Chromatography

Mightysilシリーズ

Liquid Chromatography Products

関東化学株式会社

試薬を安全にご使用いただくために

●試薬には発火や爆発し、重大事故を引き起こす物質や、誤飲・吸入による健康被害、接触による損傷を引き起こす物質がありますので、取扱に注意してください。また、使用する際は、環境に負荷を与えない配慮をお願いします。

●試薬は毒物及び劇物取締法や、労働安全衛生法、消防法などに従って安全対策と適切な管理が必要ですので、試薬ラベルを参考にしてください。また、製品を安全に管理するためにSDS（安全データシート）を提供しています。弊社ホームページ（https://www.kanto.co.jp）の製品情報検索サイト「Cica-Web」からダウンロードをしてください。

パンフレットについて

●価格は2024年2月時点の価格です。消費税は含まれておりません。

●価格欄が☆印の製品は、都度見積が必要です。お手数ですが、弊社販売店にお問い合わせください。

●価格、規格、包装容器などは予告なく変更することがあります。

●ご注文の際は、製品番号、製品名、容量（包装）を明記してください。

●ご注文やお受け取りの際に、登録や使用許可、安定供給に必要な情報、法的に要求される手続きが必要な製品がありますので、ご理解とご協力をお願いします。

<商標>
「MIGHTYSIL」は関東化学㈱の登録商標です。

High Quality Pro-packed column for HPLC

Mightysil

Mightysilは高純度シリカゲルを基材とした高速液体クロマトグラフィー用カラムであり、1995年に**Mightysil RP-18**を上市いたしました。そこからさらに改良を加え、充填剤特性・溶離特性を高レベルで均一化させ、GLP・GMPにおける分析バリデーションの要求に対応可能な**Mightysil RP-18 GP**を1997年に上市いたしました。

環境、食品、水質、医薬品分析等様々なお客様にご使用いただき、現在まで至っております。引き続きご愛顧賜りますようお願い申し上げます。

- **金属部不純物が極めて少ない高純度シリカゲル**
- **独自技術によるフルエンドキャッピング**
- **高精度分級により低背圧分析が可能**
- **充填剤物性、溶離特性を高レベルで均一化**
- **充填剤バッチ、カラムロット間における高い再現性**

Mightysilシリーズ

Mightysilシリーズは、金属不純物が極めて少ない高純度シリカゲルを使用した粒子充填型のHPLC用カラムです。最も汎用的なODS（オクタデシルシリル基、C18）系充填剤を中心に、より疎水性の低いC8（オクチル基）、C4（ブチル基）タイプのほか、順相系カラムや各用途に応じたカラム等をご用意しております。

GPシリーズ【逆相（Reversed Phase）系カラム】

GPシリーズは、充填剤物性・溶離特性を高レベルで均一化しており、分析バリデーションに対応した逆相HPLC用カラムです。RPは逆相モード（Reversed Phase）のことを示します。

Mightysil RP-18GP	一反応性ODS基を化学結合した高性能充填剤です。	P.7
Mightysil RP-18GPII	オクタデシルシリル（ODS）化剤と、隣接した二個のシラノール基が結合している二反応性ODS充填剤です。	P.12
Mightysil RP-18GP Aqua	水100%系溶離液において安定した保持時間が得られるODS充填剤です。 親水性の高い試料の分離など高極性溶離液を使用する分析に特に有効です。	P.18
Mightysil RP-18（H）GP **Mightysil RP-18（L）GP**	従来のMightysil RP-18GPと比較し、リガンドであるODS基を高密度（H）または低密度（L）で導入したODS充填剤です。	P.20
Mightysil RP-8GP **Mightysil RP-4GP**	高純度球状シリカゲルにオクチル基、ブチル基を化学結合した充填剤です。 RP-18（ODS）に比べ疎水性リガンドが短いため、疎水度の高い物質に対する保持力が弱くなります。	P.21

充填剤の種類	粒子径（μm）	細孔径（nm）	比表面積（m²/g）	修飾基	炭素含有量	修飾タイプ
Mightysil RP-18GPII	3、5	14	270	C18	15%	ジファンクショナル
Mightysil RP-18GP	3、5	12.5	330	C18	19%	モノファンクショナル
Mightysil RP-18GP Aqua	3、5	13.5	270	C18	15%	モノファンクショナル
Mightysil RP-18（H）GP	5	12.5	390	C18	23%	モノファンクショナル
Mightysil RP-18（L）GP	5	13.5	270	C18	15%	モノファンクショナル
Mightysil RP-8GP	3、5	12.5	330	C8	12%	モノファンクショナル
Mightysil RP-4GP	5	12.5	330	C4	4%	モノファンクショナル

用途別カラム、順相（Normal Phase）系カラム

用途別カラムは、GPシリーズで実施している充填剤バッチ毎の溶出挙動に関する試験項目（物理化学的特性・溶離特性試験：P4参照）のほか、各用途に対応した分析対象物による試験項目を追加しております。また、汎用的な順相系のカラム（Si60、NH_2）もご用意しております。

Mightysil RP-18MS（LC/MS対応）	従来の"Mightysil GP"シリーズを改良し、LC/MSに安心してご使用いただけます。高い理論段数を保ちながら、より低い背圧を実現いたしました。また、充填剤の洗浄工程や充填方法を見直すことで、カラム使用当初に見られる溶出物を極力低減しております。	P.23
Mightysil RP-18PA（農薬分析用）	残存シラノール基の不活性化方法を見直すことにより、オキシン銅の非特異的吸着を極めて低いレベルに抑えた農薬分析用ODS充填剤です。通常のODSカラムとしても使用でき、他の農薬分析についても安心してご利用いただけます。	P.26
Mightysil DNPH	DNPH化アルデヒド類の分離に特化した性能を持つODS充填剤です。	P.29
Mightysil Si60	純度99.99%以上の高純度シリカゲルを使用した順相カラムです。	P.30
Mightysil NH_2	高純度シリカゲルをベースとしアミノプロピルシリル基を修飾した充填剤です。糖類の分析だけでなく、弱陰イオン交換充填剤としての利用や特異的な選択性を利用した逆相分離にも応用されます。	P.31
Mightysil Si60 BDF	石油製品試験用カラムです。	P.32

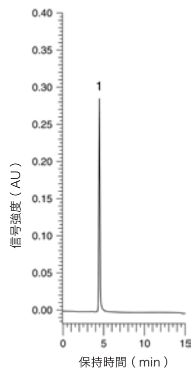
充填剤の種類	粒子径（μm）	細孔径（nm）	比表面積（m²/g）	修飾基	炭素含有量	修飾タイプ
Mightysil RP-18MS	5	12.5	330	C18	18%	モノファンクショナル
Mightysil RP-18PA	3、5	13.5	270	C18	15%	モノファンクショナル
Mightysil RP-18DNPH	5	12.5	330	C18	19%	モノファンクショナル
Mightysil Si60 BDF	5	6	525	-	-	-
Mightysil NH_2	3、5	7	525	NH_2	-	モノファンクショナル
Mightysil Si60	5	6	525	-	-	-

Mightysil GPシリーズ ～分析バリデーション対応～

Mightysil GPシリーズは、金属不純物が極めて少ない高純度シリカゲルを使用し、弊社独自の合成反応により充填剤表面の極性基（シラノール基）を極限まで不活性化いたしました。試料の物性を気にすることなく、あらゆる分析に安心してご利用いただけます。

高純度シリカゲル

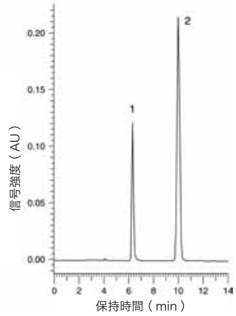
純度99.99%（SiO_2）以上のシリカゲルを使用しており、金属配位性化合物に対し、非特異的吸着を示しません。



Column　: Mightysil RP-18GP 150-4.6（5 μm）
Eluent　: Acetonitrile/ 20 mM H_3PO_4=5/95
Flow rate : 1.0 mL/min
Temp.　: 40℃
Detection : UV250 nm
Inj. Vol　: 5 μL
Sample　: 1. Oxine-copper　40 μg/mL

フルエンドキャップ

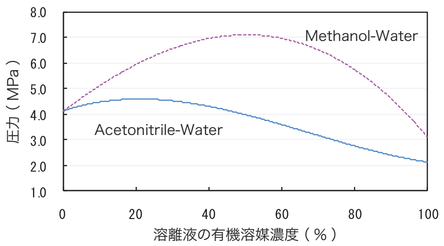
残存シラノール基のエンドキャップには弊社独自の合成反応を採用しております。塩基性物質をシャープなピークとして検出できるだけでなく、一部の逆相充填剤で見られる、酸性物質との相互作用によるピーク形状の変化もありません。



Column　: Mightysil RP-18GP 150-4.6（5 μm）
Eluent　: Methanol/ 20 mM Buffer（pH7.6）=40/60
Flow rate : 0.5 mL/min
Temp.　: 40℃
Detection : UV250 nm
Inj. Vol.　: 5 μL
Sample　: 1. Procainamide　40 μg/mL
2.Acetyl Procainamide　45 μg/mL
*pH adjust; add 20 mM K_2HPO_4·$3H_2O$ to 20 mM KH_2PO_4

高耐久性

■ カラム背圧変動

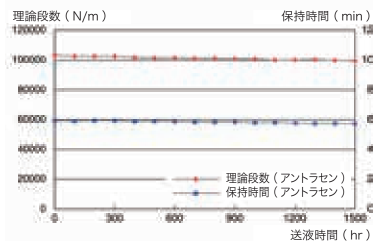


高精度の分級を施した真球状シリカゲルの使用により、低圧操作下で十分な高理論段が得られます。また、充填剤表面の被覆を極限までおこなっているため、酸性領域から塩基性領域まで、抜群の安定性を示します。

Column　: Mightysil RP-18MS 150-2.0（5 μm）
Flow rate : 1.0 mL/min

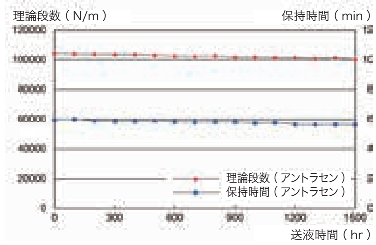
■ 耐久性試験

酸性溶離液（pH 1.5）



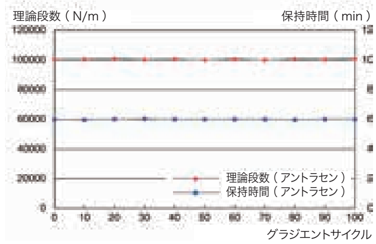
Column　: Mightysil RP-18GP 150-4.6（5 μm）
Eluent　: Methanol/ 300 mM H_3PO_4（pH1.5）=1/1
Flow rate : 1.0 mL/min
Temp.　: Room Temp.
Sample　: Anthracene

塩基性溶離液（pH 10.0）



Column　: Mightysil RP-18GP 150-4.6（5 μm）
Eluent　: Methanol/ 20 mM K_2HPO_4（pH10.0）=1/1
Flow rate : 1.0 mL/min
Temp.　: Room Temp.
Sample　: Anthracene

グラジエント試験



Column　: Mightysil RP-18GP 150-4.6（5 μm）
Eluent　: A）10 mM Phosphate buffer（pH4.7）
B）20% Methanol
C）80% Methanol
Gradient; A→B→C Linear; each 30 min
Flow rate : 1.0 mL/min
Temp.　: Room Temp.
Sample　: Anthracene

Mightysil GPシリーズ ～分析バリデーション対応～

保証内容

GLP・GMPにおける分析バリデーションをサポート

GLP・GMPにおける分析バリデーションでは、分析法の妥当性を証明することが要求されます。Mightysil GPシリーズは、充填剤物性・溶離特性を高レベルで均一化しており、バリデーションが必要とされるあらゆる分析に、安心してご利用いただけます。

■ 厳しい品質管理

分析精度を左右する因子について、充填剤バッチ間・カラムロット間の偏差に厳しい規格を設定し、高精度の充填を行っております。充填剤バッチ、カラムロット毎の特性は高い再現性を保っており、分析法の検討開始からルーチン分析終了までの長期間、溶離特性・分離能が同一なカラムをご使用いただけます。

■ 複数の充填剤バッチをご用意

医薬品などの分析法検討の際、充填剤バッチ間差の有無についてあらかじめご検討いただけます。
充填剤バッチ指定での製造も可能です。

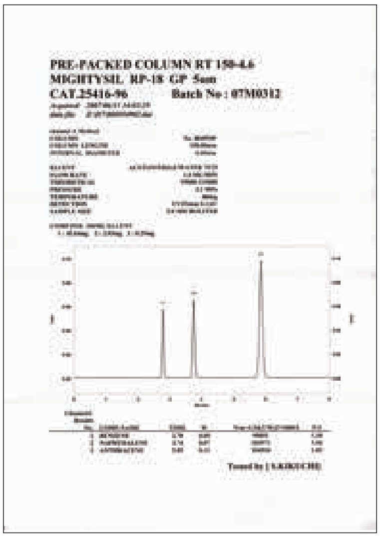
■ Certificate of Analysis（試験成績書）を添付

製品には、カラム充填状態を証明する分析表と、充填剤の物性・溶離特性を証明する**「Certificate of Analysis」**を添付しており、バリデーションにおける各種証明にもご利用いただけます。

分析表

■ 充填状態【理論段数】

充填状態の指標となる理論段数は、規格値に上限と下限を設定することでカラム間差を管理し、カラム1本毎に分析表として製品添付しております。



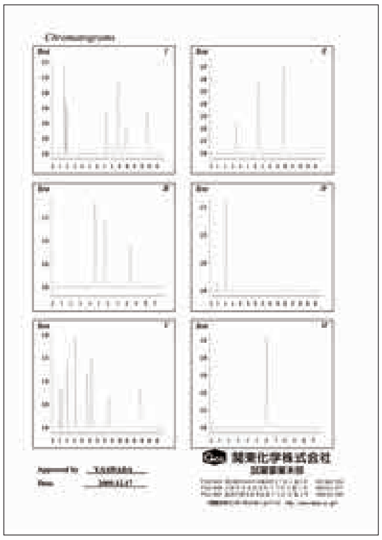
PRE-PACKED COLUMN RT 150-4.6
MIGHTYSIL RP-18 GP 5um
CAT.25416-96 Batch No : 07M0312

Certificate of Analysis

■ 物理化学的特性・溶離特性試験

充填剤そのものの物理化学的特性・溶離特性については、充填剤の製造毎に試験を実施し、その結果を「Certificate of Analysis」として併せて添付しております。なお、溶離特性は、特性値のみでなくクロマトグラムからも判断いただけるよう、収載しております。

Mightysil RP-18 GP II (5 μm)
Certificate of Analysis



Chromatograms

関東化学株式会社

Certificate of Analysis

■ 充填剤バッチ毎　試験内容・規格

物理化学的特性試験		RP-18	RP-8	RP-4	測定方法
Mean Particle Size	[μm]	4.3～4.7			コールカウンター法
Surface Area	[m²/g]	300～360			BET法
Mean Pore Diameter	[nm]	11.2～14.2			
Pore Volume	[mL/g]	0.95～1.15			
Carbon Content	[%]	18.0～20.0	11.0～14.0	3.5～5.5	元素分析法
Na	[ppm]	≦ 10			ICP法
Al	[ppm]	≦ 5			
Fe	[ppm]	≦ 10			
Ti	[ppm]	≦ 1			

溶離特性試験	RP-18	RP-8	RP-4	概　要
Test Ⅰ 充填剤の疎水性・立体選択性				
$k'_{Amylbenzene}$	>5.5	>2.5	>1.0	側鎖の鎖長や立体構造の異なる芳香族炭化水素の溶離結果から、充填剤の疎水性・立体選択性に関する特性を判断しております。
$k'_{Amylbenzene}/k'_{Butylbenzene}$	1.4～1.5	1.2～1.5	1.1～1.4	
$k'_{Triphenylene}/k'_{o\text{-}terphenyl}$	1.4～1.5	-	-	
Test Ⅱ エンドキャップ達成度				
$k'_{Acetylprocainamide}/k'_{Procainamide}$	1.9～2.2	1.8～2.2	1.9～2.3	強塩基性物質であるプロカインアミド・アセチルプロカインアミドの溶離挙動から、残存シラノール基に対するエンドキャップの達成度を判断しております。
Test Ⅲ 酸性物質の溶離挙動				
$k'_{Sorbic\ acid}/k'_{Benzoic\ acid}$	2.0～2.5	1.8～2.3	1.8～2.3	酸性物質は、逆相カラムでまれにピークのテーリングが観察されます。代表的な酸性物質3種について、充填剤との間に非特異的な相互作用がないことを確かめます。
$k'_{Dehydroacetic\ acid}/k'_{Benzoic\ acid}$	5.0～6.0	4.0～5.0	4.0～5.0	
Test Ⅳ 錯形成化合物の溶離挙動（1）				
$k'_{Oxine\text{-}Copper}/k'_{Caffeine}$	0.10～0.15	0.1～0.2	0.04～0.07	オキシン銅などの錯形成化合物は基材シリカゲル中の金属不純物に配位し、テーリングを起こす場合があります。Mightysil GPは、錯形成化合物の分離にも安心してご利用いただけます。
Test Ⅴ 塩基性物質の溶離挙動				
$k'_{Pyridine}/k'_{Caffeine}$	2.3～2.6	2.3～2.6	1.7～2.0	強塩基性のジメチルアニリン等は、残存シラノール基の影響でピーク形状が変化しやすい物質の一つです。代表的な8物質の溶離挙動を確認しておりますので、医薬品をはじめとする塩基性試料の分析にも安心して使用できます。
$k'_{Aniline}/k'_{Pyridine}$	2.6～2.9	2.5～2.8	2.2～2.5	
$k'_{o\text{-}Toluidine}/k'_{Aniline}$	1.8～2.0	1.6～1.9	1.5～1.7	
$k'_{N\text{-}Methylaniline}/k'_{o\text{-}Toluidine}$	1.6～1.8	1.5～1.8	1.3～1.6	
$k'_{2\text{-}Ethylaniline}/k'_{N\text{-}Methylaniline}$	1.1～1.3	1.0～1.3	1.0～1.3	
$k'_{3\text{-}Nitroanisole}/k'_{2\text{-}Ethylaniline}$	1.3～1.5	1.3～1.6	1.4～1.7	
$k'_{N,N\text{-}Dimethylaniline}/k'_{3\text{-}Nitroanisole}$	1.7～1.9	1.4～1.7	1.0～1.3	
Test Ⅵ 錯形成化合物の溶離挙動（2）				
$k'_{Hinokitiol}$	3.0～3.5	2.8～3.1	1.6～1.9	Test Ⅳ同様の目的で、錯形成化合物ヒノキチオールの溶離挙動をテストしております。

分析表

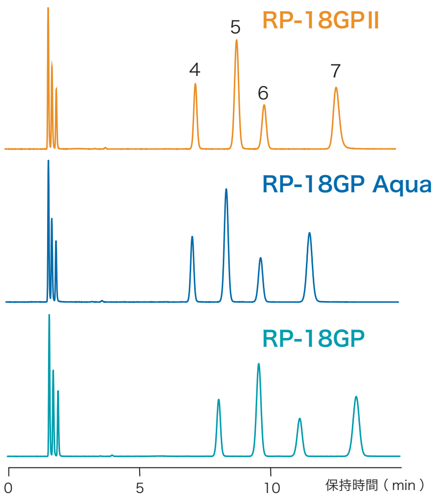
■ カラム充填状態　試験内容・規格

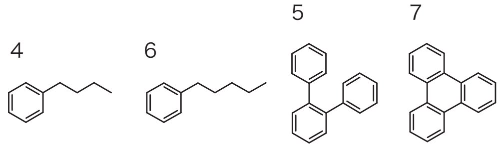
保証項目		RP-18	RP-8	RP-4	概　要
保証理論段数（*N/m* $_{Anthracene}$）	150-4.6 mm（5 μm）	95,000～115,000	95,000～115,000	90,000～110,000	理論段数の上限・下限を設定しております。
Symmetry（Anthracene）		0.9～1.4			

Mightysil GPシリーズ ～分析バリデーション対応～

分離特性の違い

■ 立体選択性





Column size ：150-4.6（5 μm）
Eluent ：Methanol/Water=80/20
Flow rate ：1.0 mL/min
Temp. ：40℃
Detection ：UV254 nm
Inj. Vol. ：5 μL
Samples ：1.Uracil 2.Caffeine 3.Phenol
4.*n*-Butylbenzene 5.*o*-Terphenyl
6.*n*-Amylbenzene 7.Triphenylene

溶離特性試験	RP-18GPII	RP-18GP Aqua	RP-18GP
$k'_{Amylbenzene}$	4.92	4.99	5.98
$k'_{Amylbenzene}/k'_{Butylbenzene}$	1.47	1.47	1.48
$k'_{Triphenylene}/k'_{o\text{-}Terphenyl}$	1.53	1.47	1.47

$k'_{Triphenylene}/k'_{o\text{-}Terphenyl}$ から、二反応性ODSの立体選択性が一反応性ODSに比べて高いことがわかります。
（RP-18GPⅡとRP-18GP Aquaは、基材物性がほぼ同様です。）

COLUMN

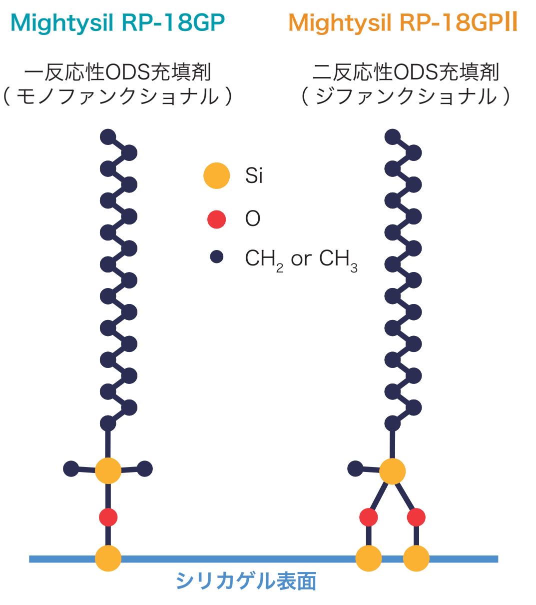
Mightysil RP-18GP・GPⅡの違い

シラノール基と一対一で結合している一反応性（モノファンクショナル）ODS化シリカゲルは、通常、酸性条件下において根元部分が加水分解されODS基が脱離してしまう場合があります。これにより、ピーク形状の悪化や保持時間の減少などが起こり充填剤としての機能を充分に果たせなくなる場合があります。

二反応性（ジファンクショナル）ODS化シリカゲルは、ODS基とシラノール基がおよそ一対二で結合しており、酸性条件下においても根元部分の加水分解傾向が抑えられ、モノファンクショナルODS化シリカゲルに比べて化学的安定性が向上いたします。

Mightysil RP-18GPⅡは、ジファンクショナルODS化シリカゲルであることから、Mightysil RP-18GPに比べて、酸性条件下でより安定した分析結果を得ることができます。

