分析が必要なケースで使われています。今回、新たにカラムラインナップに加わるDionex IonPac AS11-HC-4 μm は、このAS11-HCに充填されている陰イオン交換樹脂を4 μm に微粒子化し分離能を高めたカラムです。図1に4 μm と9 μm のカラムのクロマトグラムを示します。AS11-HC-4 μm では、従来の9 μm のAS11-HCと比べ、ピークの理論段数が高く分離能が向上しています。また、多くの成分でピーク高さも向上していることから、より低い定量下限値を得ることができます。



ピーク:	mg/L		mg/L
1. キナ酸	5.0	16. Br	5.0
2. F	0.5	17. NO ₃	5.0
3. 乳酸	5.0	18. 炭酸	—
4. 酢酸	5.0	19. マロン酸	7.5
5. プロピオン酸	5.0	20. マレイン酸	7.5
6. ギ酸	5.0	21. SO ₄	7.5
7. 酪酸	5.0	22. シュウ酸	7.5
8. メタンスルホン酸	5.0	23. WO ₄	10.0
9. ピルビン酸	5.0	24. PO ₄	10.0
10. 吉草酸	5.0	25. フタル酸	10.0
11. モノクロロ酢酸	5.0	26. クエン酸	10.0
12. BrO ₃	5.0	27. ClO ₄	10.0
13. Cl	2.5	28. <i>cis</i> - アコニット酸	—
14. NO ₂	5.0	29. <i>trans</i> - アコニット酸	10.0
15. トリフルオロ酢酸	5.0		

図1: 4 μm と9 μm のカラムの比較

図1の条件

カラム: A: Dionex IonPac AS11-HC-4 μm (0.4×250 mm)
B: Dionex IonPac AS11-HC (0.4×250 mm)
溶離液: 1–60 mmol/L KOH
流量: 0.015 mL/min
カラム温度: 30°C
検出: 電気伝導度検出器 (サブレッサー使用)
試料注入量: 0.4 μL

AS11-HC- 4 μ mの3つのフォーマット

Dionex IonPac AS11-HC-4 μ mは、内径0.4 mmのキャピラリーカラムだけでなく、内径2 mmのマイクロボア、内径4 mmのスタンダードボアの3種類を準備しています。なお、図2に内径4 mmカラムのクロマトグラムを示します。

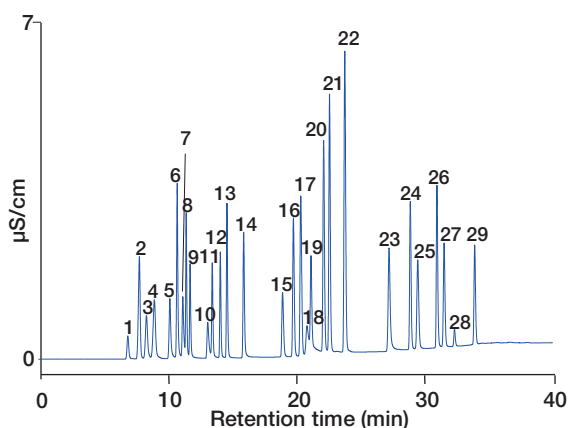


図2: AS11-HC-4 μ m (4 $\times$ 250 mm) のクロマトグラム
(ピーク名は図1を参照)

分析条件

装置: Dionex ICS-5000⁺
カラム: Dionex IonPac AS11-HC-4 μ m (4 $\times$ 250 mm)
溶離液: 1–60 mmol/L KOH
流量: 1.5 mL/min
カラム温度: 30 $^{\circ}$ C
検出: 電気伝導度検出器 (サプレッサー使用)
試料注入量: 10 μ L

