

塩基性化合物や酸性化合物の分離を目的とした新規LC、LC/MS用カラムの開発

株式会社島津ジーエルシー 事業企画部 研究開発課

概要

● Shim-pack Arata™ C18のご紹介

- Shim-pack Arata™ C18の開発経緯
- 酸性化合物・塩基性化合物を用いた評価
- 希薄酸性移動相条件におけるカラムの平衡化
- ペプチド分析における分離性能
- シリカゲル基材Lot違いによる再現性, 粒子径違いによるスケラビリティ

● Mastro2™ C18のご紹介

- Mastro™カラムの開発経緯
- 金属キレートの評価
- シリカゲル基材Lot違いによる再現性, 粒子径違いによるスケラビリティ

Shim-pack Arata™ C18の開発経緯

～一般的なODSカラムが抱えている課題～

1) 塩基性化合物のテーリング

塩基性化合物のテーリングを抑制したカラムでも、極性の高い塩基性化合物のリーディングや酸性化合物のテーリングによるピーク形状の悪化に遭遇することがある。

2) 希薄酸性移動相でカラムがなかなか平衡化しない

特に、LC/MSで多用されている0.1%ギ酸系移動相では、カラムの平衡化に十数時間を必要とする場合がある。平衡化に長時間要すると、保持時間の変動による最適分離の確保が困難となる場合が少なくない。

これらの課題を解決する為、Shim-pack Arata™ C18を開発

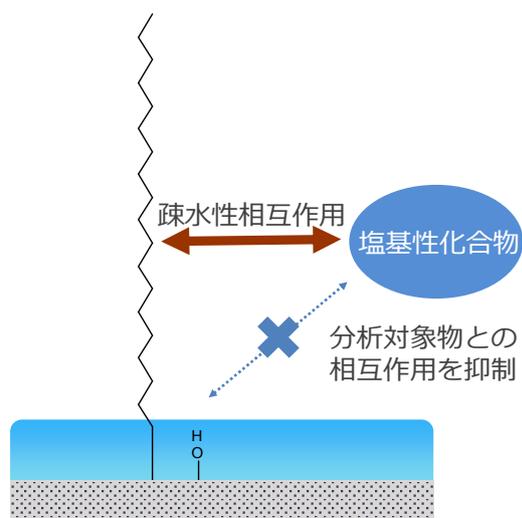
3

開発コンセプト

基材（シラノール）との相互作用により
塩基性化合物のピーク形状が悪化

基材との相互作用をマスキングする
設計を導入

塩基性化合物のピーク形状が向上



4

SHIMADZU

特長

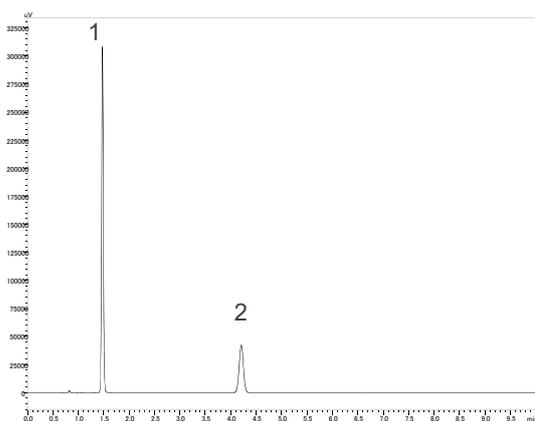
- 1) 希薄有機酸移動相における塩基性化合物及び酸性化合物の卓越したピーク形状
- 2) 迅速なカラムの平衡化（希薄酸移動相：ギ酸&リン酸）
- 3) ペプチドに対する良好な分離性能



SHIMADZU

比類ないピーク形状

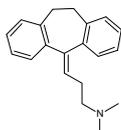
～塩基性化合物はもちろん酸性化合物にも～



Analytical Conditions

Column : Shim-pack Arata™ C18 (3.0 mm I.D. × 75 mm, 2.2 μm)
 Mobile Phase : 0.1% HCOOH in H₂O / CH₃CN = 70 / 30
 Flow Rate : 0.4 mL/min.
 Detection : UV at 254 nm
 Column Temp. : 40 °C
 Inj. Volume : 2 μL