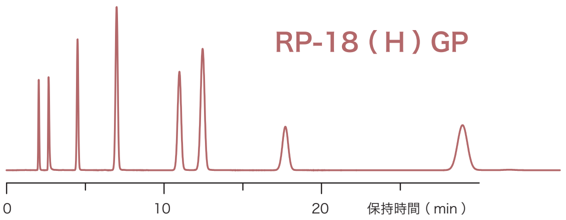
充填剤のイメージ図

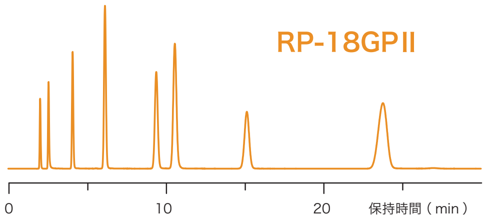


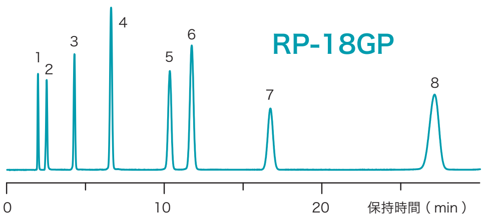
Mightysil GPシリーズ ～分析バリデーション対応～

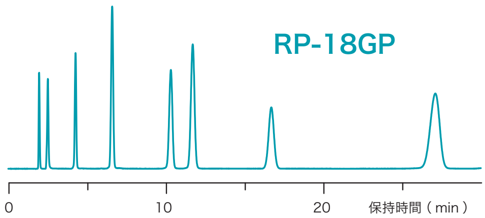
分離特性の違い

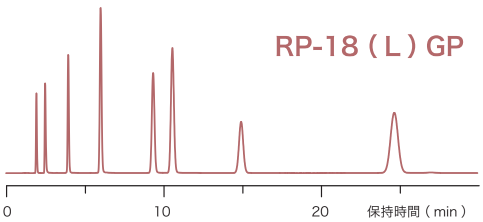
■ 保持時間

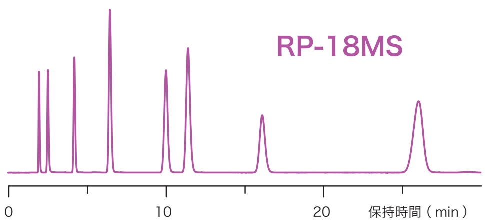


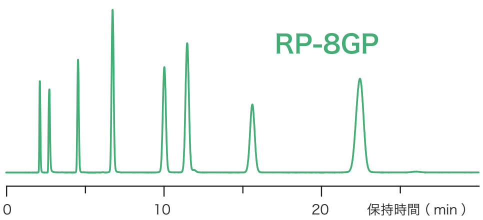


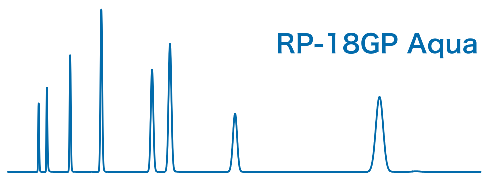


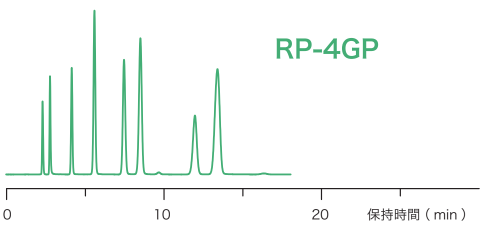






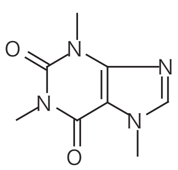




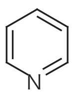


Column size : 150-4.6 (5 μm)
Eluent : Acetonitrile/Water=30/70
Flow rate : 1.0 mL/min
Temp. : 40℃
Detection : UV254 nm
Inj. Vol. : 10 μL
Samples : 1.Caffeine 2.Pyridine 3.Aniline 4.*o*-Toluidine 5.*N*-Methylaniline 6.*o*-Ethylaniline 7.*p*-Nitroanisole 8.*N,N*-Dimethylaniline

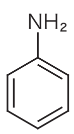
1



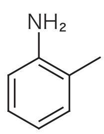
2



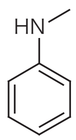
3



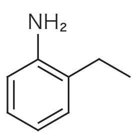
4



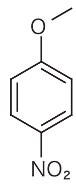
5



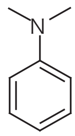
6



7



8



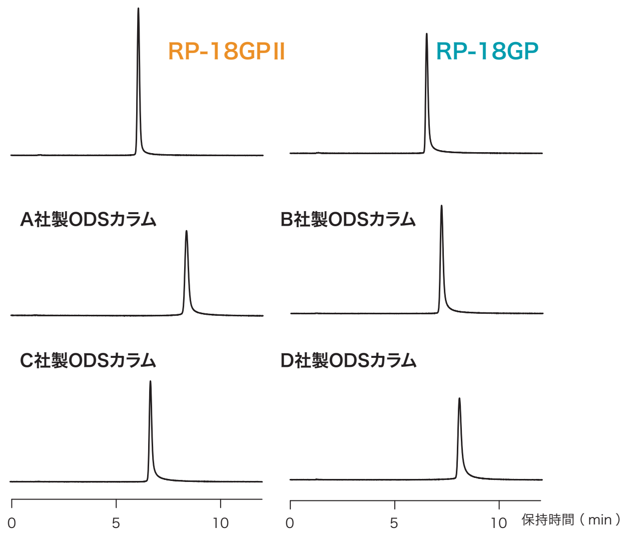
修飾基のファンクショナリティーが同じであれば、立体選択性を損なうことなく保持時間を変化させることが可能です。RP-8、RP-4充填剤は、RP-18 (ODS) に比べ疎水性基が短いため、疎水度の高い物質に対する保持力が弱くなります。ODSカラムを使用すると保持が強すぎる試料の場合、RP-8、RP-4カラムに変更することで、溶出時間を短縮することが可能です。

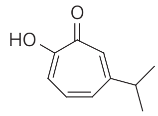
Mightysil RP-18GPII ～ジファンクショナルODS～

Mightysil RP-18GPIIは、オクタデシルシリル（ODS）化剤と、隣接した二個のシラノール基が結合している二反応性ODSカラムです。エンドキャッピングの最適化を図り、残存シラノール基を限りなく不活性化していますので、ピークテーリングが最小限に抑えられます。また、配位性化合物として知られるヒノキチオールの高感度化を実現いたしました。従来のMightysil RP-18GPで分離していたものはもちろん、さらに耐久性に優れ、高感度分析にも対応できますので幅広い試料の分析に安心してご利用いただけます。

高感度

■ 他社製品との比較〈配位性化合物（ヒノキチオール）の分析〉





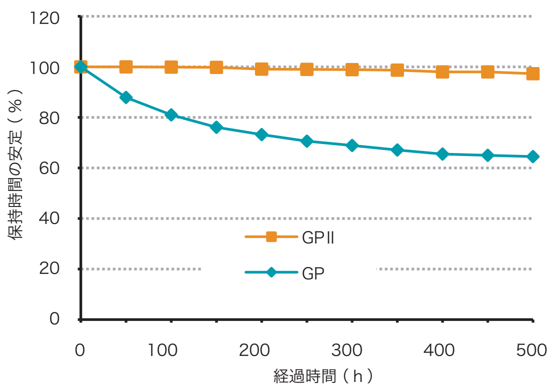
Hinokitiol

Column size ：150-4.6（5 μm）
Eluent ：25 mM Phosphoric acid/Acetonitrile=60/40
Flow rate ：1.0 mL/min
Temp. ：40℃
Detection ：UV254 nm
Inj. Vol. ：2 μL
Sample ：Hinokitiol 50 μg/mL

ヒノキチオール	RP-18GPII	RP-18GP	A社製	B社製	C社製	D社製
理論段数	104160	102257	87140	97560	114957	90473
ピークシンメトリー	1.49	3.23	1.61	3.49	3.4	1.92

耐久性の向上

一般的にODSシリカゲル充填剤はトリフルオロ酢酸（TFA）水溶液で加水分解し、不可逆的なカラム性能の劣化を示すことが知られています。Mightysil RP-18GPIIは、一反応性ODS化シリカゲルであるMightysil RP-18GPに比べて、ODS基が外れにくい構造となるため、過酷な酸性条件でも抜群の耐久性を示し、安定した保持時間が得られます。



カラムに0.5%TFA水溶液を送液し、充分置換した後、密栓し室温（15～20℃）で所定の時間放置する。
一定時間後、アントラセンの保持時間を測定し、初期の保持時間と比較した。

Column ：Mightysil RP-18GPII 150-4.6（5 μm）
Mightysil RP-18GP 150-4.6（5 μm）
Eluent ：Acetonitrile/Water=75/25
Flow rate ：1.0 L/min
Temp. ：40℃
Sample ：Anthracene

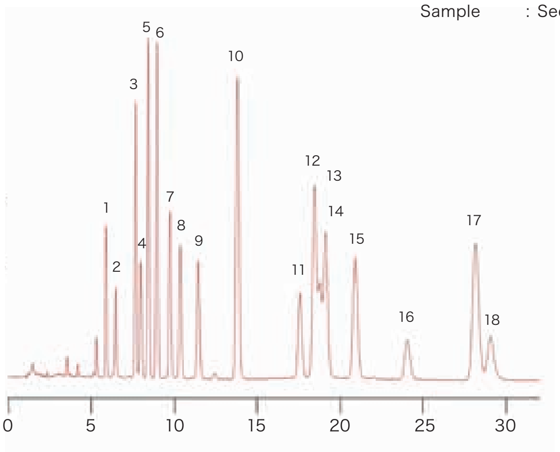
Mightysil RP-18GPII ～ジファンクショナルODS～

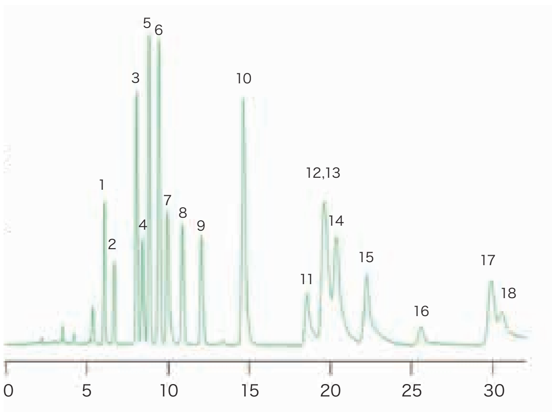
立体選択性の違い

■ RP-18GPII（二反応性ODS）とRP-18GP（一反応性ODS）の比較（イソクラティック分析）

Mightysil RP-18GPII	Mightysil RP-18GP

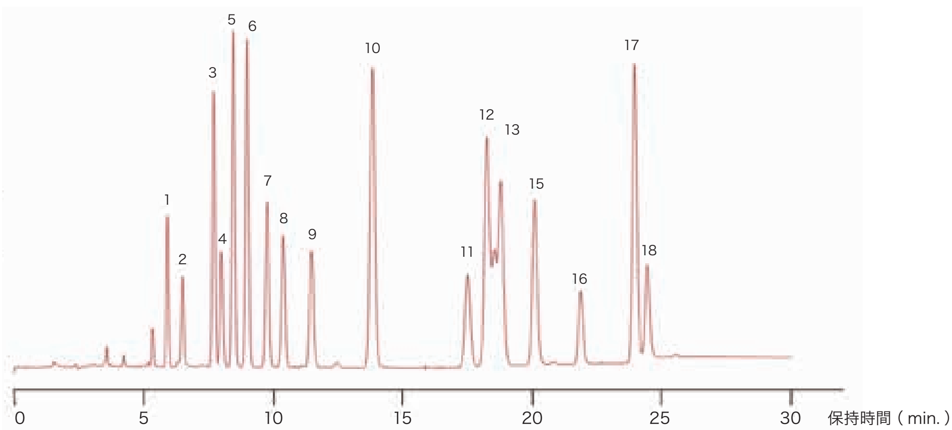
Column size : 250-4.6（5 μm）
Eluent : Acetonitrile/Water = 75/25
Flow rate : 1.0 mL/min
Temp. : 40°C
Detection : UV254 nm
Sample : See Below





アプリケーション

PAHs（多環芳香族炭化水素）のグラジエント分析



Column : Mightysil RP-18GPII 250-4.6（5 μm）
Eluent : Acetonitrile/Water=75/25（20 min.）→90/10（10 min.）
Flow rate : 1.0 mL/min
Temp. : 40℃
Detection : UV254 nm
Inj. Vol. : 10 μL

Sample :

1. Naphthalene	0.4 μg/mL	2. Acenaphthylene	0.4 μg/mL
3. Fluorene	0.2 μg/mL	4. Acenaphthene	1.0 μg/mL
5. Phenanthrene	0.1 μg/mL	6. Anthracene	0.1 μg/mL
7. Fluoranthene	0.2 μg/mL	8. Benzo[a]anthracene	0.2 μg/mL
9. Pyrene	0.2 μg/mL	10. Chrysene	0.2 μg/mL
11. Benzo[j]fluoranthene	0.2 μg/mL	12. Benzo[b]fluoranthene	0.2 μg/mL
13. Benzo[k]fluoranthene	0.2 μg/mL	14. Benzo[e]pyrene	0.2 μg/mL
15. Benzo[a]pyrene	0.2 μg/mL	16. Dibenz[a,h]anthracene	0.2 μg/mL
17. Indeno[1,2,3-cd]pyrene	0.2 μg/mL	18. Benzo[g,h,i]perylene	0.2 μg/mL

Mightysil RP-18GPII / RP-18GP

製品リスト

長さ（mm）	内径（mm）	包装（本数/pack）	価格（¥）	製品番号	※
Mightysil RP-18GPII（粒子径3 µm）					
5	2	2（G）	22,000	25617-96	
50	2	1	44,000	25616-96	※
100	2	1	47,000	25615-96	※
150	2	1	51,000	25614-96	
150	3	1	51,000	25613-96	※
5	4.6	2（G）	23,000	25611-96	
50	4.6	1	41,000	25610-96	※
75	4.6	1	41,000	25609-96	※
100	4.6	1	52,000	25608-96	※
150	4.6	1	53,000	25607-96	
250	4.6	1	60,000	25606-96	
Mightysil RP-18GPII（粒子径5 µm）					
5	2	2（G）	21,000	25699-96	
50	2	1	43,000	25698-96	※
150	2	1	50,000	25697-96	
250	2	1	57,000	25696-96	※
150	3	1	50,000	25695-96	※
250	3	1	57,000	25694-96	※
5	4.6	10（G）	46,000	25693-96	
75	4.6	1	39,000	25692-96	※
150	4.6	1	52,000	25691-96	
250	4.6	1	59,000	25690-96	
150	6	1	54,000	25689-96	
10	10	2（G）	37,000	25688-96	※
250	10	1	175,000	25687-96	※
10	20	1（G）	44,000	25686-96	※
250	20	1	385,000	25685-96	※

（G）：ガードカラム

長さ（mm）	内径（mm）	包装（本数/pack）	価格（¥）	製品番号	※
Mightysil RP-18GP（粒子径3 µm）					
5	2	2（G）	21,000	25475-96	
50	2	1	42,000	25473-96	
100	2	1	46,000	25472-96	
150	2	1	50,000	25517-96	
250	2	1	57,000	25516-96	※
50	3	1	37,000	25653-96	※
75	3	1	38,000	25545-96	
100	3	1	46,000	25652-96	
150	3	1	50,000	25546-96	
250	3	1	57,000	25544-96	※
5	4.6	2（G）	23,000	26057-96	
30	4.6	1	36,000	25650-96	※
50	4.6	1	38,000	25468-96	
75	4.6	1	39,000	25515-96	
100	4.6	1	51,000	25469-96	
150	4.6	1	51,000	25514-96	
250	4.6	1	58,000	25513-96	
Mightysil RP-18GP（粒子径5 µm）					
5	2	2（G）	21,000	25474-96	
50	2	1	41,000	25543-96	
100	2	1	46,000	25542-96	※
150	2	1	49,000	25471-96	
250	2	1	56,000	25470-96	
50	3	1	37,000	25656-96	※
75	3	1	38,000	25435-96	※
100	3	1	45,000	25655-96	※
150	3	1	49,000	25437-96	
250	3	1	56,000	25438-96	
150	4	1	49,000	25449-96	
250	4	1	56,000	25448-96	
5	4.6	10（G）	46,000	25418-96	
50	4.6	1	38,000	26061-96	※
75	4.6	1	39,000	25417-96	
100	4.6	1	49,000	26060-96	※
150	4.6	1	49,000	25416-96	
250	4.6	1	56,000	25415-96	
150	6	1	53,000	25477-96	
250	6	1	66,000	25476-96	
10	10	2（G）	36,000	25479-96	※
250	10	1	170,000	25478-96	※
10	20	1（G）	43,000	25481-96	※
50	20	1	115,000	25649-96	※
250	20	1	375,000	25480-96	※

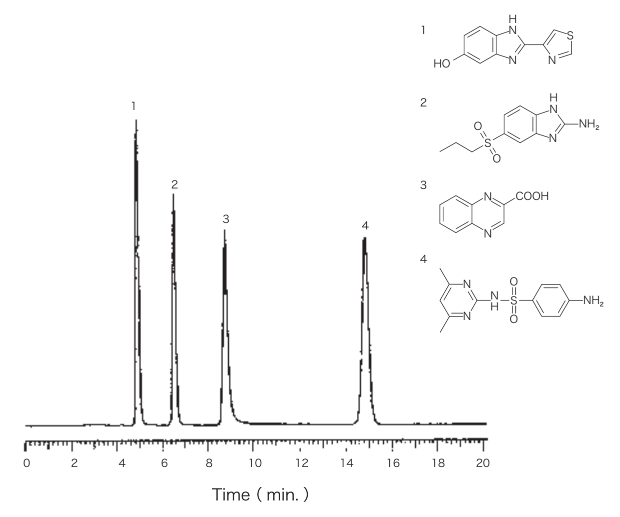
（G）：ガードカラム

※印の製品は受注製造品です。
詳しくはお近くの弊社支店・営業所にお問い合わせください。

Mightysil RP-18GP

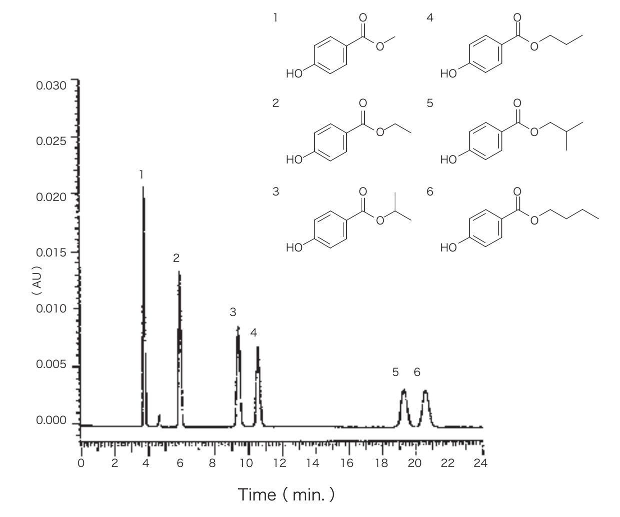
アプリケーション

動物用医薬品の一斉分析



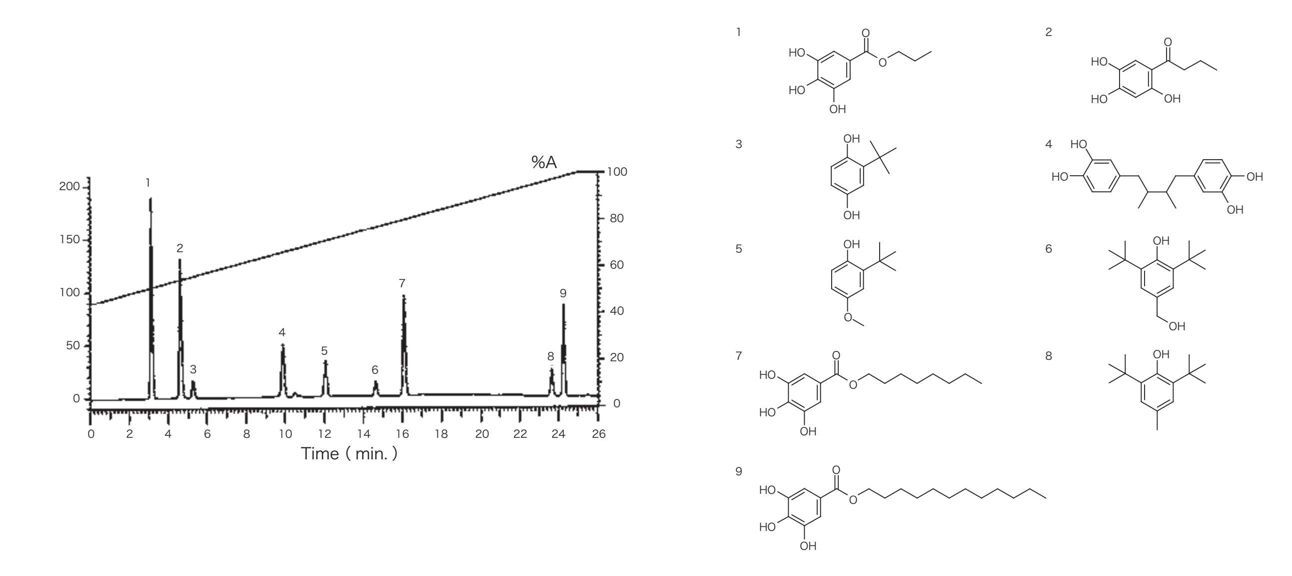
Column : Mightysil RP-18GP 150-4.6 (5 μm)
Eluent : Acetonitrile/Phosphate buffer pH3.0 = 15/ 85
Flow rate : 0.5 mL/min.
Detection : UV285 nm 0.03AUFS
Temp. : 40℃
Sample Vol. : 5 μL
Samples : 1. 5-Hydroxythiabendazole 5 μg/mL
2. 5-propylsulfonyl-1H-benzimidazole-2-amine 5 μg/mL
3. 2-Quinoxalinecarboxylic acid 15 μg/mL
4. Sulfadimidine 7 μg/mL

保存料の分析



Column : Mightysil RP-18GP 150-4.6 (5 μm)
Eluent : Methanol/Water=1/ 1
Flow rate : 1.0 mL/min.
Detection : UV254 nm
Temp. : 40℃
Sample Vol. : 10 μL
Samples : 1. Methyl *p*-hydroxybenzoate 1 μg/mL
2. Ethyl *p*-hydroxybenzoate 1 μg/mL
3. Isopropyl *p*-hydroxybenzoate 1 μg/mL
4. *n*-Propyl *p*-hydroxybenzoate 1 μg/mL
5. Isobutyl *p*-hydroxybenzoate 1 μg/mL
6. *n*-Butyl *p*-hydroxybenzoate 1 μg/mL

酸化防止剤の分析

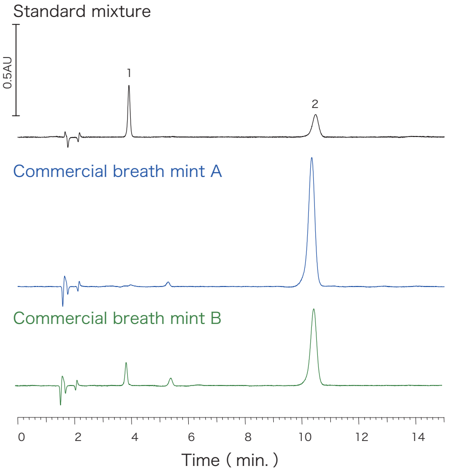


Column : Mightysil RP-18GP 150-4.6 (5 μm)
Eluent : A) Acetonitrile/Methanol=50/ 50
B) 0.5% Acetic acid
Gradient (A%) :0~25 min. : A45%~100% Linear,
25.1~30 min.: A 100%, 30.1~50 min.: A45%
Flow rate : 1.0 mL/min.
Detection : UV280 nm
Temp. : 40℃
Sample Vol. : 10 μL
Samples : 1. Propyl gallate (PG) 40 μg/mL
2. Trihydroxybutyrophenone (THBP) 40 μg/mL
3. *tert*-Butyl hydroquinone (TBHQ) 40 μg/mL
4. Nordihydroxyguaiaretic acid (NDGA) 40 μg/mL
5. Butyl hydroxyanisole (BHA) 40 μg/mL
6. Hydroxy methyl butyl phenol (HMBP) 40 μg/mL
7. Octyl gallate (OG) 40 μg/mL
8. Butyl hydroxytoluene (BHT) 40 μg/mL
9. Dodecyl gallate (DG) 40 μg/mL

Mightysil RP-18GP

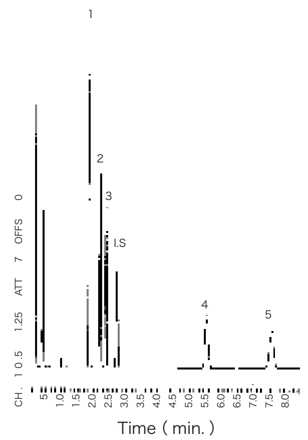
アプリケーション

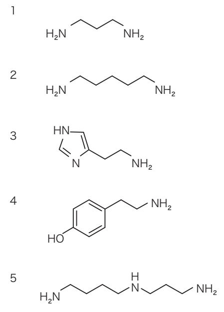
清涼菓子中のアスパルテームとアセスルファムKの分析



Column : Mightysil RP-18 GP 150-4.6 (5 µm)
Eluent : Methanol/10 mM Potassium dihydrogenphosphate pH4.0 including 10 mM of Tetra-n-propylammonium hydroxide=25/75
*pH adjusted by Phosphoric acid
Flow rate : 1.0 mL/min.
Detection : DAD (200〜400 nm)
Temp. : 40℃
Sample Vol. : 10 µL
Samples : 1. Aspartame
2. Acesulfame K
Each 0.1 mg/mL in Water
Commercial breath mint:
5 tablets of breath mint dissolved to 10 mL of Water and filtered with 0.2 µm PVDF membrane.

