

Shodex[®]

充電用カメラ取扱説明書
Standard Operation Procedure

Rspak DE-413 シリ-ズ
Rspak DE-413 Series

[必ずお読み下さい]

この度は Shodex 製品をお買い上げいただき誠にありがとうございます。
カメラの性能を永く保持してご利用いただくために、この取扱説明書を
読んでからご使用ください。

Thank you for purchasing a Shodex product. Prior to use, be sure to
read this instruction manual so that the maximum service life and
performance of your column can be achieved.



SHOWA
DENKO

この取扱説明書では、注意を要する事項を危険度によって3区分に分け、該当する項目の文頭に「警告」「注意」「参考」を付けて表示しています。各サインの使用区分は以下の通りです。

警告：このサインで示した条件や手順を厳格に守らない場合、
けがをしたり健康上の問題が起こるおそれがあります。

注意：このサインで示した条件や手順を厳格に守らない場合、
クラムまたは装置の劣化や故障の原因となるおそれがあります。

参考：このサインで示した項目は、クラム寿命や性能を最高に保持して
ご使用いただくために必要な事項を示したものです。

Shodex Rspak DE-413シリーズのご使用にあたっては、一般的なクラム使
用上の注意の他、特に、以下の点にご留意の上でご使用ください。

注意 クラム使用時に使われる溶媒、薬品等の使用にあたっては、その溶媒薬品の使用上
の注意事項を遵守し、漏れ事故や健康上の問題の起きないように留意ください。

注意 必ず定められた圧力範囲内でご使用ください。最大使用可能圧力は、クラム1本当り
DE-213は12.0 MPa、DE-413は15.0 MPa、ED-413では18.0 MPa
です。(瞬間的にも、最大使用可能圧力を越えようとクラムの性能が劣化することが
あります) また、最大使用可能流量はDE-213が0.4 ml/min、DE-413お
よびDE-413Lが1.2 ml/minです。最大使用可能温度(60°C)も厳守ください。

注意 使用する溶媒液は、水または有機溶媒、酢酸緩衝液等の緩衝液と水溶性有機溶媒の
混合液をご使用ください。緩衝液のpHは2〜12としてください。緩衝液の濃度は
0.5 Mまでとし、水溶性有機溶媒と混合した場合に沈澱が生じないことを確認して
ください。

目次

I Shodex Rspak DE-413シリ-ス	1
1. はじめに	1
1) 測定対象	1
2) 分離モード	1
2. カラムの仕様	1
3. カラムの使い方	2
3-1. 標準的な使用条件	2
3-2. 溶離液の選び方	2
3-3. 測定流量	3
3-4. カラム温度	3
4. 試料の前処理	3
5. トラブル発生時の対策	4
6. 保管時のカラム封入溶媒	4
II Shodex カラム取扱上の一般的注意事項	5
1. カラム各部の名称	5
2. カラムの取り付け	5
3. カラムの取り外しと保存	6
4. ガードカラム使用のすすめ	8
5. 試料の前処理	8
6. 溶離液	8
7. カラムの検定方法	9
8. カラムの廃棄方法	10
9. その他の注意事項	10
10. カラムの保証について	10

1. Shodex RSpak DE-413 シリ-ズ[®]の取扱方法

1. はじめに

1) 測定対象

Shodex RSpak DE-413 シリ-ズ (DE-213, DE-413, DE-413L) は、各種食品、医薬品、生体成分等の幅広い極性の化合物をアイソクラチックな溶出で分離するのに適しています。

