

超臨界流体クロマトグラフ用 分析カラム

Packed Columns for Supercritical Fluid Chromatograph

Shim-pack UC シリーズ

CoreFocus



高速・高分離を実現するShim-pack™ UCシリーズ

さまざまな種類の固定相をラインアップしたShim-pack UCシリーズを用いることで、超臨界流体クロマトグラフィー（SFC）の特長を生かして多様な化合物の分離に対応することが可能です。

20種類の充填剤と目的に応じて選択できる粒子径やカラムサイズをラインアップしています。

■ SFCの特長

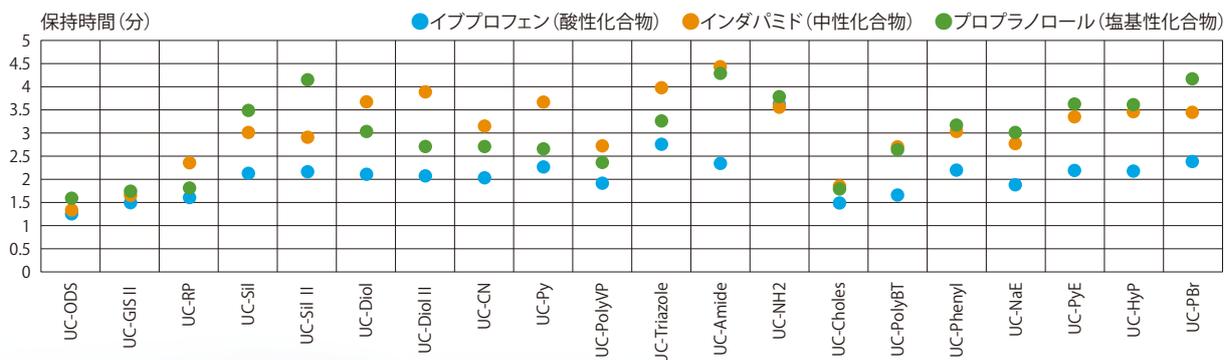
- SFCは、高速液体クロマトグラフィー（HPLC）と比較して移動相の拡散性が高いため、固定相の種類によって分離挙動が大きく変化します。
- 高流速でも分離を損わず、分析時間を短縮できるのでHPLCでは高速化に限界のあった分析条件をさらに高速化することができます。
- 超臨界流体二酸化炭素は、低粘性・高拡散性であるため、HPLCに比べて充填剤表面あるいは細孔まで浸透しやすいと言われています。固定相との相互作用を促し、異性体の分離を改善できる可能性があります。

	官能基		官能基
Shim-pack UC-ODS	オクタデシル基	Shim-pack UC-Amide*	カルバモイル基
Shim-pack UC-GIS II*	オクタデシル基	Shim-pack UC-NH2*	アミノプロピル基
Shim-pack UC-RP*	オクタデシル+極性官能基	Shim-pack UC-Choles	コレステリル基
Shim-pack UC-Sil*	—	Shim-pack UC-PolyBT	ポリブチレンテレフタートをシリカゲル担体にコーティング
Shim-pack UC-Sil II	—	Shim-pack UC-Phenyl*	フェニル基
Shim-pack UC-Diol*	ジオール基	Shim-pack UC-NaE	ナフチルエチル基
Shim-pack UC-Diol II	ジオール基	Shim-pack UC-PyE	ピレニルエチル基
Shim-pack UC-CN*	シアノプロピル基	Shim-pack UC-HyP	3-ヒドロキシフェニル基
Shim-pack UC-Py	ピリジニル基	Shim-pack UC-PBr	ペンタブロモベンジル基
Shim-pack UC-PolyVP	ポリ(4-ビニルピリジン)基		
Shim-pack UC-Triazole	トリアゾール基		

*カラムサイズは、内径2.1 mm、4.6 mmのみ

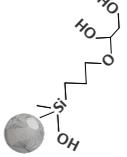
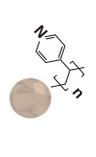
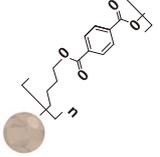
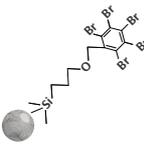
■ 各カラムの保持挙動