変敗アミンの分析

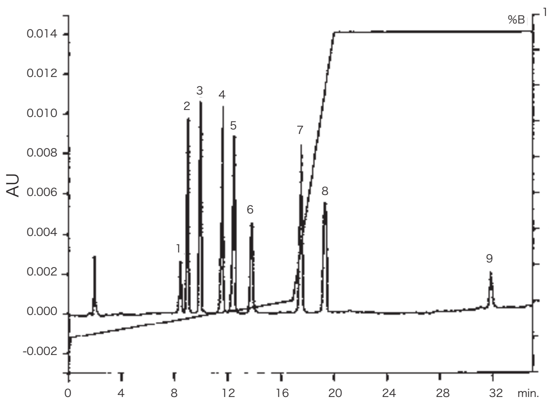


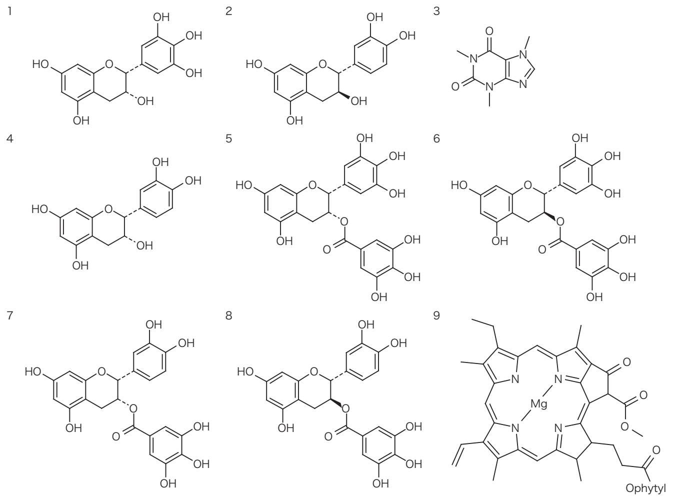


Column : Mightysil RP-18GP 250-4.6 (5 µm)
Eluent : Acetonitorile/Water=60/ 40
Flow rate : 1.0 mL/min.
Detection : Fluorescence 525 nm (Excitation 325 nm)
Temp. : 40℃
Sample Vol. : 5 µL
Samples :

1.Putrescine	10 µg/mL
2.Cadaverine	10 µg/mL
3.Histamine	250 µg/mL
4.Tyramine	50 µg/mL
5.Spermidine	10 µg/mL

カテキン・カフェイン・クロロフィルAの分析





Column : Mightysil RP-18GP 150-4.6 (5 µm)
Eluent : A) 1% Phosphoric acid, B) Ethanol

Time (min.)	0	0.1	17	20	35
A (%)	95	90	80	5	5
B (%)	5	10	20	95	95

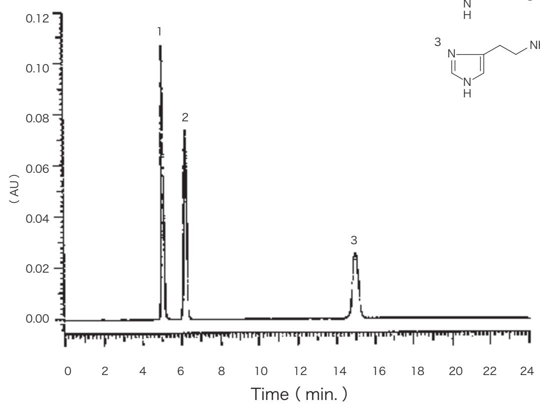
Flow rate : 1.0 mL/min.
Detection : 0~21 min. : UV280 nm, 21~35 min.: UV430 nm
Temp. : 40℃
Sample Vol. : 5 µL
Samples :

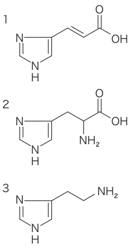
1. Epigallocatechin	20 µg/mL	4. Epicatechin	20 µg/mL	7. Epicatechin gallate	8 µg/mL
2. Catechin	20 µg/mL	5. Epigallocatechin gallate	10 µg/mL	8. Catechin gallate	6 µg/mL
3. Caffeine	4 µg/mL	6. Gallocateohin gallate	6 µg/mL	9. Clorophyl a	6 µg/mL

Mightysil RP-18GP

アプリケーション

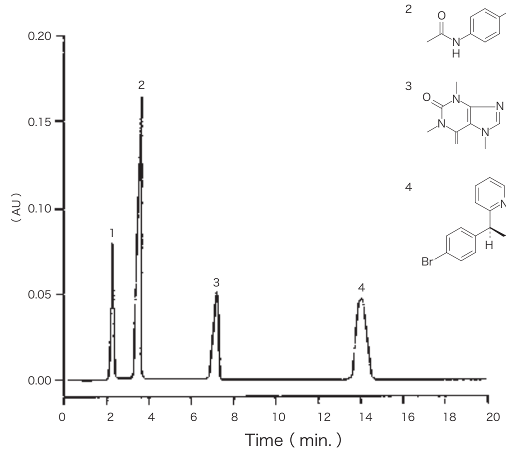
ヒスタミン・ヒスチジン・ウロカイン酸の分析

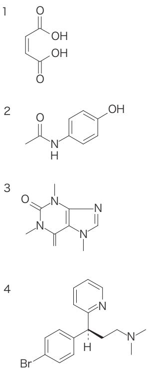




Column : Mightysil RP-18GP 150-4.6 (5 µm)
Eluent : Acetonitrile/20 mM Phosphoric acid including 25 mM of Sodium hexanesulfonate=10/ 90
Flow rate : 1.0 mL/min.
Detection : UV220 nm
Temp. : 40℃
Sample Vol. : 1 µL
Samples : 1. Urocanic acid 330 µg/mL
2. Histidine 330 µg/mL
3. Histamine 330 µg/mL

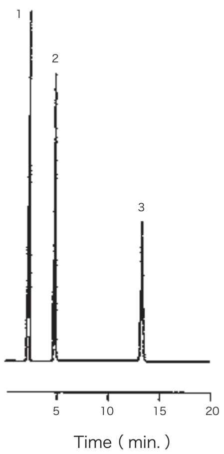
かぜ薬成分の分析

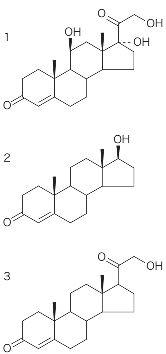




Column : Mightysil RP-18GP 150-4.6 (5 µm)
Eluent : Acetonitrile/ 20 mM Phosphoric acid=20/ 80
Flow rate : 1.0 mL/min.
Detection : UV254 nm
Temp. : 40℃
Sample Vol. : 5 µL
Samples : 1. Maleic acid 1.0 mg/mL
2. Acetaminophen 0.1 mg/mL
3. Caffeine 0.1 mg/mL
4. Brompheniramine 1.0 mg/mL

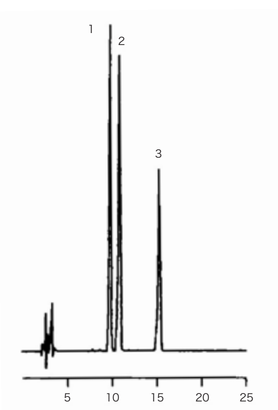
ステロイド類の分析-1

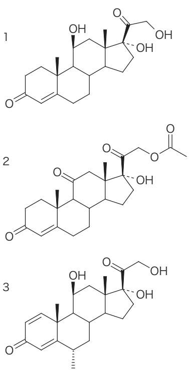




Column : Mightysil RP-18GP 150-4.6 (5 µm)
Eluent : Acetonitrile/Water=50/ 50
Flow rate : 1.0 mL/min.
Detection : UV240 nm 0.16 AUFS
Temp. : 40℃
Sample Vol. : 10 µL
Samples : 1. Hydrocortisone 0.02 mg/mL
2. Testosterone 0.02 mg/mL
3. Progesterone 0.02 mg/mL

ステロイド類の分析-2





Column : Mightysil RP-18GP 250-4.6 mmϕ (5 µm)
Eluent : 0.05M KH_2PO_4/Acetonitrile=70/ 30
Flow rate : 1.0 mL/min.
Detection : UV245 nm 0.02 AUFS
Temp. : Room Temperature
Sample Vol. : 20 µL
Samples : 1. Cortisol
2. Cortisone
3. 6-α-Methylpredonisolone

Mightysil RP-18 Aqua ～水100%溶離液対応～

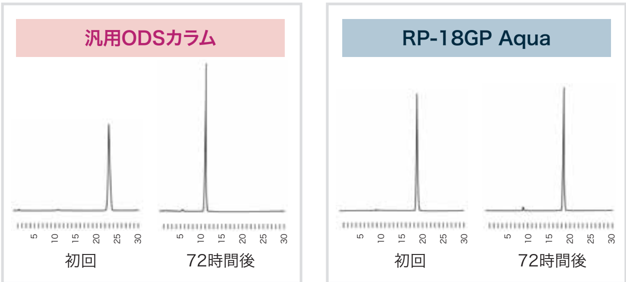
Mightysil RP-18GP Aquaは、充填剤表面の撥水現象を抑制することにより水100%溶離液での高い安定性・再現性を実現したODS充填剤です。水100%を含むあらゆる有機溶媒混合比において使用が可能ですので、疎水性化合物から親水性化合物の分離まで幅広い試料の分離に安心してご利用いただけます。

■ 充填剤の撥水現象

通常のODS充填剤はリガンドの持つ疎水度が高いため、水の通液による表面の撥水が問題となる場合があります。通液当初は安定した保持時間が得られますが、時間の経過に伴い保持能の大幅な低下として観察されます。

安定性

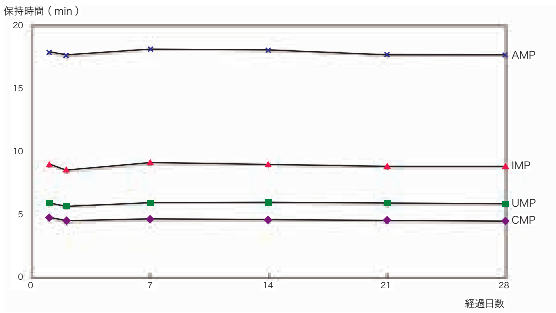
■ ドーパミンの分析



水含量の高い溶離液系によるドーパミンを試料とした連続送液試験において、より安定した保持を示しました。

Column size ：Mightysil RP-18GP Aqua 250-4.6（5 µm）
Eluent ：20 mM KH_2PO_4/Methanol=99/1
including of 5 mM Sodium pentasulfonate
Flow rate ：1.0 mL/min
Detection ：UV230 nm
Temp. ：40℃
Inj. Vol. ：10 µL
Sample ：Dopamine HCl　0.1 mg/mL

■ ヌクレオチドの分析



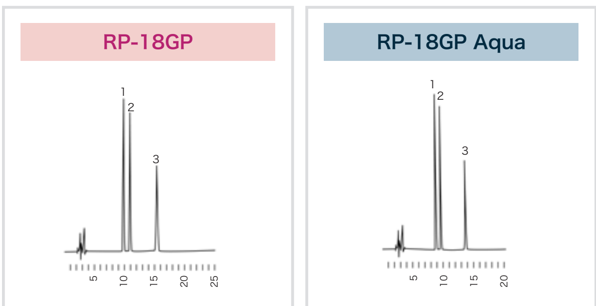
水系溶離液100%の条件下でヌクレオチド4種の分離を行い、Mightysil RP-18GP Aquaの保持時間の変動を観察しました。28日後（672時間後）においても初期値の105.0%～97.6%の保持を示し、水100%溶離液下でも安定した分離が得られております。

Column ： Mightysil RP-18GP Aqua 150-4.6（5 µm）
Eluent ： 5 mM KH_2PO_4 buffer
Flow rate ： 0.5 mL/min
Detection ： UV254 nm
Temp. ： 35℃
Inj. Vol. ： 5 µL
Sample ： Nucleotide each 0.05 mg/mL

［カラムコンディショニング］
Acetonitrile/Water=50/50 60 mL → Eluent 60 mL

RP-18GPとの相関性

■ ステロイド類の分析



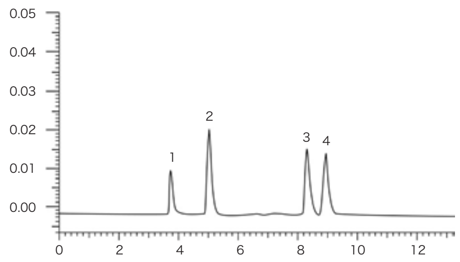
修飾リガンド及び修飾後の2次処理法（エンドキャップ）を従来のMightysil RP-18GPと統一することで、同等の選択性を有しております。

Column size：250-4.6（5 µm）
Eluent ：Acetonitrile/ 0.05 mM KH_2PO_4=30/70
Floe rate ：1.0 mL/min
Detection ：UV245 nm
Temp. ：Room Temp.（22℃）
Inj. Vol. ：20 µL
Sample ：1. Cortisol
2. Cortisone
3. 6-α-Methylprednisolone

Mightysil RP-18 Aqua ～水100%溶離液対応～

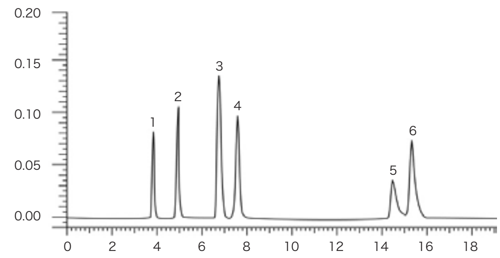
アプリケーション

アミノ酸の分析



Column : Mightysil RP-18GP Aqua 250-4.6 (5 µm)
Eluent : Water 100%
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : RI
Temp. : 35℃
Inj. Vol. : 20 µL
Sample : 1.Alanine 0.1 mg/mL 2.Valine 0.2 mg/mL
3.Isoleucine 0.2 mg/mL 4.Leucine 0.2 mg/mL

核酸の分析

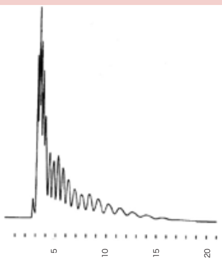


Column : Mightysil RP-18GP Aqua 250-4.6 (5 µm)
Eluent : 3 mM KH_2PO_4
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : UV254 nm
Temp. : 35℃
Inj. Vol. : 10 µL
Sample : CMP, UMP, GMP, IMP, TMP, AMP(each 0.05 mg/mL)

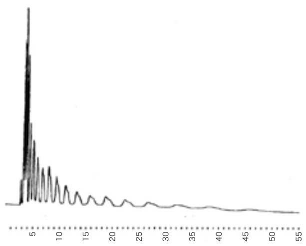
グルコースオリゴマーの分析

アセトニトリル濃度を若干変化させることで保持時間の調整が可能でありました。アセトニトリルの濃度が増加すると保持が減少しており、逆相分配モードでの分離が行われていることが分かります。

①溶離液 Water / Acetonitrile=100/2.5



②溶離液 Water / Acetonitrile=100/2



Column : Mightysil RP-18GP Aqua 250-4.6 (5 µm)
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : RI
Temp. : Room Temp. (24℃)
Inj. Vol. : 20 µL
Sample : Glucose Oligomer Mixtures (DP4～20)
Commercial Product 25 mg/mL

製品リスト

長さ（mm）	内径（mm）	包装（本数/pack）	価格（¥）	製品番号	※
Mightysil RP-18GP Aqua（粒子径3 µm）					
5	2	2（G）	21,000	25684-96	※
50	2	1	42,000	25683-96	※
100	2	1	47,000	25682-96	※
150	2	1	50,000	25681-96	
150	3	1	50,000	25680-96	※
250	3	1	58,000	25679-96	※
5	4.6	2（G）	23,000	25678-96	※
100	4.6	1	51,000	25676-96	※
150	4.6	1	51,000	25675-96	※
250	4.6	1	59,000	25674-96	※

（G）：ガードカラム

※印の製品は受注製造品です。
詳しくはお近くの弊社支店・営業所にお問い合わせください。

長さ（mm）	内径（mm）	包装（本数/pack）	価格（¥）	製品番号	※
Mightysil RP-18GP Aqua（粒子径5 µm）					
5	2	2（G）	21,000	25673-96	※
50	2	1	41,000	25672-96	※
100	2	1	47,000	25671-96	※
150	2	1	50,000	25670-96	※
250	2	1	57,000	25669-96	※
150	3	1	50,000	25668-96	※
250	3	1	57,000	25667-96	※
5	4.6	10（G）	46,000	25642-96	
150	4.6	1	51,000	25641-96	
250	4.6	1	58,000	25640-96	
10	10	2（G）	36,000	25666-96	※
250	10	1	170,000	25665-96	※
10	20	1（G）	44,000	25661-96	※
250	20	1	385,000	25660-96	※

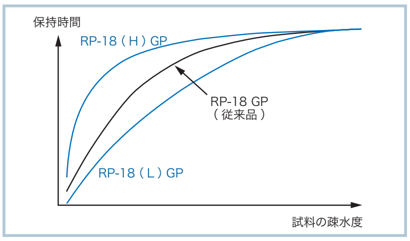
（G）：ガードカラム

Mightysil RP-18（H）GP / RP-18（L）GP

Mightysil RP-18（H）シリーズ及びRP-18（L）シリーズは、従来のMightysil RP-18GPと比較しリガンドであるオクタデシル基を高密度（H）または低密度（L）で導入したODS充填剤です。これら3種の充填剤のリガンドアクティビティは同様でありながら疎水性に差があり、立体選択性を損なうことなく分離パターンを変えることが可能です。

■ 概略図：リガンドカバレッジによる差異

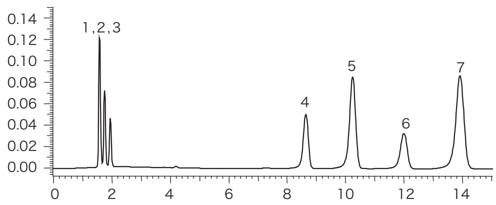
RP-18（H）GPは、低疎水性で疎水度の差が小さい試料同士の場合、より高い分離度を得ることが期待できます。RP-18（L）GPは、高疎水性試料に優れた分離能を示し、短鎖リガンドを同じ被覆度で修飾した場合と異なる選択性が期待できます。



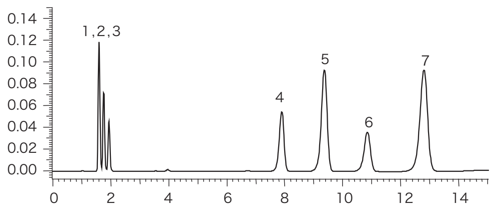
標準的試料による選択性の比較

疎水性・立体選択性の違い

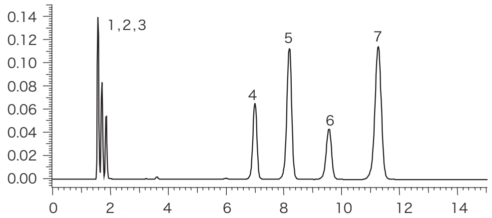
RP-18（H）GP：高密度ODS



RP-18GP（従来品）：中密度ODS



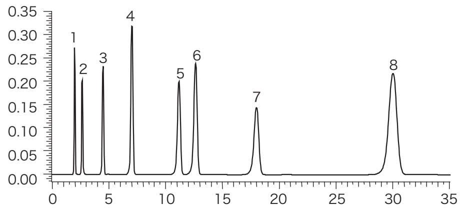
RP-18（L）GP：低密度ODS



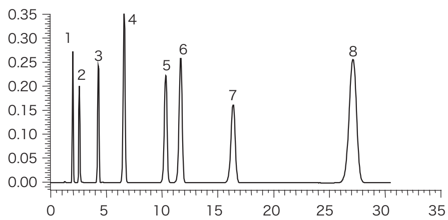
Column size：150-4.6（5 μm）
Eluent：Methanol/ Water=80/20
Flow rate：1.0 mL/min
Detection：UV254 nm
Temp.：40℃
Inj. Vol.：5 μL
Sample：1.Uracil　2.Caffeine　3.Phenol　4.*n*-Butylbenzene　5.*o*-Terphenyl　6.*N*-Amylbenzene　7.Triphenylene（each 1.0 mg/mL）