2) 分離モード

逆相の分配、吸着モード (RPLC) です。

2. カラムの仕様

充填剤材質：ポリメタクリレート系中極性ゲル

DE-413L	DE-413	DE-213	カラムサイズ (内径×長さ)	2.0×150mm	4.6×150mm	4.6×250mm
			理論段数 (段/本)	8,000 段以上	11,000 段以上	17,000 段以上
			最大使用可能圧力	12.0 MPa	15.0 MPa	18.0 MPa
			最大使用可能流量	0.4 mL/min.	1.2 mL/min.	
			使用可能温度	室温 ~ 60 °C		
			使用可能溶離液条件	水または緩衝液/水性有機溶媒の混合液 = 0~100/100~0		
			使用可能緩衝液	緩衝液濃度 0.5M まで, 緩衝液 pH2~12		
			使用可能塩濃度	0.5% 以下		
			納入時封入液	水/アセトニトリル = 50/50		
			カラム末端接続ネジ	オシネジ型、No 10-32UNF		
			カラム材質	SUS 316		

付属品：取扱説明書、検定チャート (カラム1本毎に下記条件で

測定した理論段数が記載してあります。

カラムには取扱説明書および検定チャートは添付されていません。

水 : イオン交換水、蒸留水、市販純水製造装置により作られた水
 アセトニトリル : 特級試薬
 メタノール : 特級試薬
 リン酸 : 特級試薬 (85%)
 酢酸 : 特級試薬
 リン酸塩 : 特級試薬 (リン酸2水素塩、リン酸1水素塩、リン酸塩)
 酢酸塩 : 特級試薬

2) 溶解液に用いる試薬類について

生じないことを確認ください。
 緩衝液の濃度は0.5Mまでとしますが、水溶性有機溶媒と混合した場合沈澱が

注意

緩衝液のpHは2~12としてください。

液のpHを変えることで保持時間を変化させる事ができます。

有機溶媒の量を上げ、極性の高い試料には有機溶媒量を下げます。また、解離性の試料は緩衝液は一種類のみでなく数種類組み合わせることも有効です。一般的には、極性の低い試料には、アルコール類、アセトニトリル、テトラヒドロフラン (THF) を用いることができます。水溶性溶媒として、水溶性有機溶媒としては、メタノール、エタノール、2-プロパノール等のアルコール類、水またはリン酸緩衝液、酢酸緩衝液等の緩衝液と、水溶性有機溶媒との混合液を溶解液

1) 一般的な溶解液について

溶解液についての一般的な注意事項についてはII-6を参照ください。

3-2. 溶解液の選び方

溶 離 液 : 水またはリン酸緩衝液、酢酸緩衝液等の緩衝液と、アセトニトリル
 またはメタノールとの混合液
 流 量 : 0.05~0.3 mL/min.(DE-213), 0.6~1.0 mL/min.(DE-413,DE-413L)
 カラム温度 : 40°C

3. カラムの使い方

3-1. 標準的な使用条件

試 料 : Di-n-butyl ketone 0.6vol% (50%アセトニトリル水溶液)
 注入量 : 5 μ L(DE-213), 10 μ L(DE-413), 20 μ L(DE-413L)
 溶解液 : アセトニトリル/水=50/50
 流 量 : 0.2 mL/min.(DE-213), 1.0 mL/min.(DE-413,DE-413L)
 検出器 : UV 262nm,
 カラム温度 : 40°C

理論段数の測定条件

その他 : 原則として特級試薬

3) 溶媒置換について

溶媒置換は0.05mL/min.の流量でDE-213では40分、0.2mL/min.の流量でDE-413では40分、DE-413Lでは60分送液してください。

有機溶媒組成が等しい場合の置換は、DE-213では0.1mL/min.の流量で20分、DE-413およびDE-413Lで0.5mL/min.の流量で20分送液します。但し、同一有機溶媒組成の間を除き、必ず塩を含まない系の間で溶媒置換を行ってください。

例えば、DE-413を用いて50mM リン酸ナトリウム(pH3.1)/ブセトニトリル=48/52より50mM リン酸ナトリウム(pH3.1)に置換したい場合、次の様に行います。

①水/ブセトニトリル=48/52を0.5mL/min.で20分送液します。

②次いで、水を0.2mL/min.で40分送液します。

DE-213、DE-413Lについては、DE-413に比較すると若干溶媒置換性に劣りますので、大瓶に有機溶媒組成の異なる(50%以上)溶媒置換は避けてください。できれば専用のな使用方をおすすめします。必要な場合は、有機溶媒組成変動30%以内の溶媒置換を複数回行って目的組成に達してください。