超臨界流体二酸化炭素がヘキサンと同程度の疎水性を有しているため、SFCの主な分離挙動は順相モードであると一般に言われています。さらに、選択する固定相により、HPLC同様に静電的相互作用や π - π 相互作用などの別の相互作用も働きます。極性が中程度の化合物であれば、20種類のすべてのカラムをお使いいただけます。下図に示した典型的な酸性・中性・塩基性化合物を使った分析においては、固定相の種類によって保持挙動が大きく変化していることが分かります。分析対象化合物との相互作用が期待できる固定相を選択すると、保持を強くすることができます。

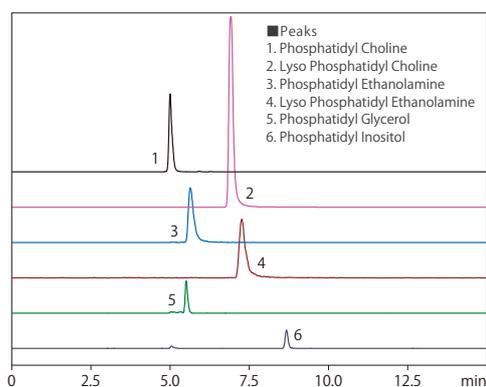


■ SFCカラムの選び方

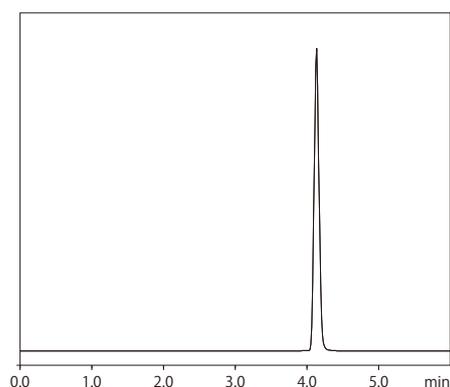
SFCの主な分離モードが順相であるため、順相系のUC-Diol/UC-Diol II がファーストチョイスとして広く使われています。エチルピリジン系カラムと類似した挙動を持つUC-Pyがそれに続きます。HPLCでは逆相分析と順相分析で、それぞれ使用する移動相が水系と非水系というように組成が大きく異なります。一方、SFCでは固定相によらず、移動相は超臨界流体二酸化炭素とモディファイアー(メタノールのような有機溶媒)の混合液であるため、同一の移動相組成ですべてのカラムを連続して分析することができます。分離選択性の異なる「6本カラムセット」を用いたカラムスクリーニングが有効です。

		6本カラムセット					
		UC-ODS	UC-Sil II	UC-Diol II	UC-PolyVP	UC-PolyBT	UC-PBr
Chemistry							
Features		分離モードは逆相系。疎水性作用により保持。	塩基性化合物の保持・立体構造の認識に優れる。	分離モードは順相系。非特異的相互作用を抑制。	酸塩基無添加条件でも良好なピーク形状を発揮。	π - π 相互作用により、芳香族化合物の認識性に優れる。	ODSでは保持が小さい化合物の分離を改善。

UC-Diol/UC-Diol II は汎用性が高く、リン脂質のような脂質類から極性化合物であるペプチドまで様々な化合物の分析にお使いいただけます。一方、リン脂質を分子種別に分離する場合は同様のモディファイアー条件においてODS基を固定相とするShim-pack UC-ODSやShim-pack UC-GIS II などを用いる必要があります。

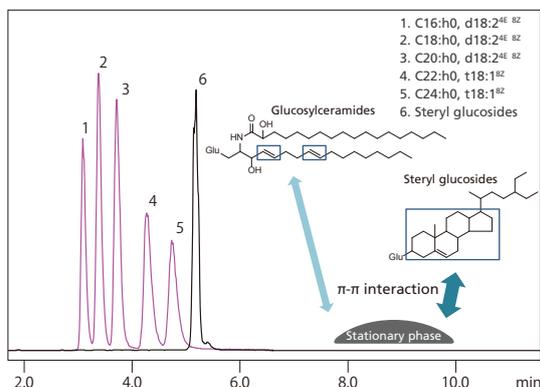


リン脂質の分析 (UC-Diol/UC-Diol II)