塩基性物質の分析

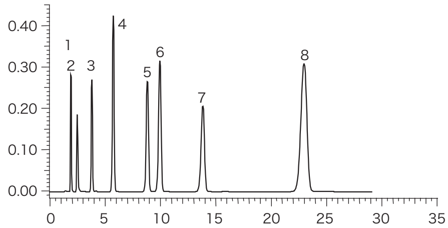
RP-18（H）GP：高密度ODS



RP-18GP（従来品）：中密度ODS



RP-18（L）GP：低密度ODS



Column size：150-4.6（5 μm）
Eluent：Acetonitrile/ Water=30/70
Flow rate：1.0 mL/min
Detection：UV254 nm
Temp.：40℃
Inj. Vol：10 μL
Sample：1.Caffeine　2.Pyridine　3.Aniline　4.*o*-Toluidine　5.*N*-Methylaniline　6.2-Ethylaniline　7.3-Nitroanisole　8.*N,N*-Dimethylaniline

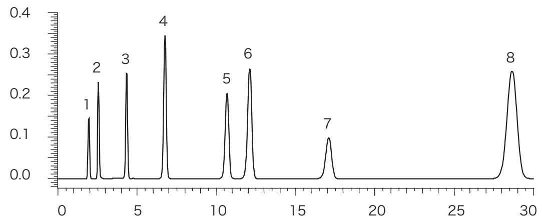
Mightysil RP-8GP / RP-4GP

RP-8・RP-4充填剤は、RP-18（ODS）に比べ疎水性リガンドが短いため、疎水度の高い物質に対する保持力が弱くなります。これは、試料の疎水度が高まるにつれ、顕著に観察することができます。RP-18カラムを使用すると保持が強すぎる試料の場合、RP-8・RP-4カラムに変更することで、許容分離度を維持しつつ、溶出時間の短縮が可能になります。また、RP-18とほぼ同等の分離をより低い有機溶媒濃度で達成できることも多く、有機溶媒使用量の削減も期待できます。

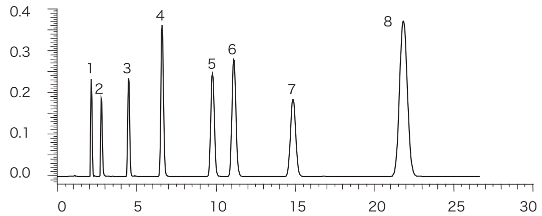
RP-18（ODS）カラムとの比較

塩基性物質の分析

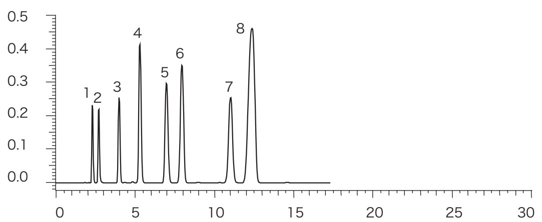
RP-18GP（ODS）



RP-8GP（C8）



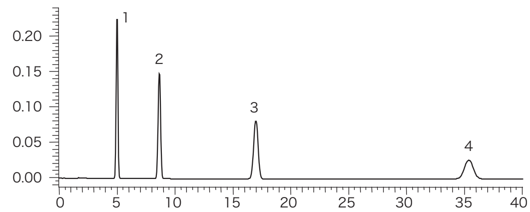
RP-4GP（C4）



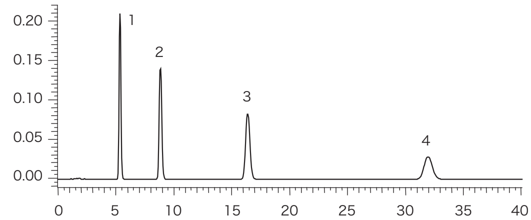
Column size : 150-4.6（5 μm）
Eluent : Acetonitrile/Water=30/70
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : UV254 nm
Temp. : 40℃
Inj. Vol. : 10 μL
Sample : 1. Caffeine　2. Pyridine
3. Aniline　4. *o*-Toluidine
5. *N*-Methylaniline　6. 2-Ethylaniline
7. 3-Nitroanisole　8. *N,N*-Dimethylaniline

パラオキシ安息香酸エステル類の分析

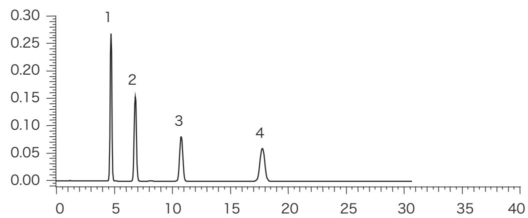
RP-18GP（ODS）



RP-8GP（C8）



RP-4GP（C4）



Column size : 150-4.6（5 μm）
Eluent : Acetonitrile/10 mM H_3PO_4=30/70
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : UV230 nm
Temp. : 40℃
Inj. Vol. : 5 μL
Sample : 1. Methyl *p*-hydroxybenzoate
2. Ethyl *p*-hydroxybenzoate
3. *n*-Propyl *p*-hydroxybenzoate
4. *n*-Butyl *p*-hydroxybenzoate

Mightysil RP-18 (H) , (L) GP / RP-8, 4GP

製品リスト

長さ（mm）	内径（mm）	包装（本数/pack）	価格（¥）	製品番号	※
Mightysil RP-18 (H) GP（粒子径5 μm）					
5	4.6	10 (G)	41,000	25554-96	
150	4.6	1	50,000	25552-96	
250	4.6	1	57,000	25551-96	※
Mightysil RP-18 (L) GP（粒子径5 μm）					
100	2	1	46,000	25644-96	※
5	4.6	10 (G)	46,000	25550-96	
75	4.6	1	40,000	25549-96	※
150	4.6	1	50,000	25548-96	
250	4.6	1	57,000	25547-96	※

(G)：ガードカラム

長さ（mm）	内径（mm）	包装（本数/pack）	価格（¥）	製品番号	※
Mightysil RP-8GP（粒子径3 μm）					
150	2	1	50,000	25443-96	※
5	4.6	2 (G)	23,000	25442-96	※
100	4.6	1	51,000	25441-96	※
150	4.6	1	51,000	25440-96	
Mightysil RP-8GP（粒子径5 μm）					
5	2	2 (G)	21,000	25529-96	※
150	2	1	49,000	25528-96	※
250	2	1	56,000	25527-96	※
75	3	1	38,000	25526-96	※
150	3	1	49,000	25525-96	※
250	3	1	56,000	25524-96	※
150	4	1	49,000	25451-96	
250	4	1	56,000	25450-96	
5	4.6	10 (G)	46,000	25460-96	
75	4.6	1	39,000	25461-96	※
150	4.6	1	50,000	25462-96	
250	4.6	1	57,000	25463-96	
150	6	1	53,000	25523-96	
10	10	2 (G)	36,000	25521-96	※
250	10	1	170,000	25520-96	※
Mightysil RP-4GP（粒子径5 μm）					
75	3	1	37,000	25538-96	※
150	3	1	46,000	25537-96	※
5	4.6	10 (G)	46,000	25464-96	※
75	4.6	1	38,000	25465-96	※
150	4.6	1	50,000	25466-96	※
250	4.6	1	57,000	25467-96	※
150	6	1	53,000	25535-96	※
10	10	2 (G)	36,000	25533-96	※
250	10	1	170,000	25532-96	※

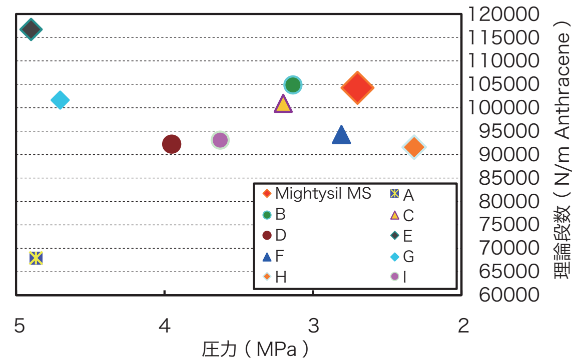
(G)：ガードカラム

※印の製品は受注製造品です。
詳しくはお近くの弊社支店・営業所にお問い合わせください。

Mightysil RP-18MS ～LC/MS対応～

高感度化するLC/MS分析に対応して、より安心してご利用いただけるHPLCカラムMightysil MSシリーズを提案いたします。従来のMightysil GPシリーズを改良し、高い理論段数を保ちながら、より低い背圧を実現しております。また、充填剤の洗浄工程や充填方法を見直すことで、カラム使用当初に見られる溶出物を極力低減しております。

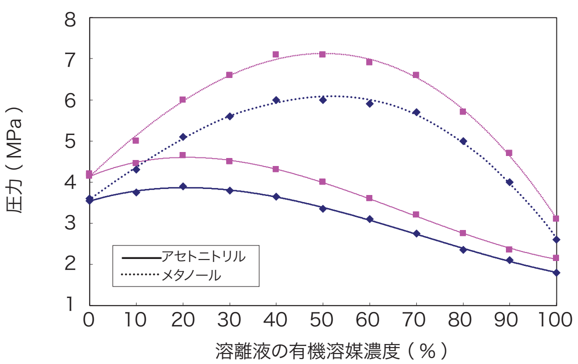
理論段数・圧力〈 市販ODSカラムとの比較 〉



高理論段数と低背圧をバランス良く両立させており、様々な分析対象を効率よく分析することが可能です。

Column size ：150-4.6（ 5 μm ）
Eluent ：Acetonitrile/Water=75/25
Flow rate ：1.0 mL/min
Temp. ：40℃
Detector ：UV254 nm
Inj. Vol. ：5 μL
Sample ：Anthracene 5 μg/mL

カラム背圧変動

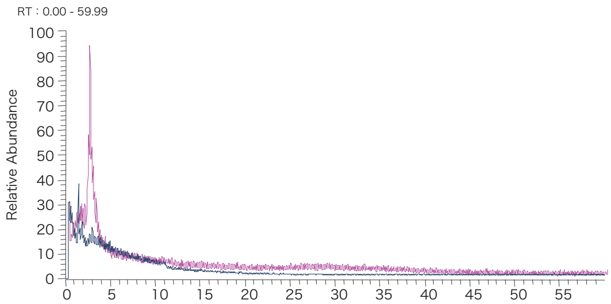


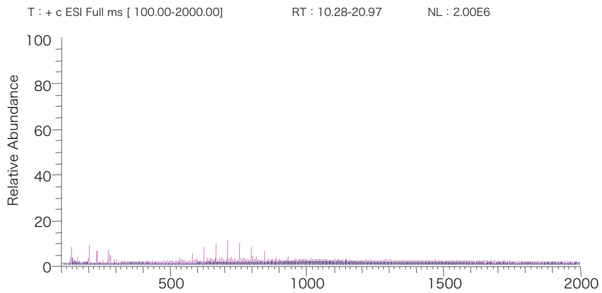
ご好評をいただいておりますMightysil GPシリーズの分級精度をさらに向上させることにより、アセトニトリル/水系使用時において、GPシリーズに比べてカラム背圧を10%低減することに成功いたしました。
これまで背圧を気にしていたメタノール/水系グラジエント分析にも、安心してご利用いただけます。

Column ：Mightysil RP-18MS 150-2（ 5 μm ）◆
　　　　Mightysil RP-18GP 150-2（ 5 μm ）■
Flow rate ：0.2 mL/min
Temp. ：40℃

製品開封直後の溶出物試験

Mightysil GPシリーズで培った充填剤の洗浄や充填技術を応用し、LC/MS分析を考慮して最適化を図りました。製品開封直後の送液により、カラム充填時に使用される分散剤等のMS検出部への溶出を極力低減しております。カラム由来の汚染を心配することなく、開封後速やかに分析が行えます。





Column size ：150-4.6（ 5 μm ）
Flow rate ：1.0 mL/min

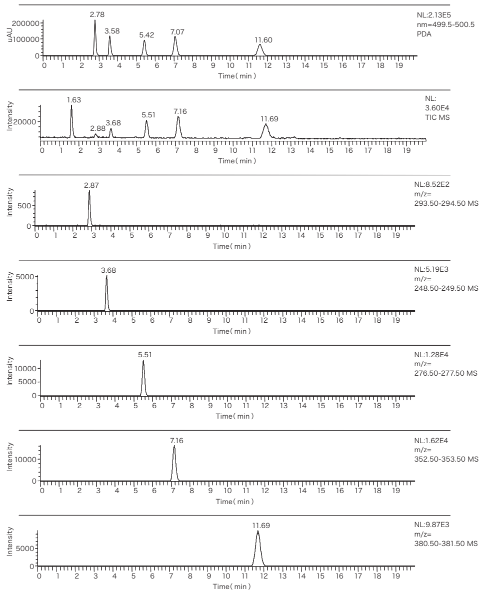
Eluent：Acetonitrile 100%
Temp.：40℃

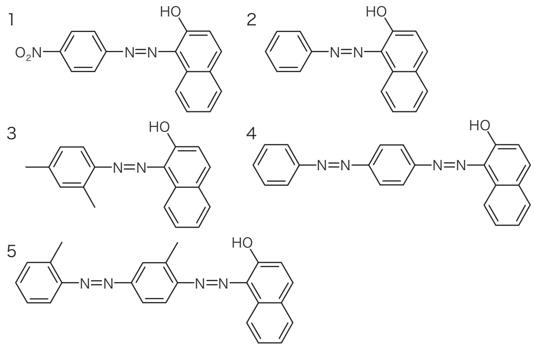
―：Mightysil RP-18MS
―：Mightysil RP-18GP

Mightysil RP-18MS ～LC/MS対応～

アプリケーション

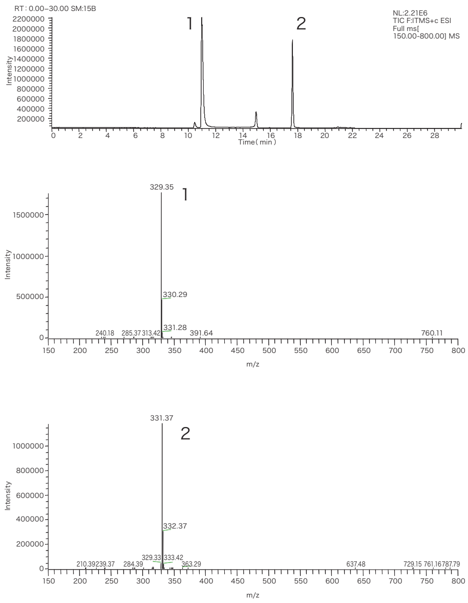
ズダン色素の分析

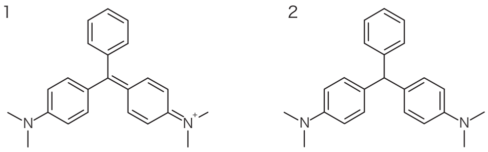




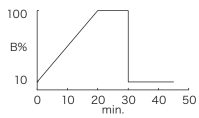
Column	: Mightysil RP-18MS 150-2.0（5 µm）
Eluent	: Acetonitrile/0.1%（v/v）Formic acid=90/10
Flow rate	: 0.2 mL/min
Detection	: MS ESI+
Temp.	: 40℃
Sample Vol.	: 10 µL
Samples	: 1. Para red 2. Sudan Ⅰ 3. Sudan Ⅱ 4. Sudan Ⅲ 5. Sudan Ⅳ （each 5 µg/mL）

マラカイトグリーンの分析





Column	: Mightysil RP-18MS 150-2.0（5 µm）
Eluent	: A）0.01M Ammonium formate B）Acetonitrile



Flow rate	: 0.2 mL/min
Detection	: MS ESI+
Temp.	: 40℃
Inj. Vol.	: 2 µL
Samples	: 1. Malachite green 0.05 mg/mL 2. Leucomalachite green 0.05 mg/mL

製品リスト

長さ（mm）	内径（mm）	包装（本数/pack）	価格（¥）	製品番号
Mightysil RP-18MS（粒子径5 µm）				
5	2	2（G）	23,000	26077-96
50	2	1	49,000	26076-96

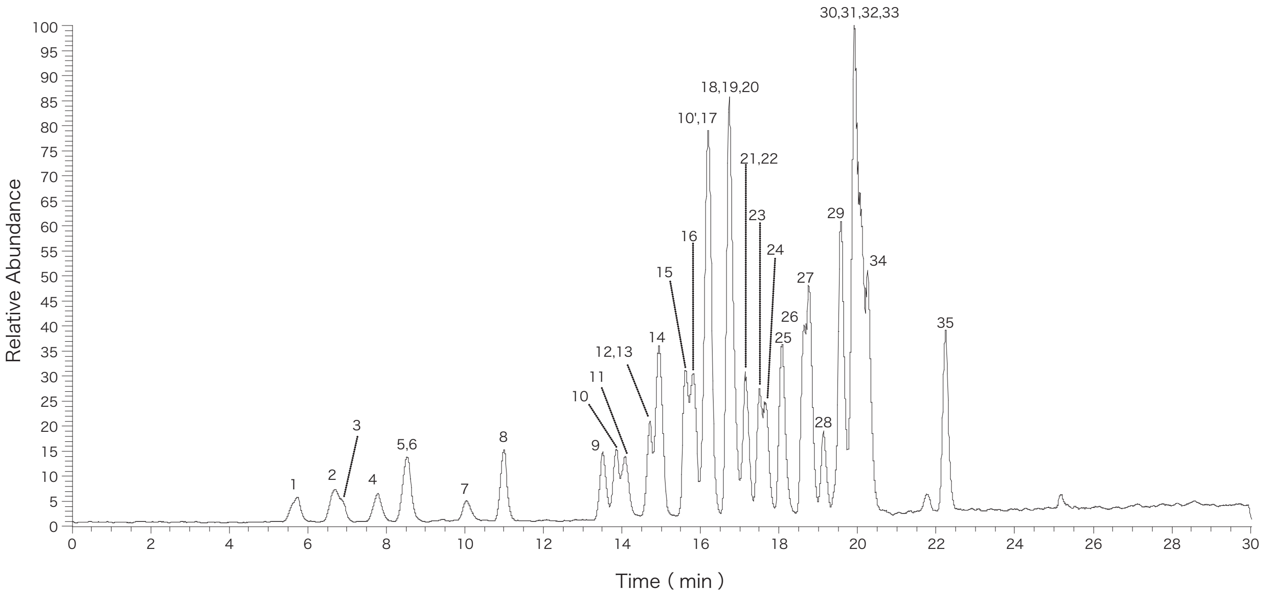
長さ（mm）	内径（mm）	包装（本数/pack）	価格（¥）	製品番号
150	2	1	54,000	26075-96
5	4.6	10（G）	49,000	26074-96
150	4.6	1	54,000	26073-96

（G）：ガードカラム

Mightysil RP-18MS ～LC/MS対応～

アプリケーション

農薬混合標準液58（Cat.No. 34271-96）の分析



組成：

1. チアメトキサム	10. トラルコキシジム	19. ブタフェナシル	28. インドキサカルブ
2. イミダクロプリド	11. イソキサフルトール	20. イプロバリカルブ	29. ベンゾフェナップ
3. クロチアニジン	12. アジンホスメチル	21. シメコナゾール	30. キザロホップエチル
4. クロリダゾン	13. フェンメディファム	22. オリザリン	31. ラクトフェン
5. オキシカルボキシン	14. ピリフタリド	23. ナプロアニリド	32. フラチオカルブ
6. チアクロプリド	15. E-フェリムゾン	24. フェノキシカルブ	33. クロメプロップ
7. チアベンダゾール	16. Z-フェリムゾン	25. アニロホス	34. クロキントセット-1-メチルヘキシルエステル
8. アザメチホス	17. メトキシフェノジド	26. シフルフェナミド	35. アバメクチン
9. ジメチリモール	18. クロマフェノジド	27. ピラゾレート	

（各 10 mg/L，メタノール溶液）

Column　: Mightysil RP-18 MS 150-2.0（5 μm）
Eluent　: A）5 mmol/L Ammonium Acetate Solution
　　　　: B）5 mmol/L Ammonium Acetate Solution in Methanol
Flow rate　: 0.2 mL/min
Detection　: ESI（TIC : Positive & Negative）
Temp.　: 40℃
Sample Vol. : 5 μL
Sample　: Pesticides standard solution 58（Cat.No. 34271-96）

min	A（%）	B（%）
0	85	15
1	60	40
3.5	60	40
6	50	50
8	45	55
17.5	5	95
30	5	95

製品リスト

製品名	規格	包装	価格（￥）	製品番号
農薬混合標準液５８（ポジティブリスト制度　ＬＣ-ＭＳ対象35種）	残留農薬試験用	2 mL × 5	81,000	34271-96

Mightysil RP-18PA ～農薬分析用～

残留農薬基準の設定、水道水質基準の改正、ゴルフ場農薬に係る指導指針の追加が実施されるなど、農薬分析の重要性は高まっております。分析法としてHPLC法が多用されておりますが、ゴルフ場農薬であるオキシン銅の分析においては、シリカベースのODSカラムで分析する場合、充填剤への非特異的吸着に起因する定量性の悪化が問題となっております。Mightysil RP-18PAは、残存シラノール基の不活性化方法を見直すことにより、オキシン銅の非特異的吸着を極めて低いレベルに抑えた農薬分析用ODSカラムです。もちろん通常のODSカラムとしても使用でき、他の農薬分析についても安心してご利用いただけます。

高い定量性

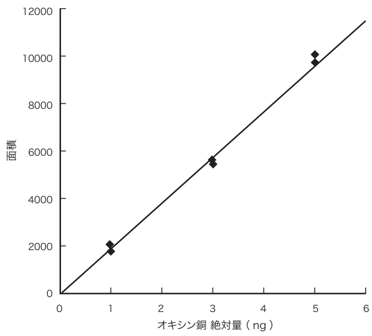
溶離液へEDTAを添加することなく、基準値を下回る絶対量1ngの低濃度のオキシン銅を良好に溶出します。従来、シリカベースODSカラムでは充填剤中の金属不純物もしくはカラム材質に起因する配位性化合物の吸着が問題とされておりました。Mightysil RP-18PAでは充填剤の充分な不活性化により、これらの問題を解決しております。

良好な操作性

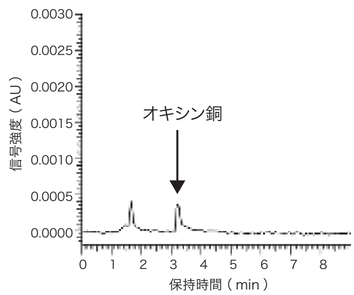
ゴルフ場農薬の分析においては、溶離液にEDTA等を添加する必要がありません。平衡化の手間を省くだけでなく、他の農薬分析にも気軽に利用することができます。また、Mightysil RP-18PAは水100%の溶離液下でも安定した保持挙動を示し、一斉分析における水100%からのグラジェント等でも安定した結果が得られます。

■ 再現性保証

残存シラノール基を再現性良く不活性化することにより、オキシン銅を含む農薬全般に対して、カラムロット間・充填剤バッチ間の高い再現性を実現しました。充填剤バッチ毎にオキシン銅を含む農薬類の溶離挙動を試験・保証しており、継続的なモニタリングにも安心してご使用いただけます。もちろん、汎用ODSカラムとして有すべき特性（疎水度、エンドキャップ達成度、酸性物質の溶離挙動）について、充填剤バッチ毎の試験・確認を実施しております。