3-3. 測定流量

通常は、0.2mL/min.(DE-213)、1.0mL/min.(DE-413、DE-413L) または、それ以下の流量が測定流量として適当です。
カラム効率の点では0.05~0.15mL/min.(DE-213)、0.4~0.8mL/min.(DE-413、DE-413L)が最も良い結果を与えます。

3-4. カラム温度

カラムはカラム恒温槽内で35°C以上、60°C以下の一定温度に保ちます。室温での測定も可能ですが、クロマトグラムの再現性、カラム効率の点でカラム恒温槽の使用をお奨めします。

4. 試料の前処理

試料の前処理についての一般的な注意についてはII-5をご参照ください。

1) 環境試料の分析については、公定法のある場合それぞれに従って

試料の前処理を行ってください。

2) 固相抽出法を用いた場合、最終の抽出液の選択によってはピークがブロードになることがあります。そのような場合、抽出液の有機溶媒組成を下げることでピークがシャープにな

- ることがあります。
- 3) 生体試料の場合、除蛋白は必ず行ってください。
- 4) 粉末試料の場合、溶解液に溶解してください。

5. トラブル発生時の対策

- 1) I-3、I-4の注意事項をよくお読みになり、正しい使用方法をしているかどうかをご確認ください。

- 2) I-2の「理論段数の測定条件」およびII-7の「カラムの検定方法」を参照の上検定を行ってください。ピークの形状が正常で、カラムに添付された検定チャートの理論段数と比較して低下していない場合は、トラブルの原因はカラム以外であると考えられます。

- 3) カラム圧が上昇した場合、カラムを逆向きに接続して溶解液を流すと、回復できることがあります。

- 4) 2) でピークの形状に異常があったり、理論段数が低下している場合、カラム中の充てん剤に溶解液や試料中の不純物が吸着したことが原因であることがあります。そのような場合、アセトトリルまたはメタノールを DE-213 の場合は 0.1ml/min. で 10ml、DE-413、DE-413L の場合は 0.5ml/min. で 50ml 流すことにより再生されることがあります。その場合、I-3-2-3) の「溶媒置換について」の注意を遵守してください。

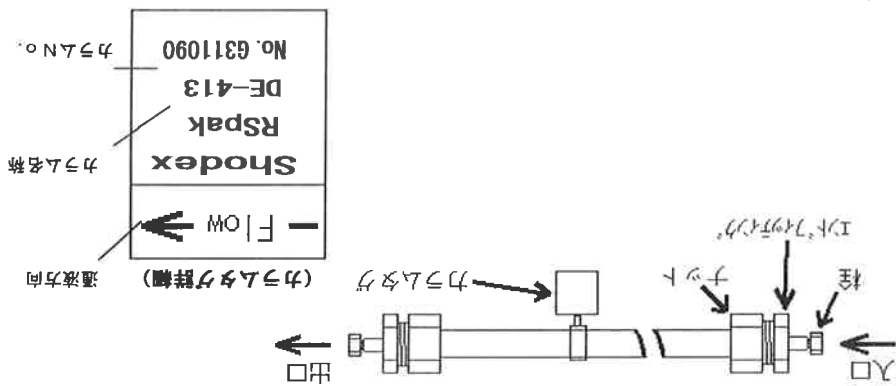
6. 保管時のカラム封入溶媒

- カラム内の液を十分に脱気した 50%アセトトリル水溶液に置換したのちに保存してください。この際も、I-3-2-3)「溶媒置換について」の注意に従ってください。その他、一般的なカラムの保存方法については、II-3「カラムの取り外しと保存」の項をご参照ください。

- 短期的（数日から数週間）に保存する場合、そのとき使用している有機溶媒比率で塩を含まない液に置換して保存できます。塩を含む溶解液で保存することは、カラム性能の劣化につながりやすいので、毎日分析を継続しない限り分析終了後に塩を含まない液に置換してください。