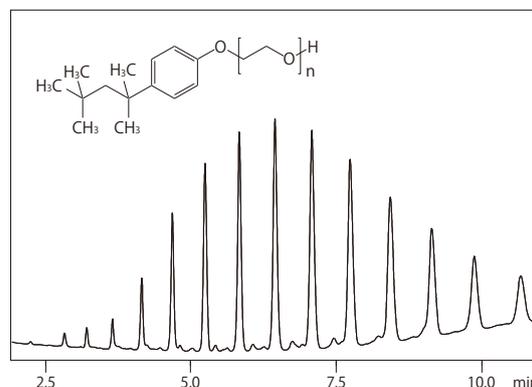


ペプチド (Cyclosporin A) の分析

異性体やHPLCで分離が難しい化合物を、SFCで分離できる可能性があります。特異的または複数の相互作用が働くカラムは、分離改善に貢献します。平面認識能が高いUC-PolyBTやBrとの分散力が働くUC-PBrが有力です。



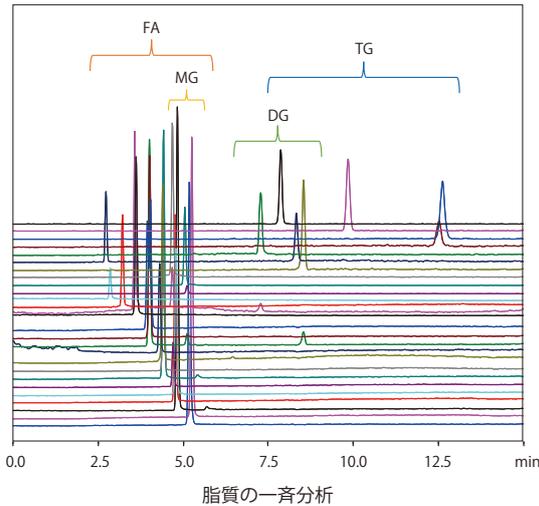
グルコシルセラミドとステリルグルコシドの分離 (UC-PolyBT)



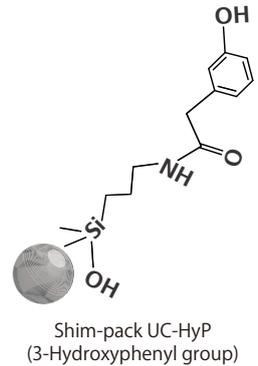
界面活性剤Triton X-100の分離 (UC-PBr)

低極性から高極性まで分析可能範囲の拡大

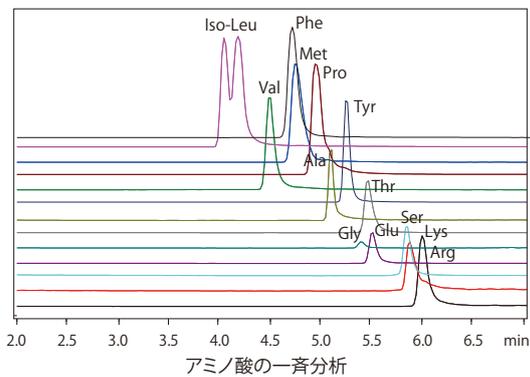
■ 一度の分析で、脂肪酸からトリグリセリドまで同時分析 (UC-HyP)



一般には、脂肪酸の分析にはGC、グリセリドの分析にはHPLCというように、異なる分離手法が用いられます。超臨界流体二酸化炭素がヘキサンと同程度の極性を有することから、SFCは低極性化合物の分析に適しています。UC-HyPを用いることで、脂肪酸からグリセリドまで一斉分析が可能です。



