

高圧イオンクロマトグラフィー (HPIC) 用 高速分析用カラム Dionex IonPac AS18-4 μm

日本ダイオネクス株式会社

キーワード

4 μm 粒子、高速分析、高圧イオンクロマトグラフィー、HPIC

はじめに

分析カラムの充填剤の粒子径を小さくすると、ピークの理論段数が向上します。粒子径の小さなカラムを用い線流速を上げると、分離を維持したまま分析時間の短縮が可能です。イオンクロマトグラフィーでは、一般に、10 μm 程度の粒子径のカラムを用いますが、新たに開発したカラム Thermo Scientific™ Dionex™ IonPac™ AS18-4 μm では、粒子径を4 μm まで小さくしました。これによりカラム理論段数は格段に向上しました。本アプリケーションノートでは、Dionex IonPac AS18-4 μm カラムを用いた高速分析アプリケーションをご紹介します。なお、4 μm カラムを用いた高速分析には、高圧イオンクロマトグラフィー (HPIC) システムが必要になります。HPICシステムである Thermo Scientific Dionex ICS-5000⁺ についても紹介します。



図1: Dionex IonPacカラム

上から、キャピラリー用 (内径0.4 mm)、マイクロボア用 (内径2 mm)、スタンダードボア用 (内径4 mm)

システム

Dionex ICS-5000⁺ HPICシステムは、34.5 MPa (5000 psi) までの高圧に対応できるシステムです。システムは、ポンプモジュール (DP/SP)、溶離液ジェネレーターモジュール (EG)、検出器/クロマトグラフィーモジュール (DC) で構成されており (図2)、オートサンプラー (Dionex AS-AP) とともに使用します。3つのカラムフォーマット、4 mm内径のスタンダードボア、2 mm内径のマイクロボア、0.4 mm内径のキャピラリーに対応したシステムで、最大2チャンネルを組み合わせることができます。



図2: Dionex ICS-5000⁺ HPICシステム

高圧システム用消耗品

Dionex ICS-5000⁺ HPICシステムで高圧分析を行うには、高圧対応の溶離液ジェネレーターカートリッジ EGC 500とトラップカラム CR-TC 500を使用します (図3)。



図3: EGC 500とCR-TC 500

システム流路

システムの流路を図4に示します。ポンプにより超純水を溶離液ジェネレーターカートリッジ (EGC) に供給すると、溶離液が自動的に調製されます。Dionex AS-APオートサンプラーにセットされた試料は、ループに注入された後カラムに送られ、サブレッサーを経て電気伝導度検出器で検出されます。

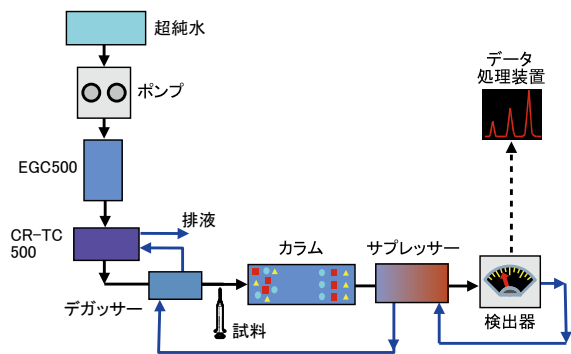


図4：システム流路図

分析条件

分析は下記条件で行いました。

スタンダードボア条件

カラム	Dionex IonPac AG18-4 μm (4 x 30 mm) / AS18-4 μm (4 x 150 mm)
溶離液	23 mmol/L KOH (溶離液ジェネレーター使用)
流量	1.0 または 1.5 mL/min
注入量	10 μL
カラム温度	30°C (流量1.0 mL/minのとき) 27.5°C (流量1.5 mL/minのとき)
検出器	電気伝導度 (サブレッサー使用)

キャピラリー条件

カラム	Dionex IonPac AG18-4 μm (0.4 x 35 mm) / AS18-4 μm (0.4 x 150 mm)
溶離液	33 mmol/L KOH (溶離液ジェネレーター使用)
流量	30 $\mu\text{L}/\text{min}$
注入量	0.4 μL
検出器	電気伝導度 (サブレッサー使用)

スタンダードボア条件高速分析例

4 mm内径のDionex IonPac AS18-4 μm カラムを用い、1.0 mL/minと1.5 mL/minの流量でのクロマトグラムを比較した例を図5に示します。ピークの理論段数が高いため、流量を上げても分離が維持できていることがわかります。流量を上げることで分析時間を短縮でき、フッ化物から塩素酸イオンまでを5分で分析できます。