II. Shodex カラム取扱上の一般的注意事項

1. カラム各部の名称



2. カラムの取り付け

1) カラムを液体クロマトグラフに取り付ける前に、装置内を使用する溶離液で完全に置き換えて、管路内の空気を完全に押し出してください。

注意

装置内の液と、使用する溶離液とが溶け合わない場合は、両方に溶ける液を中間で使用してください。例えば、水からクロホルムに置換する場合は、その逆も同じ、中間でアセトンを使用するとうまく置換できます。

塩を含んだ液を、有機溶媒を含んだ液に置換する場合には、中間で純水、アセトンの順に置換します。逆に、有機溶媒から塩を含んだ液に置換する場合は、アセトン、水の順で置換します。

ポンプだけでなく、溶離液が流れる全ての管路の液置換を行ってください。例えば、試料の注入にサンプリングを使用する場合は、ルーア内の液置換も行ってください。また、圧力計やタンパ等の分岐配管がある場合は、一旦取り外して、溶離液で洗浄した後、再度取り付けてください。

2) カラムの保存方法が不適切だった場合や、長期間使用しなかった場合には、カラム内に空気が残っていることがあります。このような場合は、カラムから完全に空気を追い出して

ください。

3) カラムは納入時に入っていた箱の中に入れて、温度変化の少ないところ(恒温室が最適)に保存してください。

参考

室温というのは、厳密には、カラムの保管を行う場所の室温をいいます。

注意

カラム納入時に封入されていた液と溶離液とが異なる場合は、当初の液に置換した後、カラムを取り外してください。

1) カラムを加熱して使用している場合は、流量を DE-213 では 0.05mL/min、DE-413 と DE-413L の場合は 0.2mL/min に下げた後、この流量で送液を続けながら徐々に室温まで温度を下げてください。
2) カラムが室温になった後、ポンプを止めてカラムを装置から取り外し、両端の栓をしてください。

3. カラムの取り外しと保存

3) ポンプを起動させた状態で、カラムを装置に接続します。溶離液がフローマークの矢印の方向に流れるようにカラムを接続してください。
4) カラムを加熱して使用する場合は、DE-213 では 0.05mL/min、DE-413 と DE-413L の場合は 0.2mL/min 程度の低流量で送液しながら、所定の温度まで加熱してください。所定の温度になったら、徐々に流量を測定流量まで上げてください。
5) カラムによっては、安定時間が必要なため、装置に接続後すぐに測定を行った場合、最初の測定時は良い結果の得られないことがあります。

参考

カラムの入口側の栓を開き、カラムを加熱して(一般的には、手のひらで暖める程度で充分です)、液があふれ出た後装置に接続します。その後出口側の栓を外してポンプで送液し出口側から液が出るのを確認後、装置に接続、または次のカラムを接続すれば完全に空気を除くことができます。