オキシン銅（1ng）のクロマトグラム



Column　: Mightysil RP-18PA 150-4.6（5 μm）
Eluent　: Acetonitrile 50 mM Phosphate buffer（pH3.5）=40/60
pH adjust; add KOH
Flow rate　: 1.0 μL/min
Temp.　: 40℃
Detection　: UV230 nm
Sample : Oxine-Copper 1 μg/mL
Inj. Vol. : 2 μL

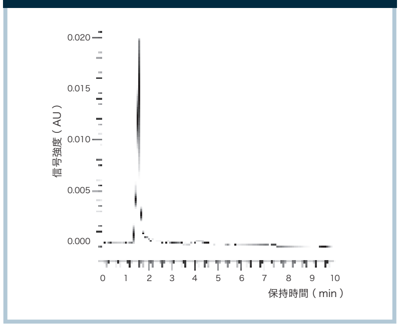
COLUMN

オキシン銅のpH依存性について

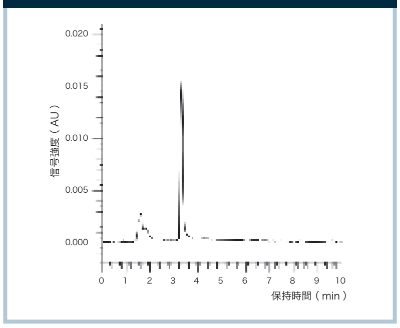
オキシン銅などの配位性化合物はその性質上、溶液のpHにより解離状態が変化し、結果として溶離液のpHがピーク形状にも影響を及ぼします。Mightysil RP-18PAは、残存シラノール基の不活性化度が高く、その結果、溶離液pHによるオキシン銅の溶離挙動の変化が最低限に抑えられております。

■ 溶離液のpHによるオキシン銅のピーク形状の変化

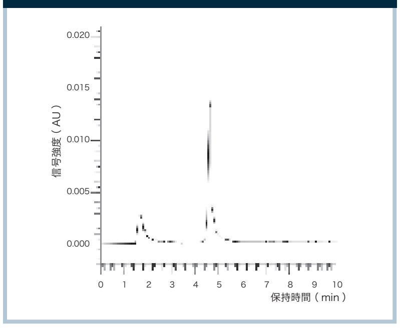
pH 2.1



pH 3.5



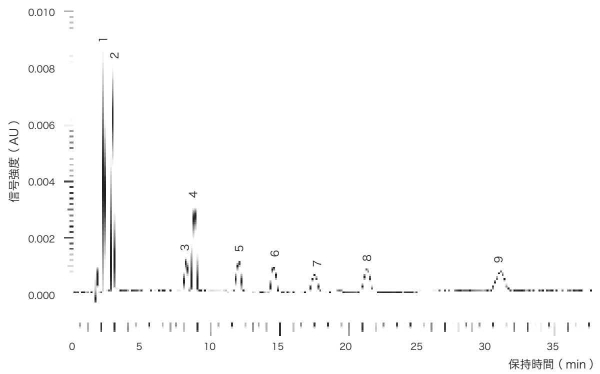
pH 4.5



Mightysil RP-18PA ～農薬分析用～

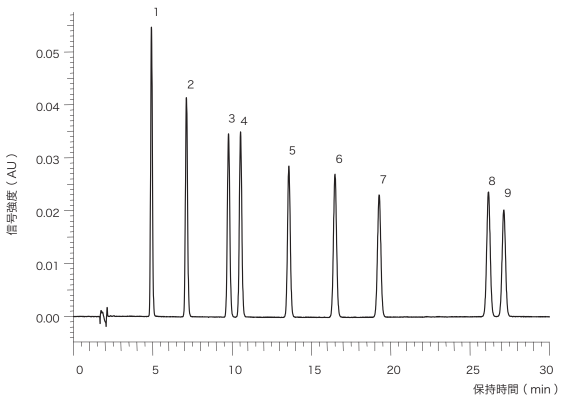
アプリケーション

ゴルフ場農薬9成分の同時分析（EDTA不含）-農薬混合標準液24（Cat.No.34023-96）



Column	:	Mightysil RP-18PA 150-4.6（5 μm）	
Eluent	:	Acetonitrile/25 mM Phosphate buffer（pH3.30）=7/13	
Flow rate	:	1.0 mL/min	
Temp.	:	40℃	
Detection	:	UV270 nm（0～2.5 min） 240 nm（2.5～5.0 min） 230 nm（5.0～13.0 min） 240 nm（13.0～16.0 min） 255 nm（16.0～19.5 min） 245 nm（19.5～25.0 min）	
Inj. Vol.	:	5 μL	
Sample	:	1. Asulam 2. Oxine-Copper 3. Triclopyr 4. Thiram 5. Mecoprop 6. Flazasulfron 7. Siduron 8. Halosulfuron-methyl 9. Azoxystrobin （each 1 μg/mL）	

サルファ剤9種の分析 -食品分析用混合標準液1（Cat.No.16246-96）



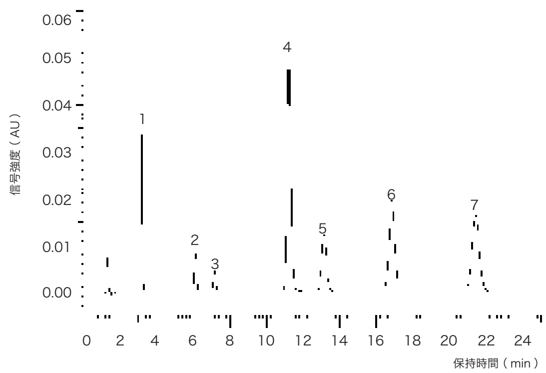
Column : Mightysil RP-18PA 150-4.6（5 μm）
Eluent : A）Acetonitrile/ Water/ Acetic acid = 10/ 90/ 0.3
B）Acetonitrile/ Water/ Acetic acid = 60/ 40/ 0.3

Gradient :

min.	A（％）	B（％）
0	100	0
25	75	25
30	75	25

Flow rate : 1.0 mL/min
Temp. : 40℃
Detection : UV265 nm
Inj. Vol. : 5 μL
Sample : 1. Sulfadiazine 2. Sulfamerazine 3. Sulfadimidine
4. Sulfamethoxypyridazine 5. Sulfamonomethoxine
6. Sulfamethoxazole 7. Sulfisoxazole 8. Sulfadimethoxine
9. Sulfaquinoxaline sodium salt
（each 0.01 mg/mL in Methanol）

キノロン剤7種の分析 -食品分析用混合標準液2（Cat.No.16247-96）



Column : Mightysil RP-18PA 150−4.6（5 μm）
Eluent : アセトニトリル/0.05Mりん酸Na緩衝液（pH2.5）=30/70
（0.0035 mol/Lドデシル硫酸ナトリウム含有）
Flow rate : 1.2 mL/min
Temp. : 40℃
Detection : UV282 nm
Inj.Vol. : 5 μL
Sample : 1 Oxolinic acid
2 Nalidixic acid
3 Flumequine
4 Piromidic acid
5 Ofloxacin
6 Danofloxacin mesylate
7 Enrofloxacin

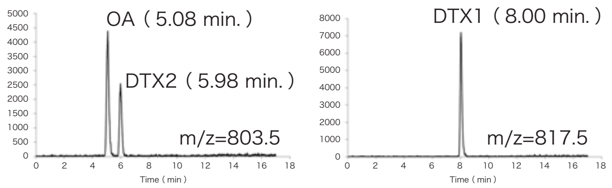
製品リスト

製品名	規格	包装	価格（￥）	製品番号
農薬混合標準液24（ゴルフ場農薬LC対象 8種）	残留農薬試験用	2 mL × 5	30,500	34023-96
食品分析用混合標準液1（サルファ剤LC対象 9種）	食品分析用	5 mL × 5	25,000	16246-96
食品分析用混合標準液2（キノロン剤LC対象 7種）	食品分析用	5 mL × 5	31,000	16247-96

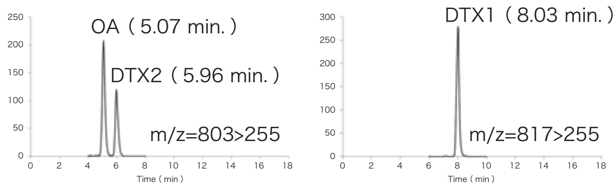
Mightysil RP-18PA ～農薬分析用～

アプリケーション

下痢性貝毒（オカダ酸群）の分析-オカダ酸（OA）、ジノフィシストキシン（DTX）-1、2



LC/MS クロマトグラム



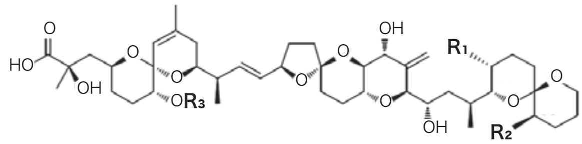
LC/MS/MS クロマトグラム

Column : Mightysil RP-18PA 100-2.0（3 μm）
Eluent : A）Water（including 2 mM of Ammonium formate and 50 mM of Formic acid）
B）95% Acetonitrile（including 2 mM of Ammonium formate and 50 mM of Formic acid）
Gradient :

min	A（%）	B（%）
0	40	60
3	40	60
10	0	100
15	0	100

Flow rate : 0.2 mL/min
Temp. : 40℃
Detection : ESI-MS（-）
Inj. Vol : 5 μL
Sample : NRC-CRM-OA-c （Lot#20070328）137 μg/L
NRC-CRM-DTX1（Lot#20071024）151 μg/L
NRC-CRM-DTX2（Lot#20071121） 78 μg/L

オカダ酸群の化学構造



・オカダ酸（OA：Okadaic Acid）
・ジノフィシストキシン（DTX：Dinophysistoxin）

	R_1	R_2	R_3	プリカーサーイオン	プロダクトイオン
OA	CH_3	H	H	803	255
DTX1	CH_3	CH_3	H	817	255
DTX2	H	CH_3	H	803	255

※NRC（National Research Council Canada）の各認証標準物質を100倍希釈したものを試料としております。

製品リスト

長さ（mm）	内径（mm）	包装（本数/pack）	価格（¥）	製品番号	※
Mightysil RP-18PA（粒子径3 μm）					
5	2	2（G）	21,000	26082-96	
100	2	1	46,000	26084-96	
150	2	1	50,000	26080-96	※
150	3	1	50,000	26079-96	※
5	4.6	2（G）	23,000	26081-96	※
150	4.6	1	53,000	26078-96	※

（G）：ガードカラム

長さ（mm）	内径（mm）	包装（本数/pack）	価格（¥）	製品番号	※
Mightysil RP-18PA（粒子径5 μm）					
5	2	2（G）	21,000	26071-96	※
150	2	1	49,000	26070-96	※
5	4.6	10（G）	46,000	25421-96	
150	4.6	1	50,000	25420-96	
250	4.6	1	57,000	25419-96	

（G）：ガードカラム

※印の製品は受注製造品です。
詳しくはお近くの弊社支店・営業所にお問い合わせください。

製品名	CAS.No	認証値	溶媒	容量	価格（¥）	製品番号
オカダ酸標準液 CRM 6206-b	78111-17-8	1.306 μg/mL	CH_3OH	1 mL	☆	49875-26
ジノフィシストキシン-1（DTX1）標準液 CRM 6207-b	81720-10-7	0.958 μg/mL	CH_3OH	1 mL	☆	49875-27

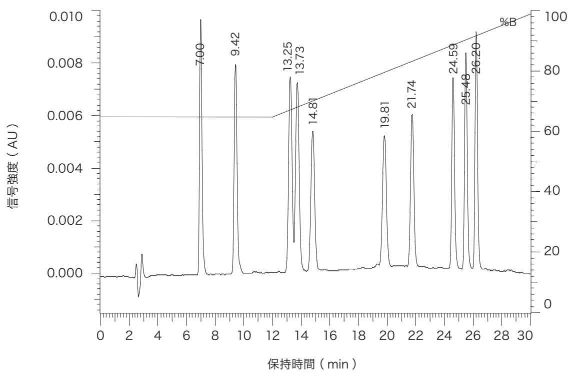
製品名	成分	CAS.No	認証値例	溶媒	容量	価格（¥）	製品番号
CRM-OA	Okadaic acid	78111-17-8	10.4 μM	CH_3OH	0.5 mL	45,000	49915-09
CRM-DTX1	Dinophysistoxin-1	81720-10-7	10.4 μM	CH_3OH	0.5 mL	65,000	49915-06
CRM-DTX2	Dinophysistoxin-2	139933-46-3	4.7 μM	CH_3OH	0.5 mL	65,000	49915-07

Mightysil DNPH ～DNPH化アルデヒド分析用～

室内空気汚染に係わるガイドラインにおける化学物質、悪臭防止法における特定悪臭物質、有害大気汚染物質などの法令・指針において、いくつかのアルデヒド類が掲げられています。これらのアルデヒド類の分析は、2,4-DNPH含浸カートリッジ吸着剤で捕集し、アルデヒド類をDNPH化合物に誘導体化します。その後、誘導体化されたアルデヒド類をGC、LC装置で分離分析を行うこととされています。

近年、分離用途に応じた専用カラムが用いられるようになっており、Mightysil DNPHもDNPH化アルデヒド類の分離に特化した性能を保証しています。下記に、溶離液にメタノールを使用した場合の分析例をご紹介します。各種公定法では、溶離液にアセトニトリルが使用されておりますが、メタノールを用いても良好に分離することが可能です。アルデヒド類-DNPH混合標準液と併せてご使用いただき、是非本品の性能をお試しください。

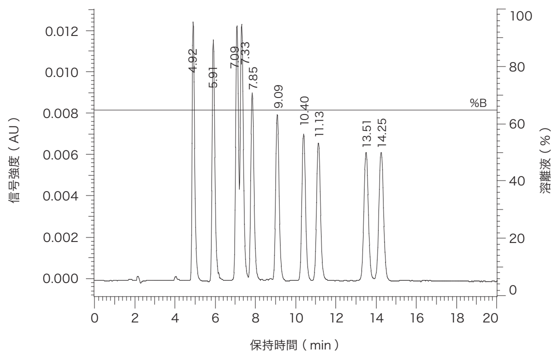
■ DNPH化アルデヒド類の分離



Column : Mightysil DNPH 250-4.6（5 μm）
Eluent : A）Water
B）Methanol
Flow rate : 1 mL/min
Detection : UV360 nm
Temp. : 40℃
Standard : Aldehydes-2,4-DNPH standard stock solution 2（Cat.No.01106-96）
Sample Conc. : 1 ppm
Sample Vol. : 10 μL

1. Formaldehyde-DNPH
2. Acetaldehyde-DNPH
3. Acrolein-DNPH
4. Acetone-DNPH
5. Propionaldehyde-DNPH
6. Crotonaldehyde-DNPH
7. Butylaldehyde-DNPH
8. Benzaldehyde-DNPH
9. iso-Valeraldehyde-DNPH
10. Valeraldehyde-DNPH

■ 公定法での分析事例



＊ホルムアルデヒド・アセトアルデヒドの分析には150 mmサイズを、
多数のアルデヒド類を分析する場合には250 mmサイズをお勧めします。

Column : Mightysil DNPH 250-4.6（5 μm）
Eluent : A）Water
B）Acetonitrile
Flow rate : 1 mL/min
Detection : UV360 nm
Temp. : 40℃
Standard : Aldehydes-2,4-DNPH standard stock solution 2（Cat.No.01106-96）
Sample Conc. : 1 ppm
Sample Vol. : 10 μL

1. Formaldehyde-DNPH
2. Acetaldehyde-DNPH
3. Acrolein-DNPH
4. Acetone-DNPH
5. Propionaldehyde-DNPH
6. Crotonaldehyde-DNPH
7. Butylaldehyde-DNPH
8. Benzaldehyde-DNPH
9. iso-Valeraldehyde-DNPH
10. Valeraldehyde-DNPH

製品リスト

長さ（mm）	内径（mm）	包装（本数/pack）	価格（¥）	製品番号	※
Mightysil DNPH（粒子径5 μm）					
5	4.6	2（G）	21,000	26068-96	※
150	4.6	1	46,000	26067-96	※
250	4.6	1	56,000	26066-96	※

（G）：ガードカラム

※印の製品は受注製造品です。
詳しくはお近くの弊社支店・営業所にお問い合わせください。

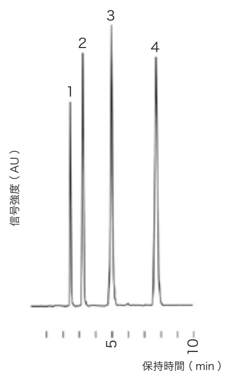
製品名	規格	包装	価格（¥）	製品番号
アルデヒド類-2,4-DNPH混合標準原液II（10種混合、HPLC用）（アルデヒドとして各0.1 mg/mL アセトニトリル溶液）	アルデヒド測定用	2 mL × 5	24,000	01106-96

Mightysil Si60 ～シリカゲル60充填剤～

Mightysil Si60は、純度99.99%以上の高純度シリカゲルを使用した順相カラムです。充填剤中の金属不純物は極めて少なく、試料との非特異的な相互作用が無いため、あらゆる分析に安心してご使用いただけます。

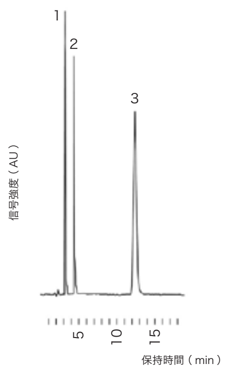
アプリケーション

フタル酸エステルの分析



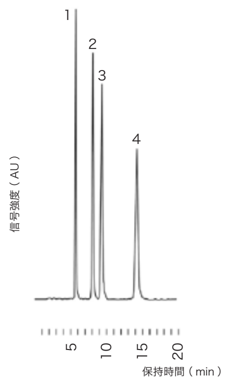
Column : Mightysil Si60 150-4.6（5 μm）
Eluent : *n*-Heptane/2-Propanol=99/1
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : UV254 nm
Range : 0.32AUFS
Temp. : 40℃
Inj. Vol. : 5 μL
Sample : 1.Dioctyl phthalate
2.Di-*n*-butyl phthalate
3.Diethyl phthalate
4.Dimethyl phthalate
（each 0.1% in heptane）

ステロイドの分析



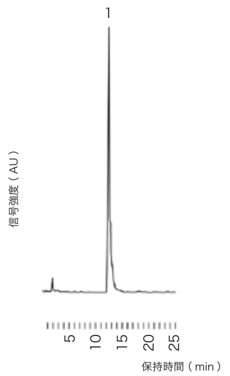
Column : Mightysil Si60 150-4.6（5 μm）
Eluent : *n*-Hexane/Diethylether/2-Propanol=5/4/1
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : UV240 nm
Range : 0.16AUFS
Temp. : 40℃
Inj. Vol. : 10 μL
Sample : 1.Progesterone 0.02 mg/L
2.Testosterone 0.02 mg/L
3.Hydrocortisone 0.1 mg/L

ビタミンE 異性体の分析



Column : Mightysil Si60 150-4.6（5 μm）
Eluent : 2,2,4-Trimethylpentane/Ethylacetate = 95/5
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : UV294 nm
Range : 0.08AUFS
Temp. : 40℃
Inj. Vol. : 10 μL
Sample : 1.α-Tocopherol
2.β-Tocopherol
3.χ-Tocopherol
4.δ-Tocopherol
（each 0.1% in Trimethylpentane）

カテキンの分析



Column : Mightysil Si60 150-4.6（5 μm）
Eluent : *n*-Hexane/Ethylacetate=37/63
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : UV280 nm
Range : 0.04AUFS
Temp. : 40℃
Inj. Vol. : 20 μL
Sample : 1.Catechin 0.05 mg/mL

シリカゲル充填剤の取り扱い

シリカゲルによる分離は有機溶媒中の水分含量により保持比が大きく変化しますので、再現性の高い分離を得るには有機溶媒中の含水率に注意が必要です。水、メタノール等の極性溶媒を含む溶離液はシリカゲル表面のシラノール基を不可逆的に失活させる可能性があり、カラムが初期の状態に戻らない場合もあります。シリカゲルカラムでは無極性溶媒用、極性溶媒用それぞれに専用カラムを準備することをお勧めします。

製品リスト

長さ（mm）	内径（mm）	包装（本数/pack）	価格（￥）	製品番号	※
Mightysil Si60（粒子径5 μm）					
150	2	1	46,000	25459-96	※
250	3	1	51,000	25486-96	※
250	4	1	51,000	25457-96	※
5	4.6	10（G）	41,000	25485-96	
75	4.6	1	39,000	25484-96	※
150	4.6	1	46,000	25483-96	

長さ（mm）	内径（mm）	包装（本数/pack）	価格（￥）	製品番号	※
250	4.6	1	51,000	25482-96	
10	10	2（G）	36,000	25498-96	※
250	10	1	140,000	25497-96	※
10	20	1（G）	36,000	25510-96	※
250	20	1	260,000	25499-96	※

（G）：ガードカラム

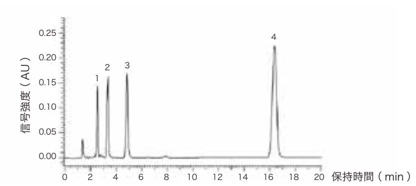
※印の製品は受注製造品です。
詳しくはお近くの弊社支店・営業所にお問い合わせください。

Mightysil NH_2 ～アミノプロピルシラン化シリカゲル～

Mightysil NH_2は、高純度シリカゲルをベースとしアミノプロピルシリル基を修飾した充填剤です。アミノプロピル型充填剤は特に糖類の分析において多用されますが、弱陰イオン交換充填剤としての利用や特異的な選択性を利用した逆相分離にも応用されます。高純度シリカゲルを使用しているため、金属不純物による非特異的な相互作用を心配することなく、様々な分野にご利用いただけます。

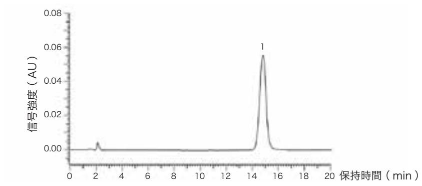
アプリケーション

水溶性ビタミンの分析



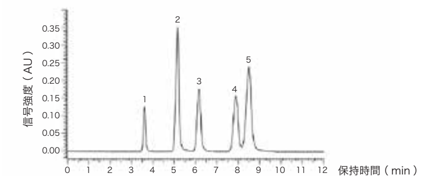
Column　:　Mightysil NH_2 150-4.6（5 μm）
Eluent　:　Acetonitrile/50 mM $NH_4H_2PO_4$=70/30
Flow rate　:　1.0 mL/min　Detection : UV210 nm
Temp.　:　40℃　Inj. Vol　: 10 μL
Sample　:　1.Riboflavine 20 μg/mL　2.Pyridoxine HCl 20 μg/mL
3.Nicotinic acid 20 μg/mL　4.Folic acid 80 μg/mL

ステビオシドの分析



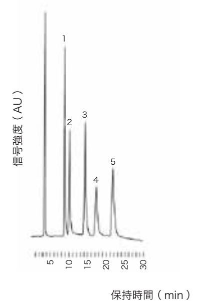
Column　:　Mightysil NH_2 150-4.6（5 μm）
Eluent　:　Acetonitirile/Water=80/20
Flow rate　:　1.0 mL/min　Detection : UV210 nm
Temp.　:　40℃　Inj. Vol.　: 10 μL
Sample　:　1.Stevioside 0.5 mg