	Compound	Asymmetry
1	Amitriptyline	1.01
2	Benzoic acid	1.00

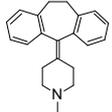
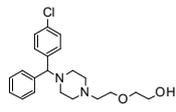
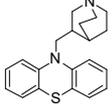
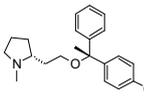
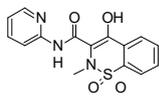
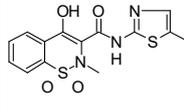
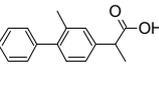
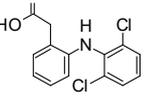
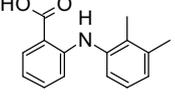


1. Amitriptyline

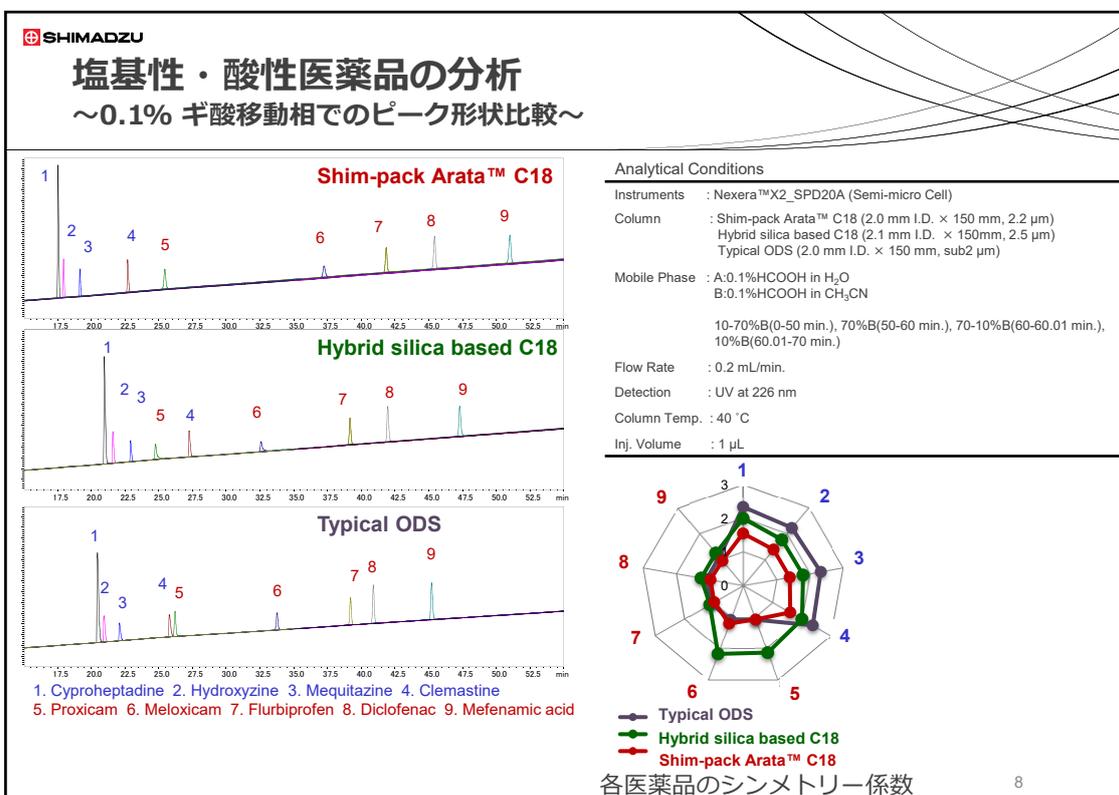


2. Benzoic acid

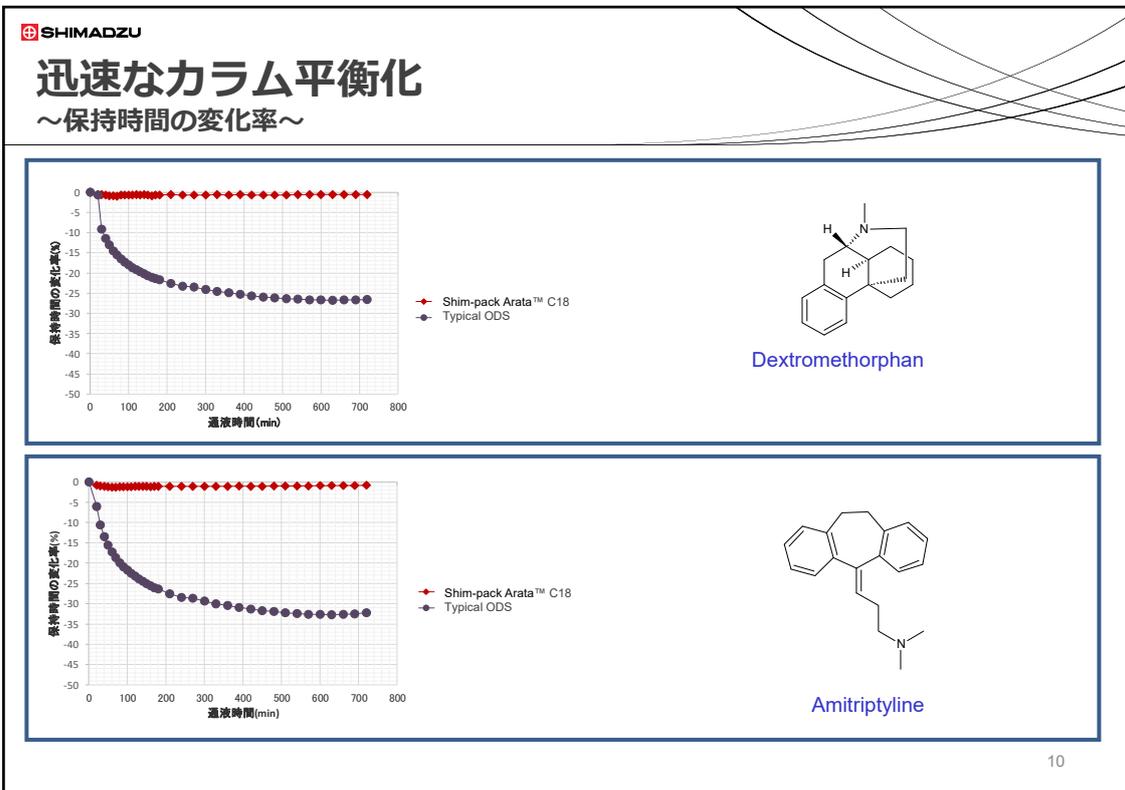
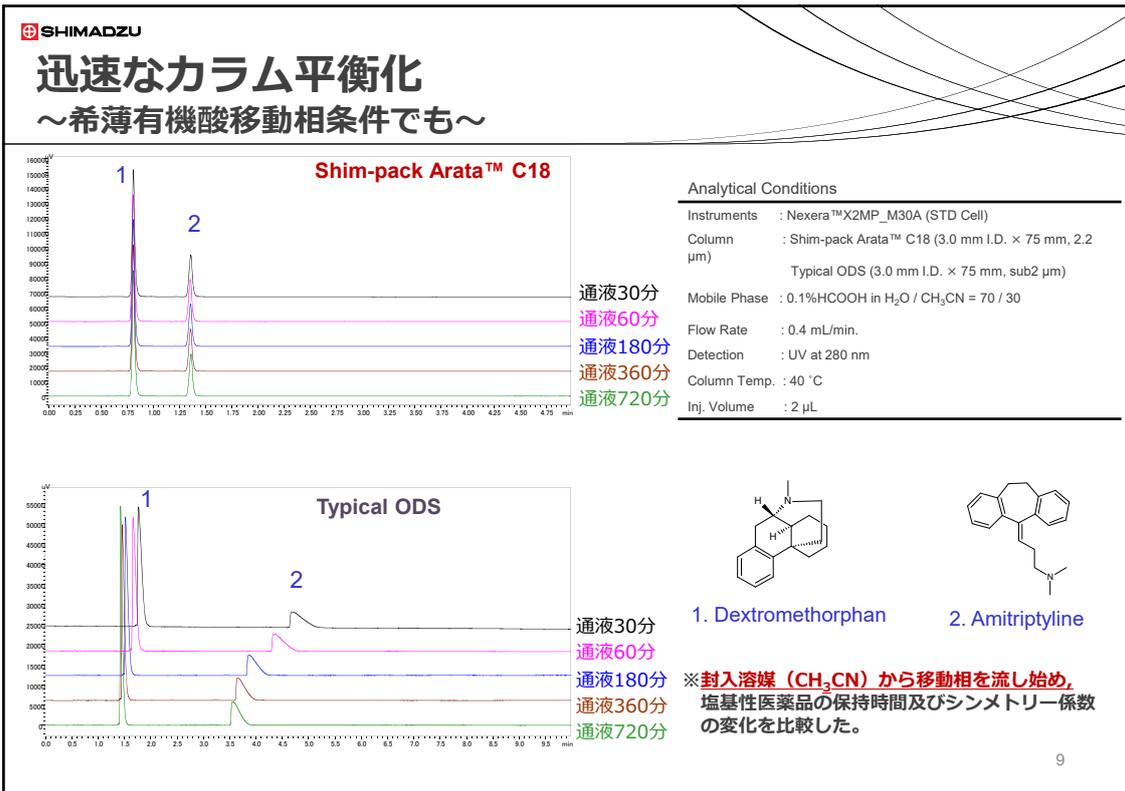
6