注意

急激な加熱をしたり、最高使用可能温度を越える加熱をしたりしないようご注意ください。

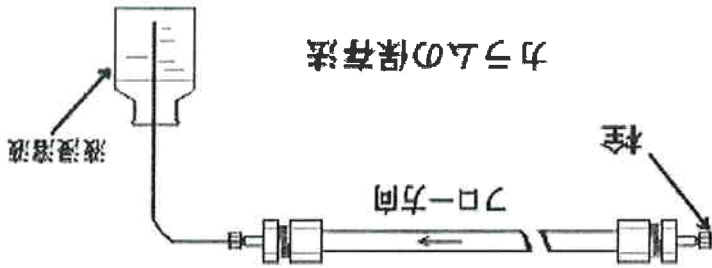
注意

析出しやすい塩水溶液、腐食性のある溶液を溶離液に使用した場合、1日以内の保存の場合以外は、溶離液を純水に置換して保存してください。

5) 3日間以内に、再びカラムを使用する場合は、カラムを装置に取り付けたままにしていても差し支えありません。

参考

液浸保正中、1ヶ月に1回程度カラム中の溶媒を新しい溶媒で置換することによりカラムの性能を更に長く保つことができます。



4) カラムを長期間保存する場合は、液浸保正することをおすすめいたします。この場合、カラムの出口側を装置から外し、外径 1/16 インチ、内径 0.8mm、長さ 50cm のフロンテューブを接続します。次にフロンテューブの先端から溶離液が流出したらフロンテューブを止め、フロンテューブの先端を、液浸用の液を 80mL 入れた 100mL のビュに浸し、カラムの入口側を装置から外し、栓をして温度変化の少ないところに保存してください。

1) 溶解液は、コミヤ不溶解物質を取り除くため、 $0.45\mu\text{m}$ のメンブレンフィルタでろ過してください。

2) 溶解液は、十分に脱気したものを使用ください。溶解液に超音波をかけてアスピレータで減圧にして脱気します。溶解液の脱気が悪い状態でR1検出器等を使用すると、安定したヘーヌライクが得られないことがあります。溶存方ア除去装置をご利用いただく

6. 溶解液

3) 固相抽出用の前処理フィルタのご使用も試料の前処理に効果的です。

2) 試料は、不溶解物質を取り除くため、 $0.45\mu\text{m}$ のメンブレンフィルタでろ過してください。このためにライスボア-サルフィルタユニットのご使用をおすすめいたします。

1) 試料は、不溶解物質を取り除くため、 $0.45\mu\text{m}$ のメンブレンフィルタでろ過してください。ただし、溶解液に溶解しない試料はカラムに注入しないでください。煤添加量などを溶解液に合わせてください。特に、試料注入量が多い場合に重要な溶解液に溶解することができない場合は、できる限り試料液の塩濃度、 pH 、有機溶剤濃度を調整してください。初期の溶解液に溶解します。

グラジエントをもちいる場合は、初期の溶解液に溶解します。

不安定な溶解液の場合は、注入の直前に溶媒タンクから抜き取った溶解液に溶解してください。特に、示差屈折計を検出器として用いる場合、フロンクビークを小さくするために重要です。

参考

1) 一般的に、試料は使用する溶解液に溶解します。

5. 試料の前処理

2) ガードカラムは、試料の性状、注入量に応じて定期的に変換してください。

ガードカラムは、分析カラムの性能を長く保つ目的のものであり、分離能の向上を目的としたものではありません。

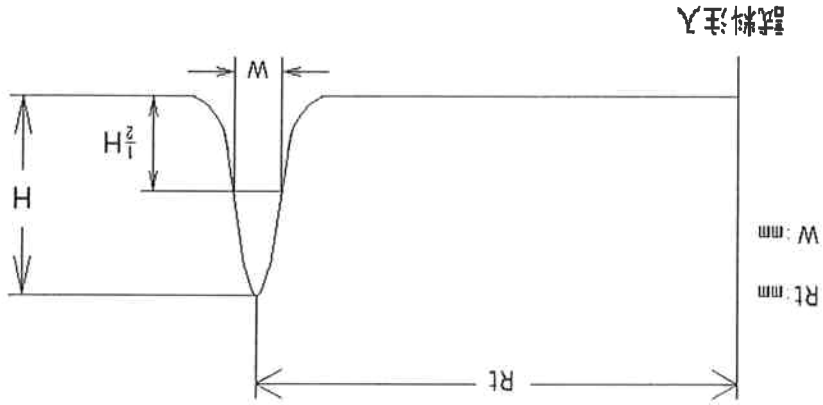
参考

ガードカラムは、分析カラムの性能を長く保つ目的のものであり、分離能の向上を目的としたものではありません。

1) 試料中に充てん剤に吸着し易い物質を含む場合や、汚れた試料を扱う場合は、カラムの性能が急激に劣化することがあります。このような場合には、ガードカラムの御使用をおすすめいたします。