ヌクレオチド類の分析



Column　: Mightysil NH_2 150-4.6（5 μm）
Eluent　: 50 mM Phosphate buffer（pH3.5）
Flow rate　: 1.0 mL/min　Detection : UV254 nm
Temp.　: 40℃　Inj. Vol.　: 10 μL
Sample　: 1. 5'-CMP, 2. 5'-AMP, 3. 5'-UMP, 4. 5'-IMP, 5. 5'-GMP each 0.1 mg/mL
*pH adjust: add Phosphoric acid to 50 mM KH_2PO_4
（緩衝液100%溶離液のため、カラム取り扱いに関する事項にご留意ください。）

糖類の分析



Column　:　Mightysil NH_2 250-4.6（5 μm）
Eluent　:　Acetonitrile/Water=75/25
Flow rate　:　1.0 mL/min
Detection　:　RI
Inj. Vol.　:　10 μL
Sample　:　1.Fructose
2.Glucose
3.Sucrose
4.Maltose
5.Lactose
（each 10 mg/mL）

アミノプロピル型（NH_2）充填剤の取り扱い

反応性に富むアミノプロピル基が化学修飾されているNH_2充填剤は、その性質上取り扱いに際して以下の事項にご留意ください。

（1）有機溶媒の種類

アミノ基は酸化され易くアルデヒド･ケトンと反応します。過酸化物を含む溶媒や、ケトン溶媒（アセトン等）を使用しないでください。

（2）水の使用

NH_2充填剤の水懸濁液は弱塩基性を示し水100%の使用は充填剤の寿命を短くしますので、溶離液中の水含量は最大30%までとしてください。水含量30%以上の条件下では緩衝液での溶離液のpHを酸性に保つことにより耐久性が改善される場合がありますが、カラム寿命を延ばすためには緩衝液の含量30%以下でご利用いただくことをお勧めします。pH 2～7.5の範囲で使用し、緩衝液濃度50～200 mmol/Lが適しています。使用後は、水100%で洗浄する必要が生じた場合も通液は短時間に留めてください。

製品リスト

長さ（mm）	内径（mm）	包装（本数/pack）	価格（￥）	製品番号	※
Mightysil NH_2（粒子径3 μm）					
5	4.6	2（G）	21,000	25492-96	※
150	4.6	1	48,000	25490-96	※
250	4.6	1	51,000	25489-96	※
Mightysil NH_2（粒子径5 μm）					
150	3	1	48,000	25455-96	※
250	3	1	51,000	25454-96	※

長さ（mm）	内径（mm）	包装（本数/pack）	価格（￥）	製品番号	※
150	4	1	48,000	25453-96	
250	4	1	51,000	25452-96	
5	4.6	10（G）	41,000	25664-96	
150	4.6	1	48,000	25663-96	
250	4.6	1	51,000	25662-96	

（G）：ガードカラム

※印の製品は受注製造品です。
詳しくはお近くの弊社支店・営業所にお問い合わせください。

Mightysil Si60 BDF ～石油製品試験用～

Mightysil Si60 BDFは、ステアリン酸メチル（SA）およびトリリノレイン（TL）により分離性能を確認した石油製品試験用カラムです。

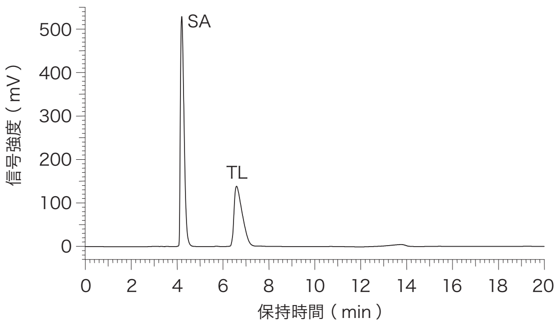
COLUMN

揮発油等の品質の確保等に関する法律施行規則（品確法）において、軽油へのバイオディーゼル燃料（BDF：Bio Diesel Fuel）の添加が認められておりますが、BDFを含む・含まないに関わらず、軽油の規格値や試験方法が定められております。その中で、脂肪酸メチルエステル（FAME）ならびにトリグリセリド（別名：TG、トリグリセライド）含有量はHPLC法により実施されます。

軽油の規格項目	BDFを混合した軽油	BDFを混合しない軽油	分析試験方法
脂肪酸メチルエステル	5.0 w% 以下	0.1 w% 以下	HPLC法
トリグリセリド	0.01 w% 以下	0.01 w% 以下	

Mightysil Si60 BDFの規格

Mightysil Si60 BDFには、充填剤バッチ毎に実施したテストクロマトグラムを添付しております。

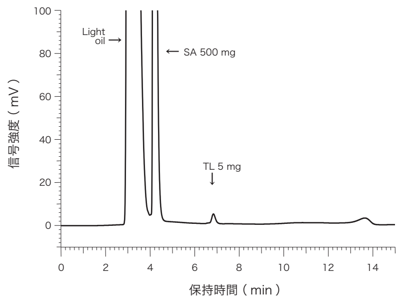


規格項目	規格値
ステアリン酸メチルの保持時間（min）	3.5 以上
ステアリン酸メチルとトリリノレインの分離度	3 以上

Column : Mightysil Si60 BDF 250-4.6（5 µm）
Eluent : 0.4 vol% 2-Propanol/Hexane solution（Cat.No.32459-79）
Flow rate : 1.0 mL/min
Temp. : 40°C
Detection : RI
Inj. Vol. : 10 µL
Sample : Methyl stearate（SA）5 g/50 mL
Trilinolein（TL） 0.05 g/50 mL

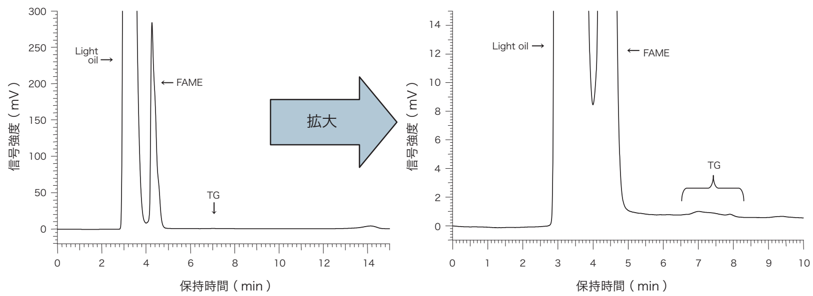
アプリケーション

ステアリン酸メチル／トリリノレイン混合標準原液（Cat.No.25192-96）



Column : Mightysil Si60 BDF 250-4.6（5 µm）
Eluent : 0.4 vol% 2-Propanol/Hexane solution（Cat.No.32459-79）
Flow rate : 1.0 mL/min
Temp. : 40°C
Detection : RI
Inj. Vol. : 10 µL
Sample : Methyl stearate（SA）/Trilinolein（TL）
Standard stock solution（Cat.No.25192-96）

軽油（Cat.No.24107-08）にBDFを添加した試料



Column : Mightysil Si60 BDF 250-4.6（5 µm）
Eluent : 0.4 vol% 2-Propanol/Hexane solution（Cat.No.32459-79）
Flow rate : 1.0 mL/min
Temp. : 40°C
Detection : RI
Inj. Vol. : 10 µL
Sample : Light oil added 5%BDF

Mightysil Si60 BDF ～石油製品試験用～

製品リスト

製品名	規格	包装	価格（￥）	製品番号	備考
Mightysil Si60 BDF 250-4.6（5 µm）	HPLC用	1本	51,000	25555-96	長さ-内径：250-4.6 mm 粒子径：5 µm
ステアリン酸メチル／トリリノレイン混合標準原液 ステアリン酸メチル 5 g/50 mL トリリノレイン 0.05 g/50 mL	石油製品試験用	5 mL × 5	29,500	25192-96	軽油溶液
軽油	石油製品試験用	500 mL	2,200	24107-08	希釈用（FAME,TG不含）
0.4 vol% 2-プロパノール／n-ヘキサン溶液	石油製品試験用	1 L	3,600	32459-79	溶離液
		3 L	8,500	32459-76	

その他、石油製品試験用試薬

製品リスト

製品名	規格	包装	価格（￥）	製品番号	※
石油製品及び潤滑油-中和価試験方法【JIS K 2501】関連試薬					
トルエン・水・2-プロパノール混液	石油製品試験用	3 L	9,000	41035-76	
		18 L	20,500	41035-84	※
酢酸・クロロベンゼン混液	石油製品試験用	3 L	10,500	25914-76	
酢酸・トルエン混液	石油製品試験用	3 L	7,000	01865-76	
0.1 mol/L 塩酸（2-プロパノール性）		500 mL	4,300	18597-08	※
フタル酸水素カリウム　JIS K 8005	容量分析用標準物質	50 g	13,500	32311-96	
メチルオレンジ溶液	滴定用指示薬	500 mL	4,500	25860-08	※
		100 mL	3,600	25860-23	※
0.1 mol/L水酸化カリウム溶液（2-プロパノール性）（N/10）	石油製品試験用	500 mL	4,100	32871-08	
アミド硫酸　JIS K 8005	容量分析用標準物質	50 g	14,000	37372-96	
p-ナフトールベンゼイン	特級	25 g	17,500	28037-30	
0.1 mol/L過塩素酸-酢酸溶液（N/10）	非水滴定用	500 mL	2,500	32795-08	
0.1 mol/L酢酸ナトリウム-酢酸溶液	非水滴定用	500 mL	6,000	38004-08	
石油製品-オクタン価，セタン価及びセタン指数の求め方-【JIS K 2280】関連試薬					
n-ヘプタン	オクタン価測定用	12 kg	☆	18005-82	
2,2,4-トリメチルペンタン（イソオクタン）	オクタン価測定用	12 kg	☆	31005-82	
n-ヘキサデカン（セタン）	セタン価測定用	500 mL	19,500	18563-08	
軽油識別剤標準分析方法クマリンの分析					
1-ブタノール・エタノール混液 （1-ブタノール/エタノール=4/3、定量分析用、C.I.No.ソルベントイエロー不含）	石油製品試験用	3 L	14,000	04460-76	
水酸化ナトリウム・硝酸ナトリウム溶液 （NaOH：10 g、$NaNO_3$：20 g in 100 mL水溶液）	石油製品試験用	3 L	5,800	38185-76	
揮発油中の酸化生成物の測定方法【経済産業省告示第七十二号】関連試薬					
クロマトグラフ調整液 ベンジルアルコール/安息香酸メチル/トルエン/キシレン/アセトニトリル=0.5/0.5/1.5/1.5/6.0	石油製品試験用	5 mL（A）× 5	10,500	36002-96	
揮発油極性成分溶液　in アセトニトリル溶液 フェノール、2,3-キシレノール 各100 ppm（w/v）、*m*-クレゾール、*o*-クレゾール　各100 ppm（v/v）、ベンゼン　1000 ppm（v/v）	石油製品試験用	5 mL（A）× 5	10,000	17007-96	

※印の製品は受注製造品です。詳しくはお近くの弊社支店・営業所にお問い合わせください。

Mightysil　ガードカラムシステム

Mightysilをより長く、より有効にご利用いただくためにガードカラムのご使用をお勧めします。特に生体試料抽出物など夾雑物の多い試料をそのままカラムに注入しますとカラム上部が汚れ、その結果、圧力の上昇、ゴーストピークの出現、ブロードピークを引き起こすなどカラムが早く劣化します。このような試料の場合、ぜひガードカラムをご利用ください。弊社では取り扱いが簡単で、デッドボリュームを極力抑えたガードカラムをご用意しております。

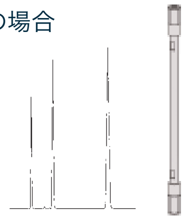
簡便で経済的なカートリッジタイプ

充填済みのカートリッジタイプですので、自家充填の手間がかからず、使い易く、経済的です。

少ないデッドボリューム

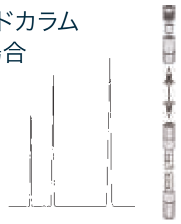
空隙容積の小さい高性能ガードカートリッジですので、分析能力を損なうことなくカラム本体を完璧にガードします。ガードカラム接続による理論段数の低下は殆ど認められません。

分析カラムのみの場合



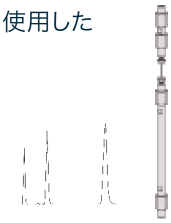
理論段数
減少率　0%

マイティシルガードカラム
システム使用の場合



理論段数
減少率　8%

市販のプレカラムを使用した場合



理論段数
減少率　60%

■ ガードカラムホルダー

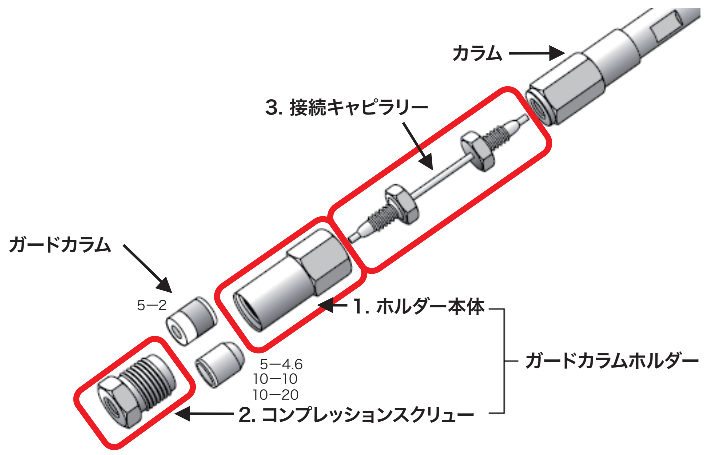
製品名	長さ（mm）	内径（mm）	包装（本数/pack）	価格（￥）	製品番号
Mightysil ガードカラムホルダー 内径20 mm用	10	20	1	42,000	25431-96
Mightysil ガードカラムホルダー 内径10 mm用	10	10	1	39,000	25432-96
Mightysil ガードカラムホルダー 内径3/4/4.6/6 mm用	5	4.6	1	31,500	25430-96
Mightysil ガードカラムホルダー 内径2 mm用	5	2	1	29,500	25433-96

ガードカラムホルダーのセット内容

1. ホルダー本体
2. コンプレッションスクリュー
3. 接続キャピラリー

ガードカラムの方向に注意し、接続キャピラリーで分離カラムの入口側と接続してください。

※接続キャピラリーのみの販売は行っておりませんのでご了承ください。



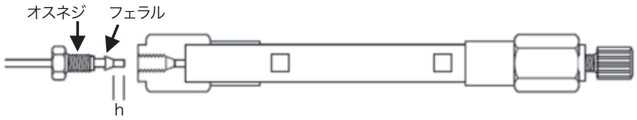
ガードカラムの選択

各製品リストの包装に（G）と記載されている製品がMightysilシリーズのガードカラムです。分析カラムと同じ充填剤・粒子径かつ同じ（近い）内径のガードカラムを選択いただくことをお勧めします。なお、弊社のガードカラムはすべてカートリッジタイプですので専用のガードカラムホルダーが必要です。同じ内径のガードカラムホルダーをご選択ください。

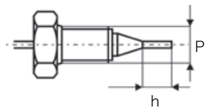
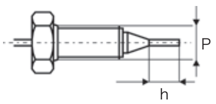
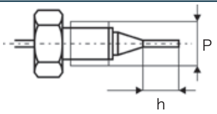
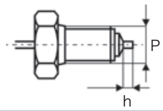
Mightysil　仕様／周辺アクセサリー

HPLC装置への接続

Mightysilカラムは、一般的な外径1/16インチキャピラリー、フェラルおよびオスネジによりHPLC装置に接続できます。



■ カラム接続部の形状（各社比較）

製造メーカー	形状	ネジ規格	フェラル先端長：h	タイプ
関東化学 / メルク		No.10-32UNF インチネジ P=4.8 mm	約2.0 mm	A
Waters			約3.5 mm	
東ソー			約4.5 mm	
島津（LC6A以降）			約2.3 mm	
日立（L6500以降）			約2.9 mm	
日本分光（800以降）			約2.5 mm	
旧日本分光 （BIP, TRI ROTAR以前）		No.10-32UNF 長インチネジ P=4.8 mm	約4.5 mm	B
旧日立（655以前）		M6ミリネジ P=6.0 mm	約4.7 mm	C
旧島津（LC5A以前）		No.10-32UNF 長インチネジ 逆フェラル P=4.8 mm	約1.4 mm	D

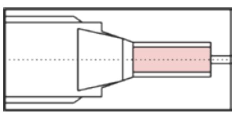
※hは実測による参考値です。

HPLCカラムのネジ規格は、ほとんどのメーカーが上表タイプAを採用しておりますが、固定型の金属フェラルを使用する際は、フェラル先端長（h）がカラムメーカーにより異なる場合があり、フェラルを交換する必要があります。フェラル先端長（h）が異なるものを接続すると、配管先端のつぶれによる送液不良、隙間発生による液漏れ、デッドボリュームの発生によるブロードピークやピーク割れ等の原因となります。

樹脂製フェラルもしくはフェラル・ネジ一体型樹脂製コネクター（Cat.No.18685-96：ハンディーコネクター 等）を使用した場合はフェラル部分が固定されないため、これらの違いを気にすることなくカラムを確実に接続可能です。

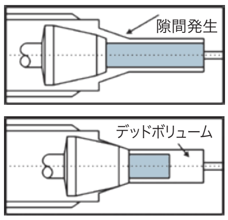
ハンディコネクター

常に確実な接続が可能です。



金属フェラル＋オスネジ

以前に使用したカラムの接続部に合わせてフェラルが固定されているため、液漏れやデッドボリュームの発生等の悪影響が生じます。



製品名	内容	包装	価格（¥）	製品番号
ハンディーコネクター	PEEK樹脂製フェラル-オスネジ一体型 1/16"キャピラリー接続用（手締め仕様）	5個入	4,300	18685-96

トラブルシューティング

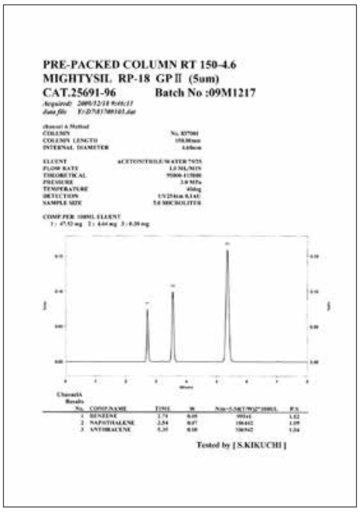
HPLC分析におけるトラブルは、装置及びカラムの状態、溶離液調製の良否、周辺環境の変化など様々な因子により左右され、観察される現象も多岐にわたります。ここでは代表的な例を示します。比較的汚れの少ないと考えられる標準的試料の分離のみに使用していても汚れが蓄積しているケースが多く、分離不良の際にはまずカラム洗浄から開始することをお勧めします。洗浄方法の詳細については、P.37をご覧ください。

原因	対策
カラム圧（背圧）の上昇	
溶離液・試料中の不溶性物質・ゴミ	溶離液・試料のろ過
試料成分の析出	溶離液で試料を溶解する
汚れの蓄積	カラム洗浄
カラムの劣化	カラム交換
ピーク形状不良（ピーク割れ テーリング、ブロード）	
カラムヘッド部のボイド	カラム交換
不適切な配管	配管のし直し
不適切な溶離条件	溶離条件の見直し
汚れの蓄積	カラム洗浄
カラムの劣化	カラム交換
保持時間が安定しない	
不適切な溶離条件	溶離条件の見直し
不完全なカラム平衡化	平衡化のやり直し
汚れの蓄積	カラム洗浄
カラムの劣化	カラム交換

Mightysil　取扱いについて

カラム性能の検査

お使いいただいているカラムが、所期の性能を発揮しているかどうかをバリデートするために、カラムの性能評価を分析の合間に適宜実施することをお薦めします。



■ カラム添付の標準検査方法

お手元のカラムを様々な分析条件下で使用される場合には、製品に添付されている出荷時のテスト条件を標準に評価します。何らかの分離不良が観察された場合に、カラムを洗浄後に再評価することで、カラムの劣化の目安を確認することが可能です。

■ システム適合性試験による方法

医薬品の品質管理業務などにおいて、カラムを１つのメソッドでのみ使用する場合には、標準作業手順書に記載のシステム適合性試験でカラム性能を評価することをお薦めします。

カラムの出荷時溶媒

<table>
<tr><th>分析カラム (内径)</th><th>RP-18/RP-8
DNPH、(H)、(L)</th><th>RP-4</th><th>Si60/NH_2</th></tr>
<tr><td>3 mm</td><td rowspan="2">アセトニトリル/水＝75/25</td><td>アセトニトリル/水＝60/40</td><td rowspan="3">n-ヘプタン</td></tr>
<tr><td>4.6 mm、6 mm</td><td>アセトニトリル/水＝75/25</td></tr>
<tr><td>10 mm～50 mm</td><td colspan="2">メタノール/水＝80/20</td></tr>
</table>

カラムの平衡化

溶媒置換の送液量は、1ステップあたりカラム体積の10倍量程度を目安とし、最終溶離液での平衡化は、ベースラインが安定した時点もしくは標準的な試料の保持時間が安定した時点で完了とするのが一般的です。保管しておいたカラムを再使用する際も同様です。

■ 逆相カラム (RP-18、RP-8、RP-4、DNPH)

a) 有機溶媒／水	現在のカラム内の溶媒と、置換する溶離液が混ざり合うことを確認し、ベースラインが安定するまで送液します。溶離液を構成する有機溶媒を変更する (Acetonitrile → Methanol など) 際には、一旦有機溶媒100%のステップを経由し水含量を増やしてゆくことで、カラム内の平衡状態を段階的に変更します。 例) Acetonitrile/Water=75/25 → Methanol100% → Methanol/Water =60/40
b) 有機溶媒／塩溶液 (緩衝液)	a) に順じて変更し、最終ステップの前に溶離液から塩を除いた有機溶媒／水を送液し溶離液に変更します。塩濃度が低い場合 (5～10 mM 以下など) は、平衡化に長時間を要する傾向があります。 例) Acetonitrile/Water=75/25 → ～ → Methanol/Water=60/40 → Methanol/Buffer=60/40
c) 水100%、塩溶液100% もしくは、 水・塩溶液含量の高い溶離液	RP-18充填剤の表面は疎水度が高く、元来水との親和性は低い性質を持っています。水100%もしくは塩100%の溶離液を使用する場合には、有機溶媒100%のステップを平衡化に組み込み段階的に水含量を増やすことで、より安定した充填剤の表面状態を維持できます。逆相充填剤の表面の状態を初期化する有機溶媒としては、アセトニトリルが推奨されます。 例) ～ → Acetonitrile100% → Acetonitrile/Water=50/50 → Water 100% → Buffer100%
d) イオンペア試薬を含む溶離液	イオンペア試薬を含む溶離液は、充填剤表面の状態が平衡に達するまで、かなり長時間を要します。通例、カラム体積の100～200倍以上の溶離液を送液する必要があります。平衡化の手順は、有機溶媒／塩溶液を使用する場合と同様、最終溶離液の1ステップ前に、溶離液から塩を除いた溶媒を送液します。 例) Acetonitrile/Water=75/25 → Acetonitrile/Water=90/10 → Acetonitrile/Buffer (Ionpair) = 90/10