4 μ mのカラムに対応したHPICシステム

粒子径4 μ mの樹脂を充填したカラムは、圧力が非常に高くなります。今回紹介しましたDionex IonPac AS11-HC-4 μ m (4 $\times$ 250 mm) のスタンダードボアにおいて、標準的な流量は1.5 mL/minですが、このときのオペレーション圧力は約27.6 MPa (4000 psi) です。4 μ mカラムの性能を十分に発揮するためにも、高圧イオンクロマトグラフィー (HPIC) システムThermo Scientific Dionex ICS-5000⁺ (スタンダードボア・マイクロボア・キャピラリーに対応)、またはThermo Scientific Dionex ICS-4000 (キャピラリーに対応) を用いる必要があります。

実サンプル中の陰イオンと有機酸の一斉分析

Dionex IonPac AS11-HC-4 μ mを用いて、オレンジジュース中の陰イオンと有機酸を一斉分析した例を図3に示します。同じオレンジジュースでも、濃縮還元ジュースと濃縮還元ジュースは有機酸の比率が異なることがわかります。

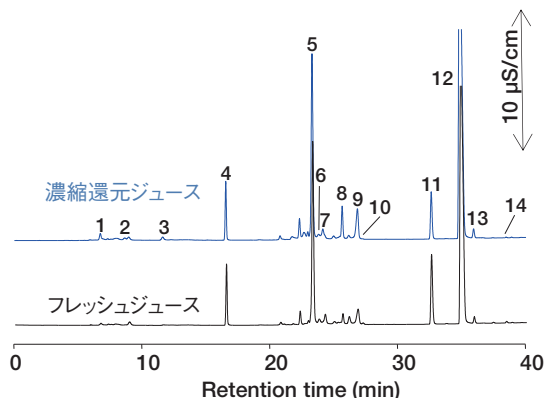


図3: AS11-HC-4 μ mカラムを用いたオレンジジュースの測定例

装置: Dionex ICS-5000⁺
カラム: Dionex IonPac AS11-HC-4 μ m (2 $\times$ 250 mm)
溶離液: 1 mmol/L KOH (8 min), 1–15 (10 min), 15–30 (10 min), 30–60 (10 min)
流量: 0.38 mL/min
カラム温度: 30 $^{\circ}$ C
検出: 電気伝導度検出器 (サプレッサー使用)
試料注入量: 2.5 μ L
試料前処理: 5倍希釈

ピーク

- | | |
|----------------|--------------------------|
| 1. キニン酸 | 8. SO ₄ |
| 2. 酢酸 | 9. シュウ酸 |
| 3. ギ酸 | 10. フマル酸 |
| 4. Cl | 11. PO ₄ |
| 5. マレイン酸, コハク酸 | 12. クエン酸 |
| 6. 炭酸 | 13. イソクエン酸 |
| 7. 酒石酸, マロン酸 | 14. <i>trans</i> -アコニット酸 |

オーダーインフォメーション

- P/N 078032 Dionex IonPac AG11-HC-4 μ m (0.4 $\times$ 50 mm)
P/N 078031 Dionex IonPac AS11-HC-4 μ m (0.4 $\times$ 250 mm)
P/N 078036 Dionex IonPac AG11-HC-4 μ m (2 $\times$ 50 mm)
P/N 078035 Dionex IonPac AS11-HC-4 μ m (2 $\times$ 250 mm)
P/N 078034 Dionex IonPac AG11-HC-4 μ m (4 $\times$ 50 mm)
P/N 082313 Dionex IonPac AS11-HC-4 μ m (4 $\times$ 250 mm)

©2014 Thermo Fisher Scientific Inc. 無断複写・転載を禁じます。

ここに記載されている会社名、製品名は各社の商標、登録商標です。
ここに記載されている内容は、予告なく変更することがあります。

サーモフィッシャーサイエンティフィック株式会社
分析機器に関するお問い合わせはこちら

TEL 0120-753-670 FAX 0120-753-671
〒221-0022 横浜市神奈川区守屋町3-9

E-mail: Analyze.jp@thermofisher.com
www.thermoscientific.jp

E1411 3000

Thermo
SCIENTIFIC

A Thermo Fisher Scientific Brand