4. ガードカラム使用のすすめ

理論段数の測定条件については、1-2. カラムの仕様を示しております。
 チャート速度は 1.5~2.0 cm/min. 程度が適当です。チャート上でピークの高さが約 10cm 程
 度になるように調整してください。



理論段数計算式 (半値幅法) : $N = 5.54 (R_t/W)^2$
 N : 理論段数 R_t : 保持時間 W : 半値幅

出荷時に、カラムに添付されている検定チャートの理論段数は、次の式により求められて
 います。

7. カラムの検定方法

特に、カラムを加熱して使用する場合は、カラム内部およびカラム出口での気泡発生を
 防ぐため脱気が重要となります。

注意

と脱気の手間が省けて便利です。

8. カラムの廃棄方法

カラムを廃棄する場合は、カラムから内容物（ゲルおよび封入溶媒）を抜き取り、内容物は焼却炉で焼却し、空のカラムは、金属もしくは廃プラスチックとして廃棄してください。

9. その他の注意事項

注意

カラムに衝撃を与えますと、充填剤の充填状態が乱れて、性能が劣化することがあります。高所からカラムを落としたりすることのないようご注意ください。カラムを曲げたりしないでください。

カラムのエンドフュエルを開けると性能が劣化します。絶対に開けないでください。

ポンプ始動時や使用中の急激な圧力や流速の変化は避けてください。カラムの性能を長く保つためには、ゲルパックまたはポンプまたは脈動のないポンプをご使用ください。

ステンレスカラムの変形の恐れがありますので 20.0 MPa 以上で使用しないでください。

10. カラムの保証について（日本国内において適用）

1) 性能保証

取扱説明書に従ってご使用いただいた場合、本製品が同封の検査成績書 (Certificate of Analysis) に記載された性能に合致していることを保証いたします。本製品につきましては、その他の保証は一切いたしかねます。販売店や特約店が行います性能、品質等の説明に関する事項は、保証事項とはいたしかねます。また、お客様が意図されていず用途に本製品が適合しているか否かは、お客様の責任にて、ご判断いただくようお願いいたします。

2) 交換

取扱説明書に従ってご使用いただいたにもかかわらず、万一、検査成績書に記載された規格値に合致しない場合には、お客様の検収日から起算して 10 日間以内に販売店や特約店または明光通商 (株) にご連絡ください。良品と交換させていただきます。10 日を超えた場合は、良品との交換はご容赦ください。当社の責任は以上の範囲に限定させていただきます。如何なる場合にも、逸失利益等の消極的損害、間接的損害、派生的損害の賠償には応じかねます。

3) 保証除外項目

以下の場合には、上記保証期間 (10 日間) 以内であっても保証の対象外といたします。

①本製品が取扱説明書に適合しない方法で使用された場合。

②当社もしくはは当社の指定する保守サービス会社以外の者により、本製品のエン

ドポイントを外す等の改造が行われた場合。

③本製品が廃棄された場合。

④本製品が、当社に事前の通知なく、転売された場合。

⑤本製品を日本国外で使用した場合。

⑥本製品を日本国外に持ち出した場合。

⑦検査成績書に記載された性能に達しない理由が、以下の原因による場合。

(a) コンピュータウイルス

(b) お客様が使用される試料、試薬、ガス、エア、冷却水に混入する不純物

(c) 本製品と組み合わせて使用される装置、器具、部品等の故障、動作不良等

(d) 火災、地震、洪水、その他の天災地災、犯罪、暴動、テロ行為、戦争、

放射能汚染などの不可抗力

また、本製品の使用に伴う労働災害、事故等につきましても、責任を負いかねます。

4) 分析結果および分取物

本製品を使用して得られた分析結果および分取物は、本製品の保証の対象ではありません。

分析結果および分取物につきましては、その信頼性、有効性、安全性等一切保証しません。

5) 用途の範囲

本製品は試験・研究用のみ使用するものです。臨床診断等、その他の用途には使用するこ

とできません。試験、研究用以外での使用による事故については、当社は一切の責任を負

いません。