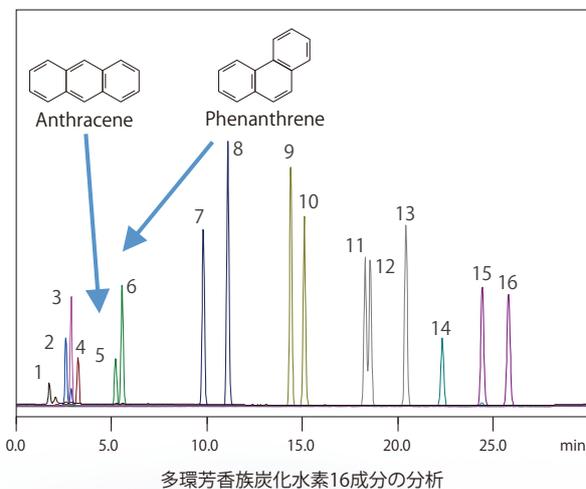
■ アミノ酸などの極性の高い化合物の分析 (UC-Amide)



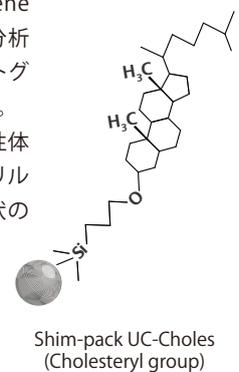
アミノ酸のような高極性化合物についても、適切な固定相とモディファイアーを選択することにより分析することが可能です。UC-Amideを用いるとアミノ酸を誘導体化なしに分析でき、誘導体化の手間を省くことができます。

異性体やHPLCで分離困難な化合物の分離に威力を発揮

■ 多環芳香族炭化水素 (PAH) の異性体分離 (UC-Choles)



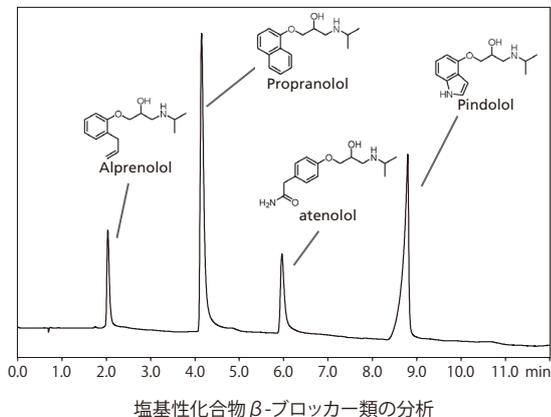
PAHは、AnthraceneとPhenanthreneのような異性体を複数含み、質量分析計では分離できないため、クロマトグラフィーで分離する必要があります。UC-Cholesを使用すると、5組の異性体をすべて分離できます。コレステリル基の剛直な固定相構造が分子形状の認識に寄与すると考えられます。



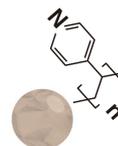
- Peaks
- | | |
|-------------------|----------------------------|
| 1. Naphthalene | 9. Benzo(a)anthracene |
| 2. Acenaphthylene | 10. Chrysene |
| 3. Acenaphthene | 11. Benzo(k)fluoranthene |
| 4. Fluorene | 12. Benzo(b)fluoranthene |
| 5. Anthracene | 13. Benzo(a)pyrene |
| 6. Phenanthrene | 14. Dibenzo(a,h)anthracene |
| 7. Fluoranthene | 15. Indeno(1,2,3-cd)pyrene |
| 8. Pyrene | 16. Benzo(g,h,i)perylene |

酸塩基無添加条件でも良好なピーク形状を発揮

酸などの酸や、アミン類などの塩基の添加により、対象成分のイオン化の抑制または固定相の副次的な官能基のマスキングにより、ピーク形状の改善効果が得られます。一方で、分取の際は、分画したものの利用目的によっては添加剤を使用しない方が望ましいことがあります。Poly(4-Vinylpyridine)をシリカゲル担体に結合したUC-PolyVPは、酸・塩基無添加条件でも良好なピーク形状を得ることができます。



塩基性化合物β-ブロッカー類の分析において、塩を添加しない条件でもシャープなピーク形状が得られています。極性のあるシリカゲル表面に広がっているPoly(4-Vinylpyridine)が、残存シラノールと塩基性化合物間の相互作用の低減に寄与していると考えられます。



Shim-pack UC-PolyVP
(Poly(4-Vinylpyridine) group)

1本のカラムでSFCからオンラインSFE-SFCまで対応

Shim-pack UCシリーズは、抽出から分析までを自動化したオンラインSFE-SFCにもお使いいただけます。抽出から分離、検出まで自動化したトマトペーストの分析では、前処理はわずか5分で完了し、以降の抽出・分析操作は装置が自動で行います。