■ 順相カラム (Si60 カラム)

有機溶媒	現在のカラム内の溶媒と、置換する溶離液が混ざり合うことを確認し、ベースラインが安定するまで送液します。 例) Heptane → Hexane/2-Propanol

■ NH_2 カラム

有機溶媒もしくは、 有機溶媒／水系溶媒	有機溶媒のみで使用する場合、シリカゲルカラムと同様です。水を含む溶離液へ置換する場合、出荷時の溶媒とは混ざり合わないため、溶媒置換の中間ステップに補助的な溶媒を組み込み、平衡化します。 例) Heptane → Ethyl acetate → Acetonitrile → Acetonitrile/Water=75/25 →Acetonitrile/Buffer=75/25

Mightysil　取扱いについて

注意事項

■ 溶離液に関して

pH	マイティシルはシリカゲルベースの充填剤であり、**pH 2.0～7.5**の領域で使用することを推奨します。
溶媒の品質	溶離液に使用する溶媒類はHPLC用を使用し、使用する塩類も高純度のものを用いてください。塩を使用する場合には必ず孔径0.45 μm 以下のメンブランフィルターでろ過してください。
脱気	溶離液は必ず脱気して使用してください。HPLC 装置に付属のオンラインデガッサーのみでは不足の場合があり、カラム内で気泡が発生すると再現性の低下や分離不良などにつながります。
塩濃度	緩衝液、イオンペア試薬など溶離液に塩を添加する場合、その濃度は0.2 M以下が適しています。塩濃度は混合する有機溶媒の比率によっては析出し、カラムを詰まらせる原因となりますので、溶媒置換の際には特にご注意ください。

■ 取扱に関して

チャネリングの防止	落下・振動などの物理的なショック、及び急激な送液の開始や粘度の極端に異なる溶媒の送液により著しい圧力変化を与えることは、カラム内にチャネリング（異常流路）を発生させる原因となります。
背圧と流速	カラムは20 MPa（約200 kgf/cm^2、約2900 psi）以下で使用し、これを超える高流速を避けてください。高背圧下での使用はカラム入口側にボイドを発生させ、理論段数の低下やピーク割れ、ブロードピーク、ショルダーピークの原因となります。また急激な背圧変化を伴う流量変化はチャネリングの原因となりますので避けてください。
カラム温度	80℃以下で使用ください。

カラムの洗浄・再生

洗浄の各ステップはカラム体積の10倍量の溶媒を流すのが基本ですが、汚れがひどい場合にはさらに送液し、ベースラインが安定化した時点で終了と判断します。

■ 逆相充填剤

一般的な方法	洗浄溶媒としては、通常アセトニトリル100%を使用します。汚れがひどい場合、さらに溶出力の強いテトラヒドロフランを使用すると効果的な場合があります。汚れの種類によっては、酸などでpHを調整した溶離液での洗浄が効果的なことがあります。
Aquaタイプの場合	Mightysil RP-18GP Aquaは水100%溶離液下で安定使用可能な充填剤ですが、有機溶媒を全く含まない溶離液で長時間使用した場合、カラム内に汚れが蓄積することがあります。この場合、アセトニトリル100%で洗浄してください。
イオンペア試薬を 使用していた場合	充填剤表面に吸着したイオンペア試薬を完全に除去するには長時間の洗浄が必要になります。通例、溶離液から塩を除いた溶媒をカラム体積の10～20倍送液して塩類を取り除いた後、アセトニトリル100%にてさらに洗浄します。総送液量はカラム体積の100～200倍が必要となります。 例）Acetonitrile/Buffer（Ionpair）=10/90 → Acetonitrile/Water=10/90 → Acetonitrile 100%

■ シリカゲル充填剤

一般的な方法	分離で使用している溶離液よりも溶出力の高い（極性の高い）有機溶媒で洗浄します。メタノール以上の極性を持つ溶媒はシリカゲル表面のシラノール基が失活し戻りづらくなる可能性があり、極性溶媒専用カラムとする場合以外は推奨しませんが、汚れの状態により判断します。 例）Heptane → Ethyl acetate → Acetone → 洗浄溶媒（2-Propanol） 元の溶離液に戻す場合、極性溶媒には水分が比較的多く含まれる可能性がありますので、脱水した溶媒を上記とは逆の順序で各ステップカラム体積の15～20倍を送液します。

■ NH_2 充填剤

順相溶媒で使用の場合	洗浄は極性溶媒で行います。 例）Heptane → Ethanol → 洗浄溶媒（AcetonitrileもしくはMethanol）
逆相溶媒で使用の場合	通常有機溶媒100%（アセトニトリルまたはメタノール）で洗浄します。水を含む溶媒で洗浄する必要がある場合、その含量は出来るだけ30%以下としてください。それ以上での水含量での洗浄が必要な場合でも極短時間としてください。 例）Acetonitrile/Buffer=90/10 → Acetonitrile/Water=90/10 → 洗浄溶媒（AcetonitorileもしくはMethanol）→ 洗浄溶媒（Acetonitrile/Water=70/30） [→ Acetonitrile/Water=50/50 もしくはWater100% など]

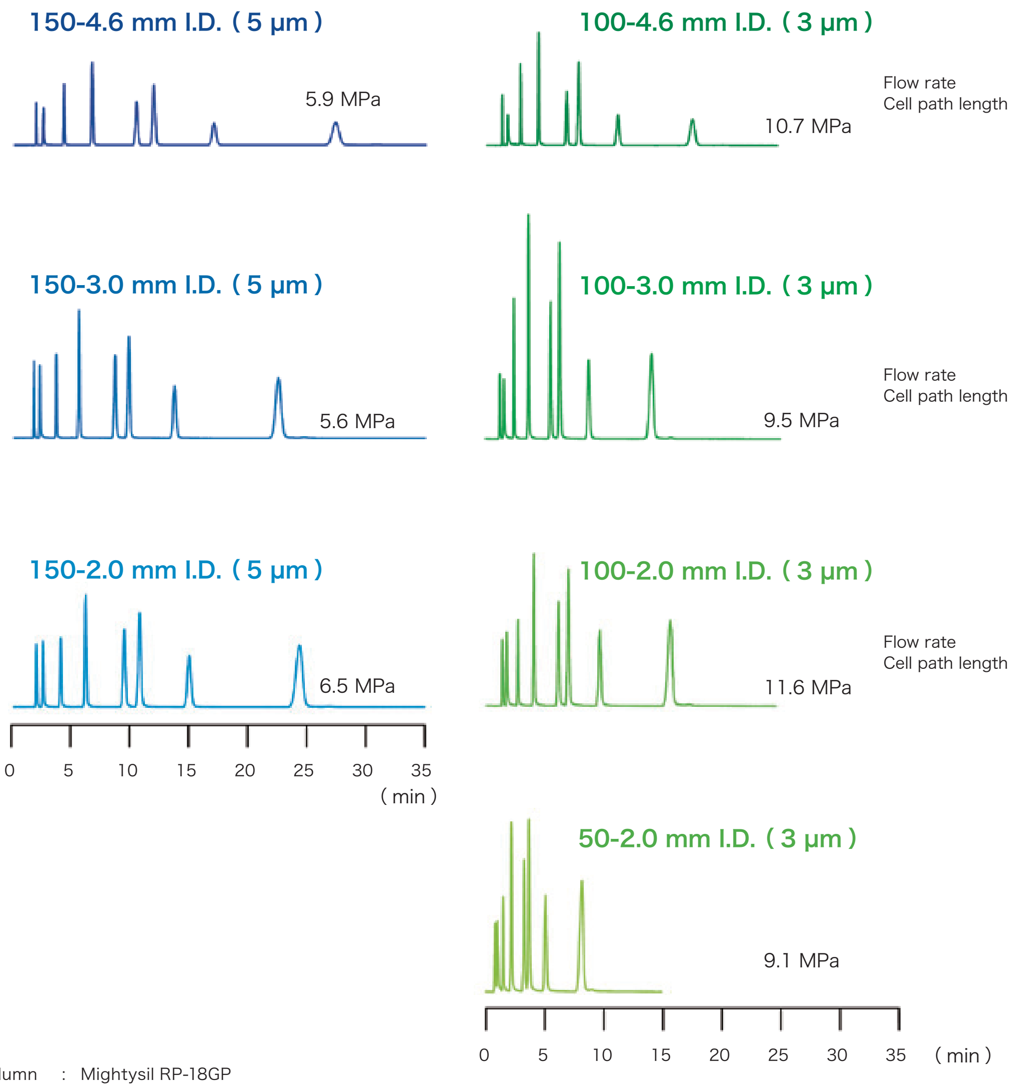
カラムの保管

カラムを長期間使用しない場合には、カラムの洗浄・再生に記載の方法に沿って洗浄後、有機溶媒100%に置換し保管します。逆相充填剤の場合アセトニトリルもしくはメタノール、シリカゲル充填剤の場合はヘプタン、NH_2充填剤の場合はヘプタンもしくはアセトニトリルを推奨します。カラムは密栓し、乾燥させないようご注意ください。乾燥させた場合には、使用前に脱気した有機溶媒を充分に流すことで気泡を取り除くことができる場合があります。

Mightysil　小径化例

汎用分析カラム (150-4.6 mm I.D. 5 μm) のカラム小径化例

カラムの小径化に際して、流量と検出器のセル容量を最適化することで、以下のようなクロマトグラムを得ることができます。



Column : Mightysil RP-18GP
Eluent : Acetonitrile/ Water=30/70
Temp. : 40°C
Detection : UV254 nm
Inj. Vol. : 2 μL
Samples : 1. Caffeine 35 μg/mL
2. Pyridine 35 μg/mL
3. Aniline 85 μg/mL
4. *o*-Toluidine 250 μg/mL
5. *N*-Methylaniline 50 μg/mL
6. 2-Ethylaniline 310 μg/mL
7. 3-Nitroanisole 280 μg/mL
8. *N,N*-Dimethylaniline 70 μg/mL
(in Eluent)

カラムサイズ	分析感度	分析時間	溶媒消費量	カラム効率
150-4.6 mm I.D. (5 μm)	**1**	**1**	**1**	**1**
150-3 mm I.D. (5 μm)	2	1	1/2	1
150-2 mm I.D. (5 μm)	5	1	1/5	1
100-4.6 mm I.D. (3 μm)	1	2/3	2/3	1
100-3 mm I.D. (3 μm)	2	2/3	1/3	1
100-2 mm I.D. (3 μm)	3 ～ 5*	2/3	2/15	1
50-2 mm I.D. (3 μm)	3 ～ 5*	1/3	1/15	1/2

内径1 mm、2 mmのカラムを使用の際は、検出器のセルボリュームをはじめ、流路系の最適化が必要です。
＊検出器に光路長3 mm程度のセルを使用した場合の実用感度。

Mightysil　スケールアップの目安

分析→分取スケールアップの目安

Mightysil シリーズでは、分取用として内径10～50 mmのカラムをご用意しております。

カラム	カラム長さ- 内径 (mm)	推奨流速* (mL/min)	試料注入量の目安 (μL)	試料負荷量の目安 (mg)
分析カラム	250-4.6	1	1 ～ 15	0.05 ～ 1
	250-6	1 ～ 2	10 ～ 25	0.1 ～ 2
分取カラム	250-10	4 ～ 6	20 ～ 150	1 ～ 20
	250-20	15 ～ 20	50 ～ 1000	10 ～ 100
	250-50	100 ～ 120	500 ～ 2500	100 ～ 2000

＊流速・試料負荷量などは、およその値です。
　試料の性質と分離度によっては、オーバーロードによりさらに大量の試料を負荷することも可能です。

その他、カラム参考情報

■ 流速の算出例

線速度 (cm/min) は、式1で表されることから、カラムサイズ内径4.6 mm、流速1.0 mL/minの条件を、内径6 mmのカラムに適応する場合、線速度を合わせた時の流速は、式2～4によりおよそ1.7 mL/minとなります。

線速度 (cm/min) ＝流速 (cm^3/min) /断面積 (cm^2) ・・・・・・・・・・・・・・　(式1)

線速度$_{内径4.6\ mm}$＝1 (cm^3/min) /0.166 (cm^2) =6.02 (cm/min) ・・・・・・・・・　(式2)

6.02 (cm/min) ＝流速$_{内径6\ mm}$ (cm^3/min) /0.28 (cm^2) 　・・・・・・・・・・・・　(式3)

流速$_{内径6\ mm}$=6.02 (cm/min) × 0.28 (cm^2) ＝1.7 (cm^3/min) ・・・・・・・・・　(式4)

■ 内径と断面積・流速の関係

上式を用いて、カラム内径の変化による流速の変化を右表に示します。小径化に伴う流速の減少により、溶媒消費量が削減できます。

内径 (mm)	断面積 (cm^2)	流速 (cm^3/min)
2	0.03	0.19
3	0.07	0.43
4.6	0.17	1
6	0.28	1.7
10	0.79	4.73
20	3.14	18.9

■ 粒子径と理論段数・カラム圧力の関係

粒子径5 μmの理論段数及びカラム圧力を1としたときの粒子径3 μmのそれぞれの値の比を右表に示します。

粒子径 (μm)	理論段数	カラム圧力
5	1	1
3	1.7	2.8

Silver column KANTO ～銀イオンクロマトグラフィー～

Silver column KANTOは、りん酸ジルコニウムを基材とした新しい銀イオンクロマトグラフィー用HPLCカラムです。

銀イオンクロマトグラフィーは、有機化合物の不飽和結合と銀イオンが錯体を形成する性質を利用する液体クロマトグラフィーで、二重結合の数や位置、*cis/trans*異性体などの違いに応じて分離されることから、特に複雑な組成を持つ油脂類の分離分析・精製に有用な手法として用いられます。

Silver column KANTOは、従来の硝酸銀含浸シリカゲル等の課題を克服し、高い安定性と特徴的な分離能を有していることから、食品分野以外での応用も期待できます。

特徴

*cis/trans*異性体の分離

一般に*cis*体は、*trans*体よりも双極子モーメントが大きく、立体的にも不安定である反面、Ag^+と形成する錯体の安定性は高いので*cis*体が強く保持され*trans*体が先に溶出します。

位置異性体の分離

炭素数に関わりなく、炭素間の二重結合がカルボニル炭素から遠ざかるほど早く溶出します。また、芳香族化合物の分離では、*o*-体、*m*-体、*p*-体の順に溶出します。

炭素数の異なる脂肪酸の分離

脂肪酸の炭素鎖が多いほど早く溶出します。また、二重結合の多いものは強く保持されます。

複数の二重結合をもつ化合物の分離

共役二重結合より非共役二重結合の方が強く保持されます。また、二重結合同士が近いほど早く溶出します。

使用方法

■ カラムの平衡化

溶媒置換時の送液量は、1ステップあたりカラム体積の10倍量程度を目安とし、最終溶離液での平衡化は、ベースラインが安定した時点もしくは標準的な試料の保持時間が安定した時点で完了とするのが一般的です。保管しておいたカラムを再使用する際も同様です。

■ 溶離液に関して

基本溶離液条件に記載のようにヘプタン、ヘキサンなどにアセトニトリルや酢酸エチルを添加した溶媒を推奨します。ヘプタン、ヘキサンの代わりにジクロロメタンやジクロロエタンを用いることができます。また、アセトニトリルの代わりにエタノールなどのアルコール類を用いることもできますが、長時間通液すると試料の保持が弱まるなどの非可逆的な変化が起こることがあります。なお、水系での使用には適しません。

■ 取扱に関して

カラムは20 MPa（約200 kgf/cm^2、約2900 psi）以下で使用し、これを超える高流速を避けてください。カラム温度は、80℃以下で使用してください。

■ 基本溶離液条件

比較的保持の弱い試料の場合…モノエン脂肪酸エステルなど

例）2-10% 酢酸エチル/ヘプタン（20分）

比較的保持の強い試料の場合…

ジエン以上の脂肪酸エステル、トリアシルグリセロールなど

例）0.2-2.0% アセトニトリル/ヘプタン（20分）

※1%以下の酢酸を添加すると溶出が早まります。

■ カラムの洗浄・再生

溶媒を置換する場合には、有機溶媒同士の混和性に充分注意し、洗浄の各ステップはカラム体積の10倍量の溶媒を流すのが基本ですが、汚れがひどい場合にはさらに送液し、ベースラインが安定化した時点で終了と判断します。

例）2%アセトニトリル/ヘプタン

→ 0.2%酢酸添加 2%（v/v）アセトニトリル/ヘプタン

※ヘプタンをヘキサンに代えても同様に使用可能です。

■ カラムの保管

カラムを長期間使用しない場合には、カラムの洗浄後、出荷時の溶媒もしくはヘキサン100%、ヘプタン100%に置換し保管します。カラムは密栓し、乾燥させないようにご注意ください。

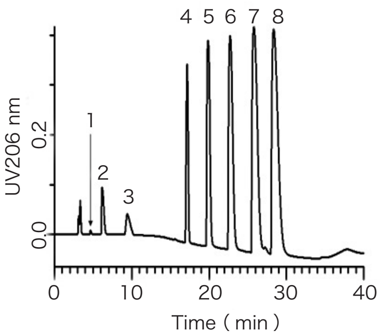
Silver column KANTO ～銀イオンクロマトグラフィー～

耐久性

りん酸ジルコニウムに銀を担持させることにより、これまでの銀イオンクロマトグラフィー用担体と比べて耐久性に優れ、より高い再現性が得られます。

■ 高度不飽和脂肪酸メチルの分析

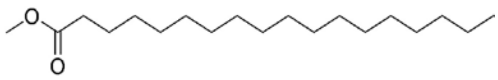
不飽和脂肪酸メチルが、*cis/trans*異性体や炭素二重結合の位置や数の違いにより、良好に分離されていることがわかります。また、1,000回の連続分析において、ピーク割れや保持時間の変動がなく、再現性の高い分析が期待できます。



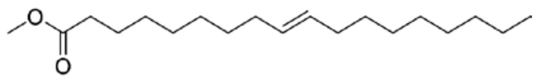
使用回数1,000回の
高度不飽和脂肪酸
メチルのクロマトグラム

Column　: Silver column KANTO 250-4.6 (5 μm)
Eluent　: A) Acetonitrile/Hexane= 0.2/99.8
B) Acetonitrile/Hexane= 2/98
A→B linear ; 30 min
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : UV206 nm
Temp.　: 40℃
Inj. Vol.　: 10 μL
Sample　: See below (each 1 mg/mL)

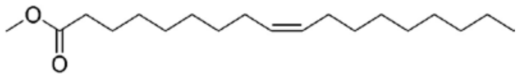
1. ステアリン酸メチル (C18:0)



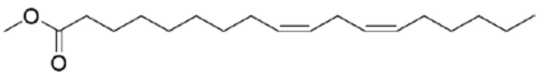
2. エライジン酸メチル (C18:1)



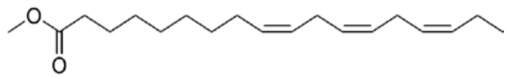
3. オレイン酸メチル (C18:1)



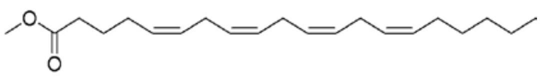
4. リノール酸メチル (C18:2)



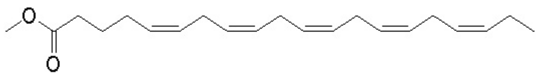
5. リノレン酸メチル (C18:3)



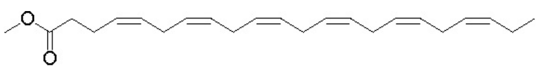
6. アラキドン酸メチル (C20:4)



7. エイコサペンタエン酸メチル (C20:5)



8. ドコサヘキサエン酸メチル (C22:6)



製品リスト

製品名	規格	包装	価格 (¥)	製品番号	※
Silver column KANTO 250-4.6 (5 μm)	HPLC用	1本	110,000	38201-96	
Silver column KANTO 150-2 (5 μm)	HPLC用	1本	99,000	38208-96	
Silver column KANTO 5-4.6 (5 μm) ガードカラム	HPLC用	10個入	70,000	38203-96	
分取カラムサイズ					
Silver column KANTO 250-20 (5 μm)	HPLC用	1本	600,000	38204-96	※
Silver column KANTO 10-20 (5 μm) ガードカラム	HPLC用	1個入	88,000	38205-96	
Silver column KANTO 250-10 (5 μm)	HPLC用	1本	300,000	38206-96	※
Silver column KANTO 10-10 (5 μm) ガードカラム	HPLC用	2個入	70,000	38207-96	

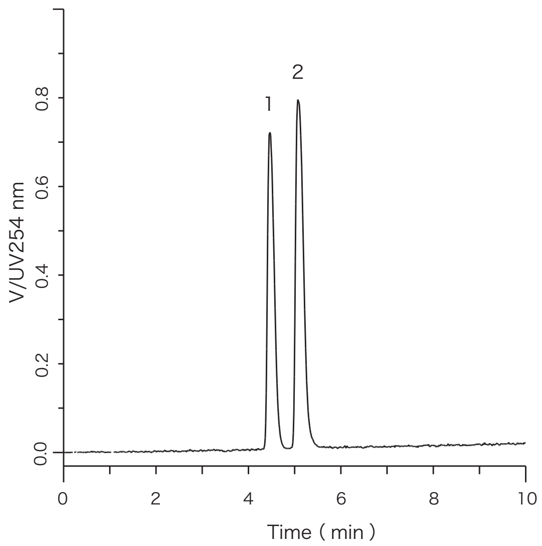
ガードカラムを使用する際は、別売のガードカラムホルダーが必要です。詳細はP.34をご覧ください。
※印の製品は受注製造品です。詳しくはお近くの弊社支店・営業所にお問い合わせください。

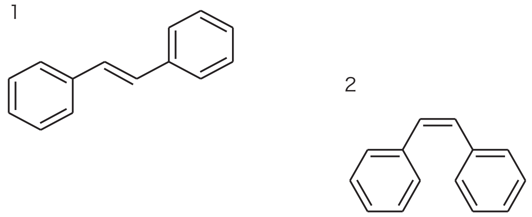
Silver column KANTO ～銀イオンクロマトグラフィー～

アプリケーション

*cis/trans*異性体の分離

スチルベンの分離

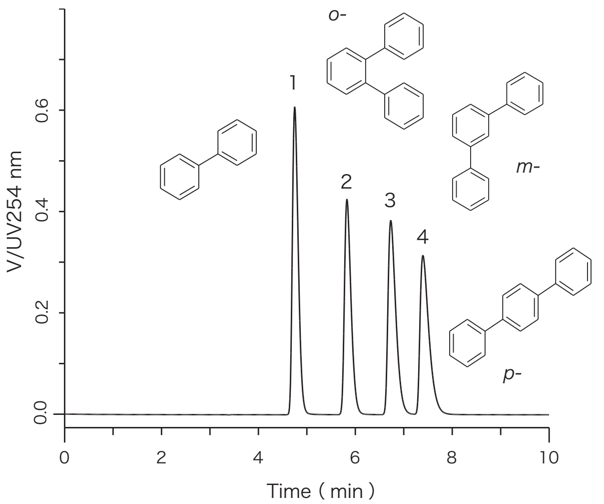




Column　: Silver column KANTO 250-4.6 (5 μm)
Eluent　: Acetonitrile/Hexane=0.2/99.8
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : UV254 nm
Temp.　: 20℃
Inj. Vol.　: 2 μL
Sample　: 1. *trans*-Stilbene 2 mg/mL
2. *cis*-Stilbene 1 mg/mL