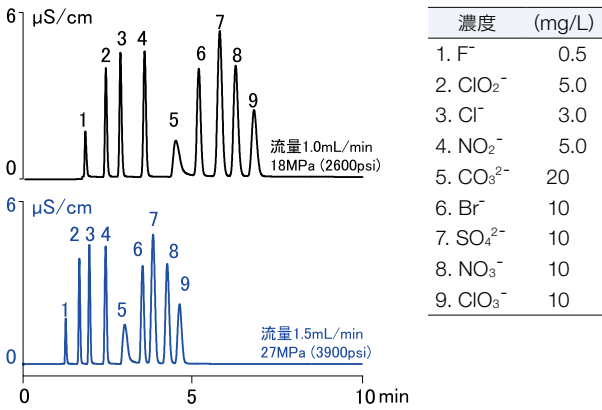


図5：1.0 mL/minと1.5 mL/minの比較

キャピラリー条件高速分析例

0.4 mm内径のキャピラリーカラムを使用したクロマトグラムを図6に示します。流量を30 $\mu\text{L}/\text{min}$ にすることで、PO₄まで2.5分で分析できます。なお、キャピラリー条件の流量30 $\mu\text{L}/\text{min}$ は、スタンダードボアでの3.0 mL/minに相当します。

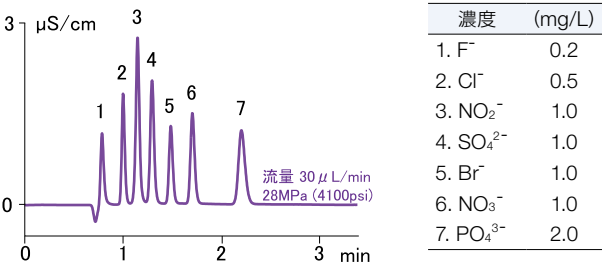


図6：キャピラリー条件での高速分析

高速条件でのサンプル分析例

スタンダードボアの高速分析条件を用いて、雨水、河川水と水道水を5分で分析した例を図7-9に示します。なお、水道水は硝酸と塩素酸の濃度比によってはグラジエント分析で分離を改善した方がよいケースもあります。

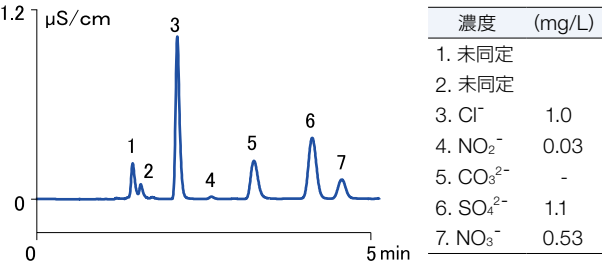


図7：雨水分析例 (流量1.5 mL/min)

カラム・消耗品一覧

Dionex IonPac AS18-4 μm カラムとバルブ、カートリッジ、トラップカラムの製品番号は以下のとおりです（2013年4月現在）。

スタンダードボア・マイクロボア用

製品番号	名 称
076035	Dionex IonPac AG18-4 μm ガードカラム (4 x 30 mm)
076034	Dionex IonPac AS18-4 μm 分離カラム (4 x 150 mm)
076037	Dionex IonPac AG18-4 μm ガードカラム (2 x 30 mm)
076036	Dionex IonPac AS18-4 μm 分離カラム (2 x 150 mm)
075917	高圧6方バルブ（インジェクション、スイッチングバルブ用）
075778	陰イオンカートリッジ EGC 500 KOH
075550	陰イオントラップカラム CR-ATC 500

キャピラリー用

製品番号	名 称
076033	Dionex IonPac AG18-4 μm キャピラリーガードカラム (0.4 x 35 mm)
082314	Dionex IonPac AS18-4 μm キャピラリー分離カラム (0.4 x 150 mm)
074525	高圧4方バルブ（インジェクションバルブ用）
072076	キャピラリー用陰イオンカートリッジ EGC-KOH キャピラリー
072078	キャピラリー用陰イオントラップカラム CR-ATC キャピラリー