手動前処理

… 分析開始までに**60分間**の操作が必要

60分



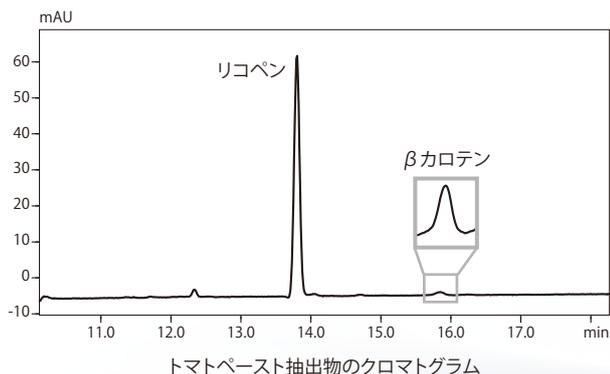
Nexera™ UC

… わずか**5分間**の操作で分析開始

5分



大幅短縮

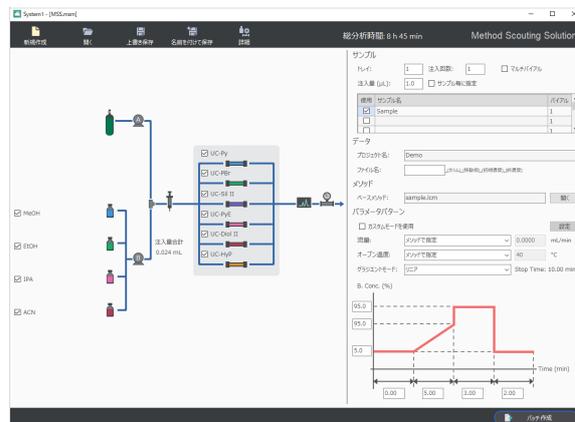


オクタデシルシリル基を固定相とするUC-ODSを用い、トマトペーストを超臨界流体抽出後に、オンラインで超臨界流体クロマトグラフィーを用いて分離・検出しました。トマトペースト製品パッケージに表記されているリコペンが抽出できていることを確認しました。フラクションコレクター接続により分取も可能です。

メソッド検索による分離条件の最適化と分取サイズへのスケールアップ

高純度に分取するには対象ピーク同士を十分に分離する必要があります。網羅的に条件を検討して、分離条件の最適化(メソッドスカウティング)を行うことが重要です。

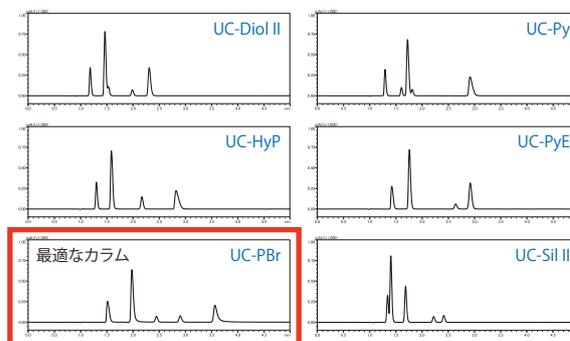
Nexera UCキラルスクリーニングシステムと専用ソフトウェア Method Scouting Solutionを用いることで、メソッドスカウティングを迅速かつ確に行うことができます(Step1)。最適なカラムが見つければ、同じ固定相の分取カラムを用いてスケールアップすることで、分離性能を保ったままサンプル負荷量を上げることができます(Step2)。



Method Scouting Solution Ver. 2

Step1 分析スケールでのメソッドスカウティング

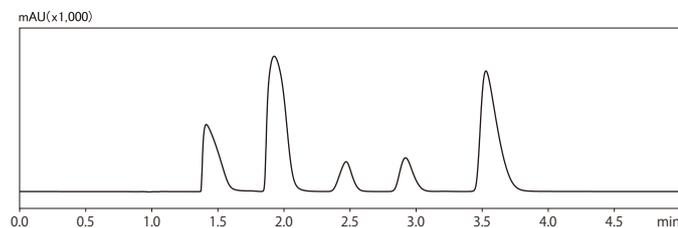
専用ソフトウェアが自動生成するバッチテーブルを実行するだけで、初めての方でもスムーズにメソッドスカウティングを行えます。複数のモディファイア・カラムを用いる場合も自動で切り換えて昼夜連続の実行が可能です。分離条件の評価にはデータブラウザーに複数のデータを並べて視覚的に確認する方法とマルチデータレポートを活用して各データの分離度をスコアリングする方法があります。