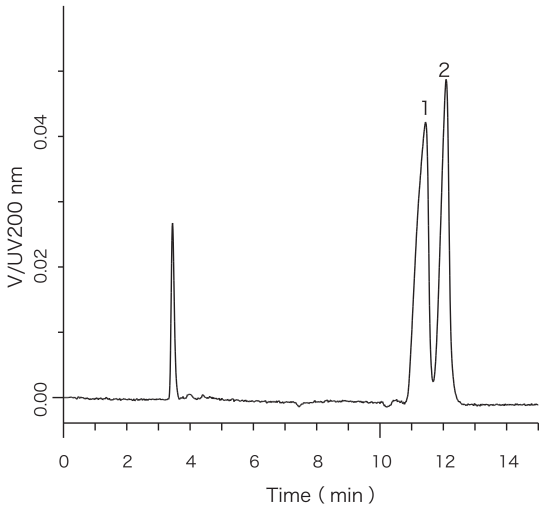
位置異性体の分離

芳香族の位置異性体の分離



Column　: Silver column KANTO 250-4.6 (5 μm)
Eluent　: Acetonitrile/Hexane=0.2/99.8
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : UV254 nm
Temp.　: 20℃
Inj. Vol.　: 5 μL
Sample　: 1. Biphenyl 0.2 mg/mL
2. *o*-Terphenyl 0.3 mg/mL
3. *m*-Terphenyl 0.1 mg/mL
4. *p*-Terphenyl 0.2 mg/mL

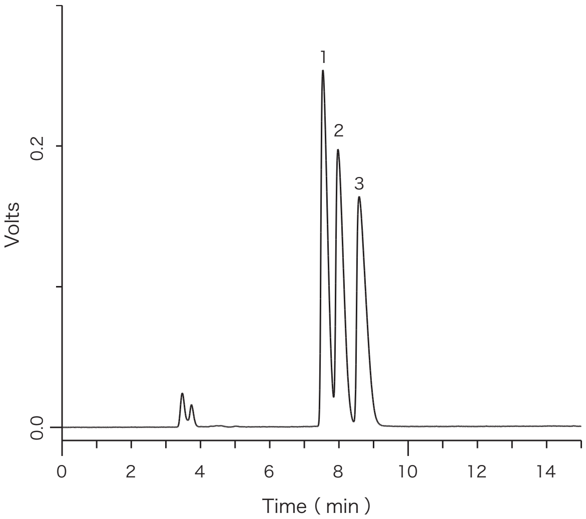
トリグリセリドの位置異性体の分離

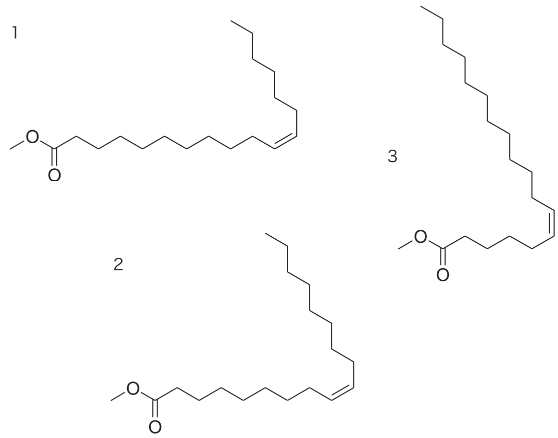


Column　: Silver column KANTO 250-4.6 (5 μm)
Eluent　: Acetonitrile/Hexane=0.75/99.25
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : UV200 nm
Temp.　: 20℃
Inj. Vol.　: 10 μL
Sample　: 1. 1,2-Dipalmitoyl-3-Oleoyl glycerol (PPO) 1 mg/mL
2. 1,3-Dipalmitoyl-2-Oleoyl glycerol (POP) 1 mg/mL

位置異性体の分離

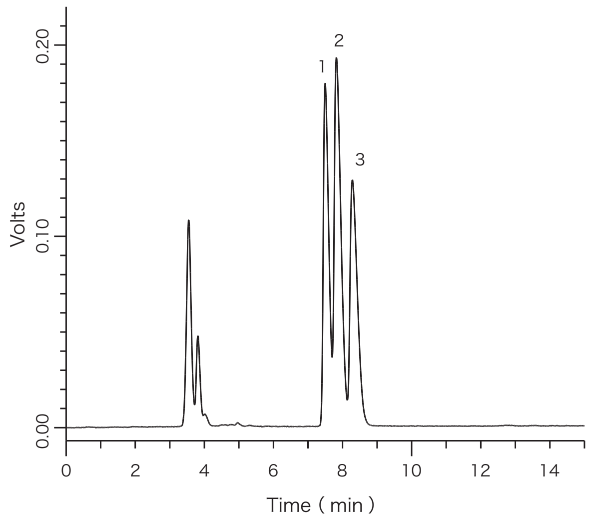
モノエン酸エステル（*cis*体）の分離

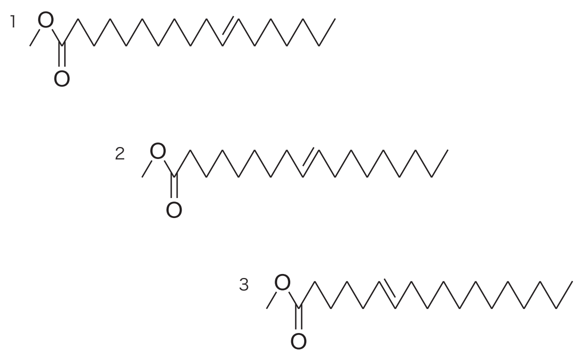




Column　：Silver column KANTO 250-4.6（5 µm）
Eluent　：Acetonitrile/Hexane=0.3/99.7
Flow rate：1.0 mL/min
Detection：UV200 nm
Temp.　：20℃
Inj. Vol.　：5 µL
Sample　：1. Methyl *cis*-11-octadecenoate（Methyl cis Vaccenate）
2. Methyl *cis*-9-octadecenoate（Methyl cis Oleate）
3. Methyl *cis*-6-octadecenoate（Methyl cis Petroselinate）
（each 1 mg/mL）

モノエン酸エステル（*trans*体）の分離

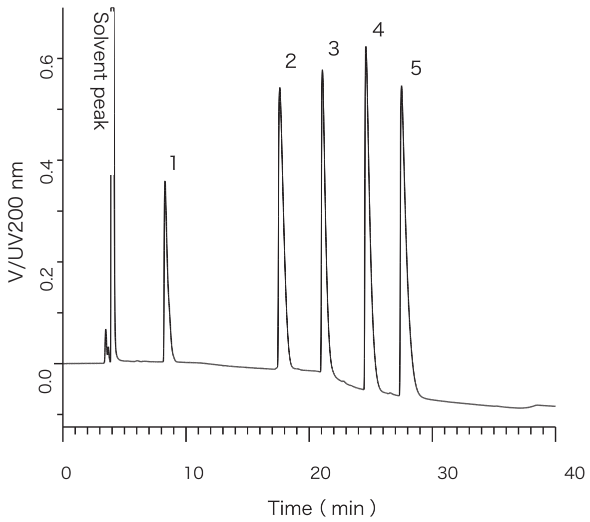




Column　：Silver column KANTO 250-4.6（5 µm）
Eluent　：Acetonitrile/Hexane=0.2/99.8
Flow rate：1.0 mL/min
Detection：UV200 nm
Temp.　：20℃
Inj. Vol.　：5 µL
Sample　：1. *trans*-Methyl trans-11-octadecenoate（Methyl trans Vaccenate）
2. *trans*-Methyl trans-9-octadecenoate（Methyl trans Oleate）
3. *trans*-Methyl trans-6-octadecenoate（Methyl trans Petroselinate）
（each 1 mg/mL）

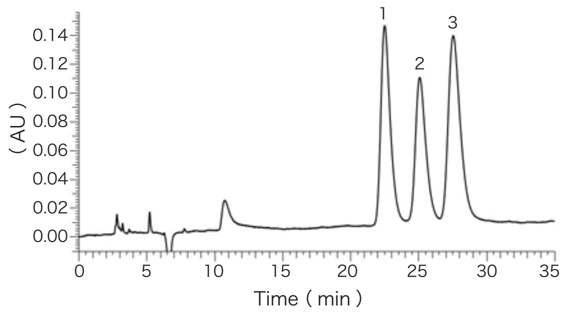
炭素数の異なる脂肪酸の分離

不飽和脂肪酸エステル5種の分離（グラジエント分析）



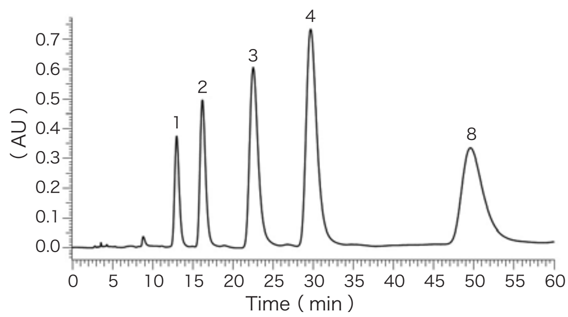
Column　: Silver column KANTO 250-4.6（5 μm）
Eluent　: A）Acetonitrile/Hexane=0.5/99.5
B）Acetonitrile/Hexane=2/98
A→B linear ; 30 min
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : UV200 nm
Temp.　: 20℃
Inj. Vol.　: 5 μL
Sample　: 1. Methyl Linoleate　C18:2（9Z,12Z）
2. Methyl Linolenate　C18:3（9Z,12Z,15Z）
3. Methyl Arachidonate　C20:4（5Z,8Z,11Z,14Z）
4. Methyl 5,8,11,14,17-eicosapentaenoate C20:5（5Z,8Z,11Z,14Z,17Z）
5. Methyl 4,7,10,13,16,19-docosahexanoate C22:6（4Z,7Z,10Z,13Z,16Z,19Z）

不飽和脂肪酸3種の分離



Column　: Silver column KANTO 250-4.6（5 μm）
Eluent　: Acetonitrile/Hexane/Acetic acid=0.5/99.5/0.1
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : UV200 nm
Temp.　: 40℃
Inj. Vol.　: 10 μL
Sample　: 1. Elaidic acid　C18:1（9E）
2. Oleic acid　C18:1（9Z）
3. Petroselinic acid　C18:1（6Z）
（each 0.1% in Eluent）

不飽和脂肪酸5種の分離

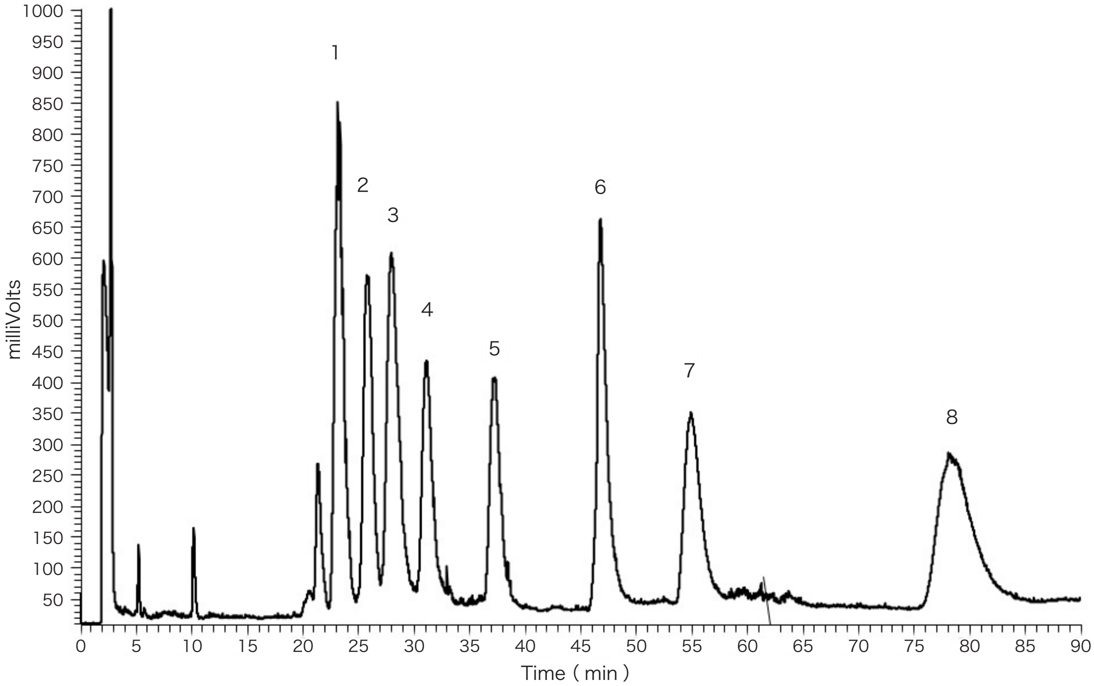


Column　: Silver column KANTO 250-4.6（5 μm）
Eluent　: Acetonitrile/Hexane/Acetic acid=0.5/99.5/0.1
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : UV200 nm
Temp.　: 20℃
Inj. Vol.　: 5 μL
Sample　: 1. Linoleic acid　C18:2（9Z,12Z）
2. Linolenic acid　C18:3（9Z,12Z,15Z）
3. Arachidonic acid　C20:4（5Z,8Z,11Z,14Z）
4. 5,8,11,14,17-eicosapentaenoic acid C20:5（5Z,8Z,11Z,14Z,17Z）
5. 4,7,10,13,16,19-docosahexanoic acid C22:6（4Z,7Z,10Z,13Z,16Z,19Z）
（each 0.1% in Eluent）

Silver column KANTO ～銀イオンクロマトグラフィー～

炭素数の異なる脂肪酸の分離

不飽和脂肪酸８種の一斉分離

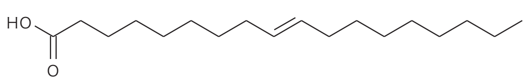


Column : Silver column KANTO 250-4.6 (5 μm)
Eluent : A) Acetonitrile/Hexane/Acetic acid=0.5/99.5/0.1
B) Acetonitrile/Hexane/Acetic acid=2/98/0.1
A/B, 100/0→0/100→0/100 (0→40→90 min)
Flow rate : 1.0 mL/min
Detection : Corona CAD PLUS
Temp. : 40℃
Inj. Vol. : 10 μL
Sample :

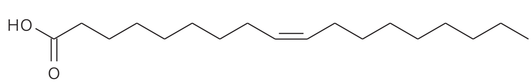
1. Elaidic acid	C18:1 (9E)
2. Oleic acid	C18:1 (9Z)
3. Petroselinic acid	C18:1 (6Z)
4. Linoleic acid	C18:2 (9Z,12Z)
5. Linolenic acid	C18:3 (9Z,12Z,15Z)
6. Arachidonic acid	C20:4 (5Z,8Z,11Z,14Z)
7. 5,8,11,14,17-eicosapentaenoic acid	C20:5 (5Z,8Z,11Z,14Z,17Z)
8. 4,7,10,13,16,19-docosahexanoic acid	C22:6 (4Z,7Z,10Z,13Z,16Z,19Z)

(each 0.1% in Eluent)

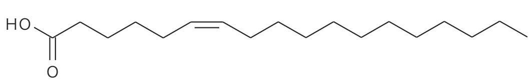
1. エライジン酸



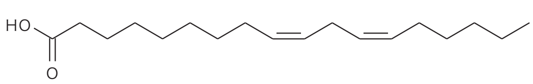
2. オレイン酸



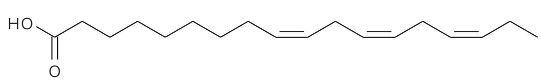
3. ペトロセリン酸



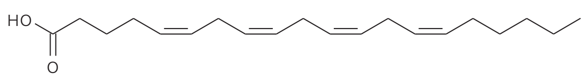
4. リノール酸



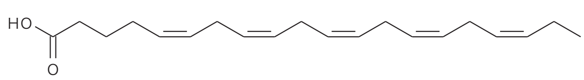
5. α-リノレン酸



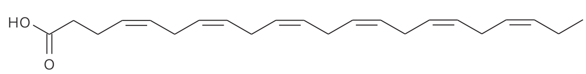
6. アラキドン酸



7. エイコサペンタエン酸



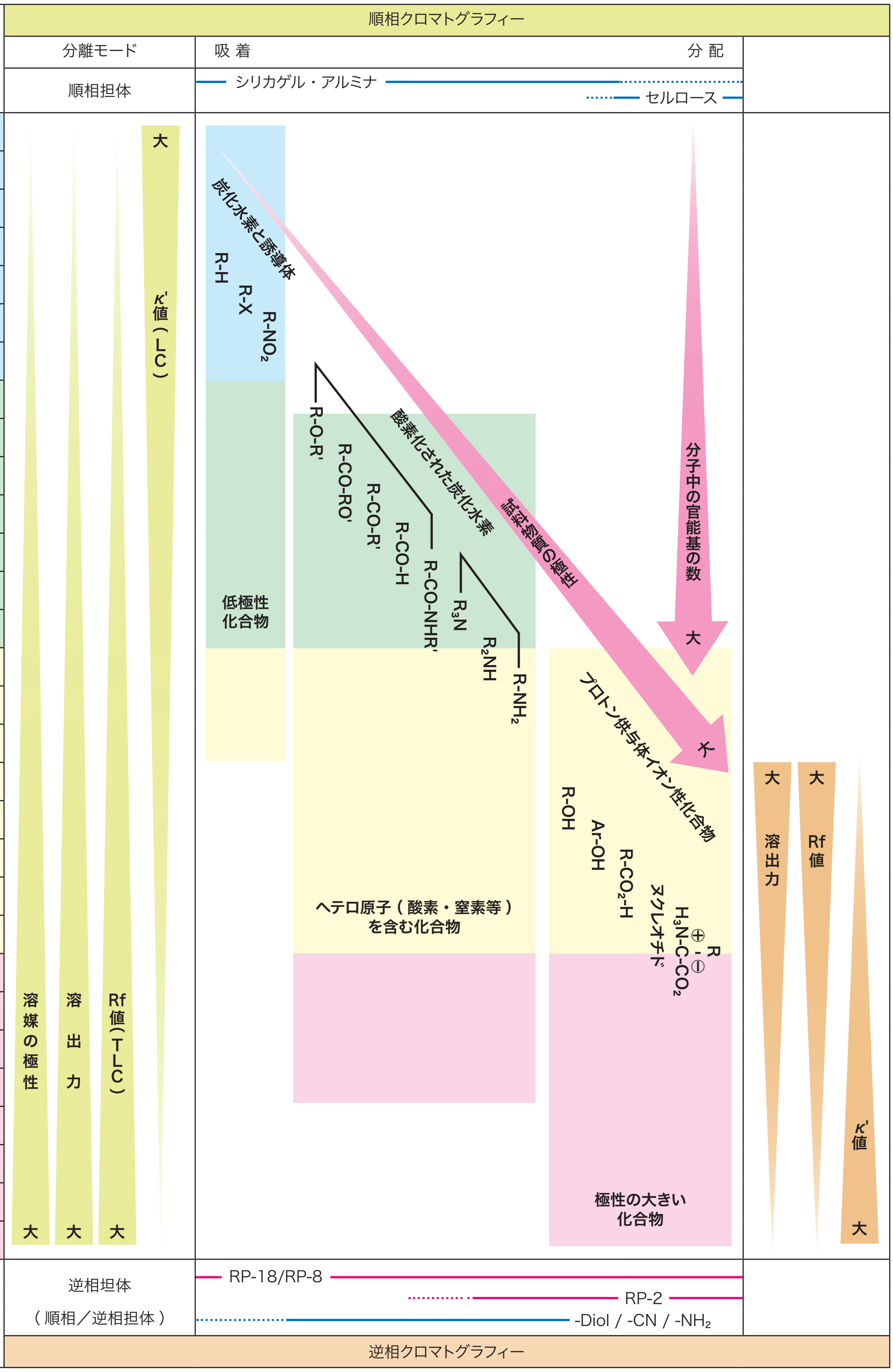
8. ドコサヘキサエン酸



APPENDIX

溶媒選択の目安

溶媒と試料物質の関係	
1	*n*-ヘプタン
2	*n*-ヘキサン
3	*n*-ペンタン
4	シクロヘキサン
5	トリメチルペンタン
6	二硫化炭素
7	四塩化炭素
8	トリクロルエチレン
9	キシレン
10	トルエン
11	ベンゼン
12	クロロホルム
13	ジクロロメタン
14	*di-iso*-プロピルエーテル
15	*tert*-ブタノール
16	ジエチルエーテル
17	*iso*-ブタノール
18	アセトニトリル
19	*iso*-ブチルメチルケトン
20	プロパノール-(2)
21	酢酸エチル
22	プロパノール-(1)
23	エチルメチルケトン
24	アセトン
25	エタノール
26	ジオキサン
27	テトラヒドロフラン
28	メタノール
29	ピリジン
30	水



APPENDIX

溶媒の混和性

溶離液調製やHPLCカラム内の溶媒を変更する際には、溶媒の混和性を検討する必要があります。
下表を参考としてご利用ください。

	n-ヘプタン	*n*-ヘキサン	*n*-ペンタン	シクロヘキサン	四塩化炭素	キシレン	トルエン	ベンゼン	クロロホルム	ジクロロメタン	*di*-*iso*-プロピルエーテル	ジエチルエーテル	アセトニトリル	プロパノール-(2)	酢酸エチル	プロパノール-(1)	エチルメチルケトン	アセトン	エタノール	ジオキサン	テトラヒドロフラン	メタノール	ピリジン	水
n-ヘプタン																								
n-ヘキサン																								
n-ペンタン																								
シクロヘキサン																								
四塩化炭素																								
キシレン																								
トルエン																								
ベンゼン																								
クロロホルム																								
ジクロロメタン																								
di-*iso*-プロピルエーテル																								
ジエチルエーテル																								
アセトニトリル	■	■	■	■																				
プロパノール-(2)																								
酢酸エチル																								
プロパノール-(1)																								
エチルメチルケトン																								
アセトン																								
エタノール																								
ジオキサン				■																				
テトラヒドロフラン																								
メタノール	■	■	■	■																				
ピリジン																								
水	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■	■			■		■							

■印の部分が均一に混和しない組み合わせです。

●本記載の製品は、試薬（試験、研究用として用いる化学薬品）としての用途にご利用ください。
●本記載価格に、消費税等は含まれておりません。
●本記載の製品情報は予告なく変更する場合があります。最新情報は、弊社ホームページ「Cica-Web」をご確認ください。

関東化学株式会社
試薬事業本部

〒103-0022　東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

TEL：03-6214-1090
HP：https://www.kanto.co.jp

RCB-01(202402)