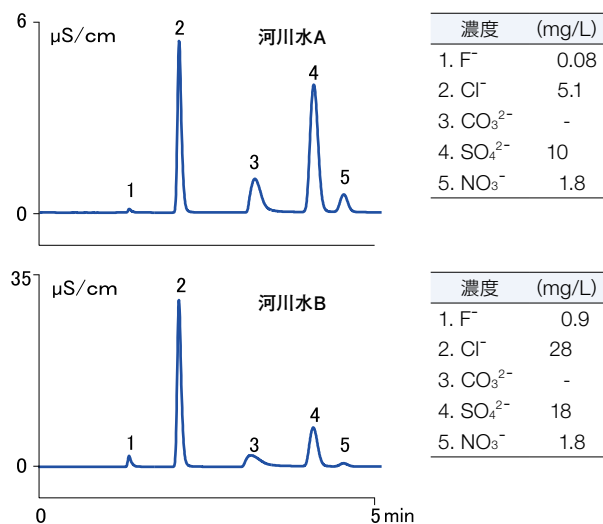


図8：河川水分析例（流量1.5 mL/min）

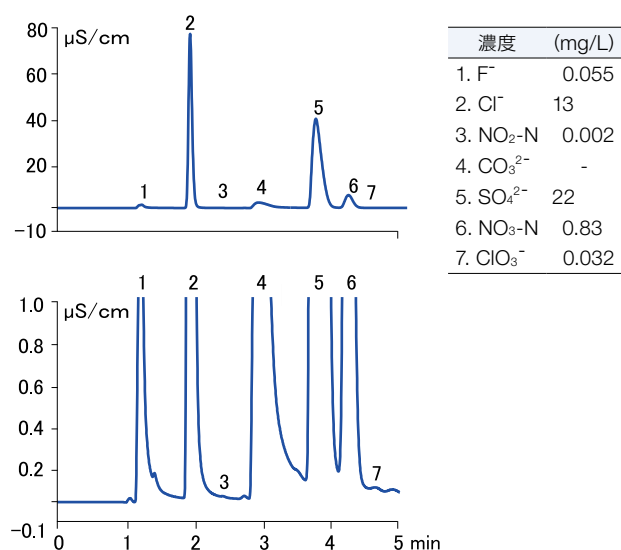


図9：水道水分析例（流量1.5 mL/min、注入量50 μL ）
（上図：全体図、下図：拡大図）

まとめ

Dionex IonPac AS18-4 μm カラムは4 μm の樹脂を充てんしているため、理論段数が高いという特長があります。このため、流量を上げても分離が維持でき、分析時間を短縮できます。その結果、分析処理件数を増やせるのはもちろん、サンプルの分析結果をすぐに確認することができます。なお、AS18-4 μm カラムは流量を上げると20 MPa (3000 psi) を超える圧力になります。流量を上げた高圧分析に対応することができDionex ICS-5000⁺ 高圧イオンクロマトグラフィシステムと、高圧対応の溶離液ジェネレーターカートリッジ、トラップカラムをご使用ください。

高速！高分離能！ イオンクロマトグラフ

Thermo Scientific Dionex ICS-5000⁺ HPICシステム

多様なアプリケーションに対応

ポンプ、溶離液ジェネレーター、検出器モジュールを組み合わせることにより、分析目的に合わせたシステムを構築可能。

スタンダードボアシステム

陰イオン、陽イオン、有機酸分析

マイクロボアシステム

陰イオン、陽イオン、有機酸分析、
高感度分析、低ランニングコスト

キャピラリーシステム

陰イオン、陽イオン、有機酸分析、
高感度分析、低ランニングコスト

濃縮システム

高感度分析

同時分析システム

陰／陽イオン同時分析など

切換え分析システム

インライン前処理、
2チャンネル対応など

電気化学検出システム

糖、アミノ酸、アルコール

並列検出システム

伝導度／UV、伝導度／伝導度、
伝導度／電気化学など

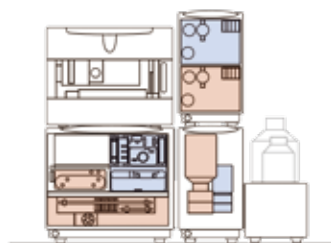
遷移金属分析システム

遷移金属、ケイ酸、クロム価数分離、
スズ価数分離など

ハイフレーションシステム

IC-MSで過塩素酸や有機酸、
IC-ICP-MSでクロムやヒ素
などの形態別分析

分析目的に合わせてモジュールをカスタマイズ



多才な機能を備えたクロマトグラフィータシステム CDS

Chromeleon™ 7を使用するとサンプルから迅速かつ簡単に結果を得ることができ、ラボの全体的な生産性が向上します。



©2013 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved.

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

日本ダイオネクス株式会社

Part of Thermo Fisher Scientific

□本社	〒532-0011	大阪市淀川区西中島6-3-14 DNX新大阪ビル	TEL (06) 6885-1213 FAX (06) 6885-1215
□東京支社	〒110-0015	東京都台東区東上野4-24-11 NBF上野ビル	TEL (03) 5826-2201 FAX (03) 5826-2202
□名古屋営業所	〒450-0002	名古屋市中村区名駅3-16-3 名駅アイサンビル	TEL (052) 571-8581 FAX (052) 571-8582
□大阪営業部	〒532-0011	大阪市淀川区西中島6-3-14 DNX新大阪ビル	TEL (06) 6885-1335 FAX (06) 6885-1215
□九州営業所	〒812-0011	福岡市博多区博多駅前2-20-1 大博多ビル8階	TEL (092) 271-4436 FAX (092) 262-0737

※2013年4月より住所が変更になりました。

テクニカルサポートセンター フリーダイヤル ☎ 0120-177-611 FAX (06) 6195-1710
 Dionex Technical Support Center (TSC) [受付時間] 9:00～17:00 (土日祝日、弊社休業日を除く)
 (操作方法、アプリケーション、トラブルなどの技術的なお問合せ)

http://www.thermofisher.co.jp/dionex

E1312

Thermo
 SCIENTIFIC

Part of Thermo Fisher Scientific