Step2 分析カラムから分取カラムへのスケールアップ

Shim-pack UCシリーズカラムを用いることで、分離性能を保ったまま負荷量を上げることが可能となります。Step1にて最適な結果が得られた分取カラムを用い、分画したい量に応じて、カラムサイズ、流量や注入量のスケールアップを行います。

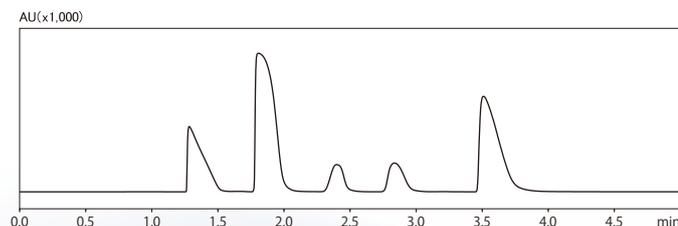
内径4.6 mmカラム (Nexera UC)



カラム : Shim-pack UC-PBr 4.6×250 mm
 流量 : 3.0 mL/min
 注入量 : 20 μ L
分画量 : 10 mg



内径20 mmカラム (Nexera UC Prep)



カラム : Shim-pack UC-PBr 20×250 mm
 流量 : 56.7 mL/min
 注入量 : 500 μ L
分画量 : 250 mg

豊富な固定相ラインアップにより、さまざまな分析ニーズにも臨機応変に対応することができ、分析業務を強力にサポートします。カラムサイズ、粒子径を幅広く取り揃えていますので、汎用分析から高速高分離分析まで目的に合わせてお選びいただけます。

	内径×長さ(mm)	3 μm	5 μm		内径×長さ(mm)	3 μm	5 μm
Shim-pack UC-ODS	2.1×150	227-32608-21	-	Shim-pack UC-PolyVP	2.1×50	227-32506-01	-
	3.0×50	227-32608-22	-		2.1×100	227-32506-02	-
	3.0×100	227-32608-23	-		2.1×150	227-32506-03	-
	3.0×150	227-32608-24	-		3.0×50	227-32507-01	-
	4.6×250	-	227-32608-25		3.0×100	227-32507-02	-
	10×50	-	227-32608-30		3.0×150	227-32507-03	-
	10×250	-	227-32608-26		4.6×50	227-32508-01	-
	20×50	-	227-32608-31		4.6×100	227-32508-02	-
Shim-pack UC-GIS II	20×250	-	227-32608-27	4.6×150	227-32508-03	-	
	28×250	-	227-32608-28	4.6×250	227-32508-04	-	
	2.1×150	227-30404-05	227-30406-05	4.6×150	-	227-32509-01	
	2.1×250	227-30404-06	227-30406-06	4.6×250	-	227-32509-02	
Shim-pack UC-RP	4.6×150	227-30405-05	227-30407-05	10×250	-	227-32510-01	
	4.6×250	227-30405-06	227-30407-06	20×250	-	227-32511-01	
	2.1×150	227-30400-05	227-30402-05	Shim-pack UC-Triazole	2.1×150	227-32605-21	-
	2.1×250	227-30400-06	227-30402-06		3.0×50	227-32605-27	-
4.6×150	227-30401-05	227-30403-05	3.0×100		227-32605-28	-	
4.6×250	227-30401-06	227-30403-06	3.0×150		227-32605-29	-	
Shim-pack UC-Sil	2.1×150	227-30412-05	227-30414-05		4.6×250	-	227-32605-22
	2.1×250	227-30412-06	227-30414-06		10×50	-	227-32605-30
	4.6×150	227-30413-05	227-30415-05		10×250	-	227-32605-23
	4.6×250	227-30413-06	227-30415-06		20×50	-	227-32605-31
Shim-pack UC-Sil II	2.1×150	227-32607-21	-	20×250	-	227-32605-24	
	3.0×50	227-32607-27	-	28×250	-	227-32605-25	
	3.0×100	227-32607-28	-	Shim-pack UC-Amide	2.1×150	227-30416-05	227-30418-05
	3.0×150	227-32607-29	-		2.1×250	227-30416-06	227-30418-06
	4.6×250	-	227-32607-22		4.6×150	227-30417-05	227-30419-05
	10×50	-	227-32607-30		4.6×250	227-30417-06	227-30419-06
	10×250	-	227-32607-23	Shim-pack UC-NH ₂	2.1×150	227-30420-05	227-30422-05
	20×50	-	227-32607-31		2.1×250	227-30420-06	227-30422-06
20×250	-	227-32607-24	4.6×150		227-30421-05	227-30423-05	
28×250	-	227-32607-25	4.6×250		227-30421-06	227-30423-06	
Shim-pack UC-Diol	2.1×150	227-30408-05	227-30410-05	Shim-pack UC-Choles	2.1×150	227-32603-21	-
	2.1×250	227-30408-06	227-30410-06		3.0×50	227-32603-27	-
	4.6×150	227-30409-05	227-30411-05		3.0×100	227-32603-28	-
	4.6×250	227-30409-06	227-30411-06		3.0×150	227-32603-29	-
Shim-pack UC-Diol II	2.1×150	227-32606-21	-		4.6×250	-	227-32603-22
	3.0×50	227-32606-27	-		10×50	-	227-32603-30
	3.0×100	227-32606-28	-		10×250	-	227-32603-23
	3.0×150	227-32606-29	-		20×50	-	227-32603-31
	4.6×250	-	227-32606-22	20×250	-	227-32603-24	
	10×50	-	227-32606-30	28×250	-	227-32603-25	
	10×250	-	227-32606-23	Shim-pack UC-PolyBT	2.1×50	227-32500-01	-
	20×50	-	227-32606-31		2.1×100	227-32500-02	-
20×250	-	227-32606-24	2.1×150		227-32500-03	-	
28×250	-	227-32606-25	3.0×50		227-32501-01	-	
Shim-pack UC-CN	2.1×150	227-30428-05	227-30430-05		3.0×100	227-32501-02	-
	2.1×250	227-30428-06	227-30430-06		3.0×150	227-32501-03	-
	4.6×150	227-30429-05	227-30431-05		4.6×50	227-32502-01	-
	4.6×250	227-30429-06	227-30431-06		4.6×100	227-32502-02	-
Shim-pack UC-Py	2.1×150	227-32601-21	-	4.6×150	227-32502-03	-	
	3.0×50	227-32601-27	-	4.6×250	227-32502-04	-	
	3.0×100	227-32601-28	-	4.6×150	-	227-32503-01	
	3.0×150	227-32601-29	-	4.6×250	-	227-32503-02	
	4.6×250	-	227-32601-22	10×250	-	227-32504-01	
	10×50	-	227-32601-30	20×250	-	227-32505-01	
	10×250	-	227-32601-23	Shim-pack UC-Phenyl	2.1×150	227-30424-05	227-30426-05
	20×50	-	227-32601-31		2.1×250	227-30424-06	227-30426-06
20×250	-	227-32601-24	4.6×150		227-30425-05	227-30427-05	
28×250	-	227-32601-25	4.6×250		227-30425-06	227-30427-06	

	内径×長さ (mm)	3 μm	5 μm
Shim-pack UC-NaE	2.1×150	227-32609-21	-
	3.0×50	227-32609-22	-
	3.0×100	227-32609-23	-
	3.0×150	227-32609-24	-
	4.6×250	-	227-32609-25
	10×50	-	227-32609-30
	10×250	-	227-32609-26
	20×50	-	227-32609-31
	20×250	-	227-32609-27
	28×250	-	227-32609-28
Shim-pack UC-PyE	2.1×150	227-32604-21	-
	3.0×50	227-32604-27	-
	3.0×100	227-32604-28	-
	3.0×150	227-32604-29	-
	4.6×250	-	227-32604-22
	10×50	-	227-32604-30
	10×250	-	227-32604-23
	20×50	-	227-32604-31
	20×250	-	227-32604-24
	28×250	-	227-32604-25
Shim-pack UC-HyP	2.1×150	227-32600-21	-
	3.0×50	227-32600-27	-
	3.0×100	227-32600-28	-
	3.0×150	227-32600-29	-
	4.6×250	-	227-32600-22
	10×50	-	227-32600-30
	10×250	-	227-32600-23
	20×50	-	227-32600-31
	20×250	-	227-32600-24
	28×250	-	227-32600-25

	内径×長さ (mm)	3 μm	5 μm
Shim-pack UC-PBr	2.1×150	227-32602-21	-
	3.0×50	227-32602-27	-
	3.0×100	227-32602-28	-
	3.0×150	227-32602-29	-
	4.6×250	-	227-32602-22
	10×50	-	227-32602-30
	10×250	-	227-32602-23
	20×50	-	227-32602-31
	20×250	-	227-32602-24
	28×250	-	227-32602-25
Shim-pack UC-ODS (G)	10×20	-	227-32608-29
Shim-pack UC-Sil II (G)	10×20	-	227-32607-26
Shim-pack UC-Diol II (G)	10×20	-	227-32606-26
Shim-pack UC-Py (G)	10×20	-	227-32601-26
Shim-pack UC-Triazole (G)	10×20	-	227-32605-26
Shim-pack UC-Choles (G)	10×20	-	227-32603-26
Shim-pack UC-NaE (G)	10×20	-	227-32609-29
Shim-pack UC-PyE (G)	10×20	-	227-32604-26
Shim-pack UC-HyP (G)	10×20	-	227-32600-26
Shim-pack UC-PBr (G)	10×20	-	227-32602-26

カラム耐圧

・粒子径 3 μm : 50 MPa*

・粒子径 5 μm (内径 2.1~10 mm) : 30 MPa

・粒子径 5 μm (内径 20~28 mm) : 23 MPa

ただし、Shim-pack UC-PolyBT および Shim-pack UC-PolyVP はいずれの粒子径・カラム内径でもカラム耐圧は30 MPaです。

* KHK/JAIMA S 0901に適合するために、内径4.6 mmのカラムは35 MPa以下でご使用ください。

Shim-pack、CoreFocusおよびNexeraは、株式会社島津製作所またはその関係会社の日本およびその他の国における商標です。

本文書に記載されている会社名、製品名、サービスマークおよびロゴは、各社の商標および登録商標です。

なお、本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本製品は、医薬品医療機器法に基づく医療機器として承認・認証等を受けておりません。

治療診断目的およびその手続き上での使用はできません。

トラブル解消のため補修用部品・消耗品は純正部品をご採用ください。

外観および仕様は、改良のため予告なく変更することがありますのでご了承ください。

株式会社 島津製作所

分析計測事業部

604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1



東京支社 (官公庁担当) (03) 3219-5631	郡山営業所 (024) 939-3790	静岡支店 (054) 285-0124	四国支店 (087) 823-6623
(大学担当) (03) 3219-5616	つくば支店 (官公庁・大学担当) (029) 851-8511	名古屋支店 (官公庁・大学担当) (052) 565-7521	広島支店 (082) 236-9652
(会社担当) (03) 3219-5622	(会社担当) (029) 851-8515	(会社担当) (052) 565-7531	九州支店 (官公庁・大学担当) (092) 283-3332
関西支社 (官公庁・大学担当) (06) 6373-6541	北関東支店 (官公庁・大学担当) (048) 646-0095	京都支店 (官公庁・大学担当) (075) 823-1604	(会社担当) (092) 283-3334
(会社担当) (06) 6373-6556	(会社担当) (048) 646-0081	(会社担当) (075) 823-1603	
札幌支店 (011) 700-6605	横浜支店 (官公庁・大学担当) (045) 311-4106	神戸支店 (078) 331-9665	島津ホールセンター ☎ 0120-131691
東北支店 (022) 221-6231	(会社担当) (045) 311-4615	岡山営業所 (086) 221-2511	(操作・分析に関する相談窓口) IP電話等:(075) 813-1691