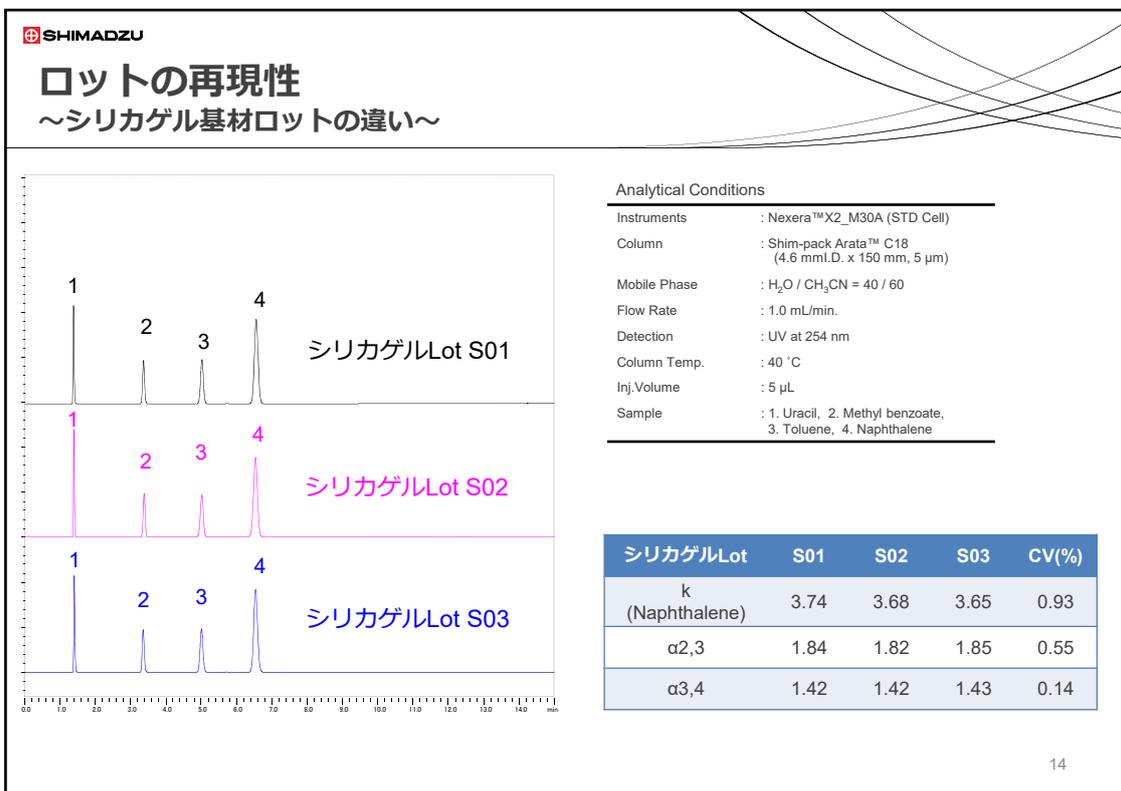
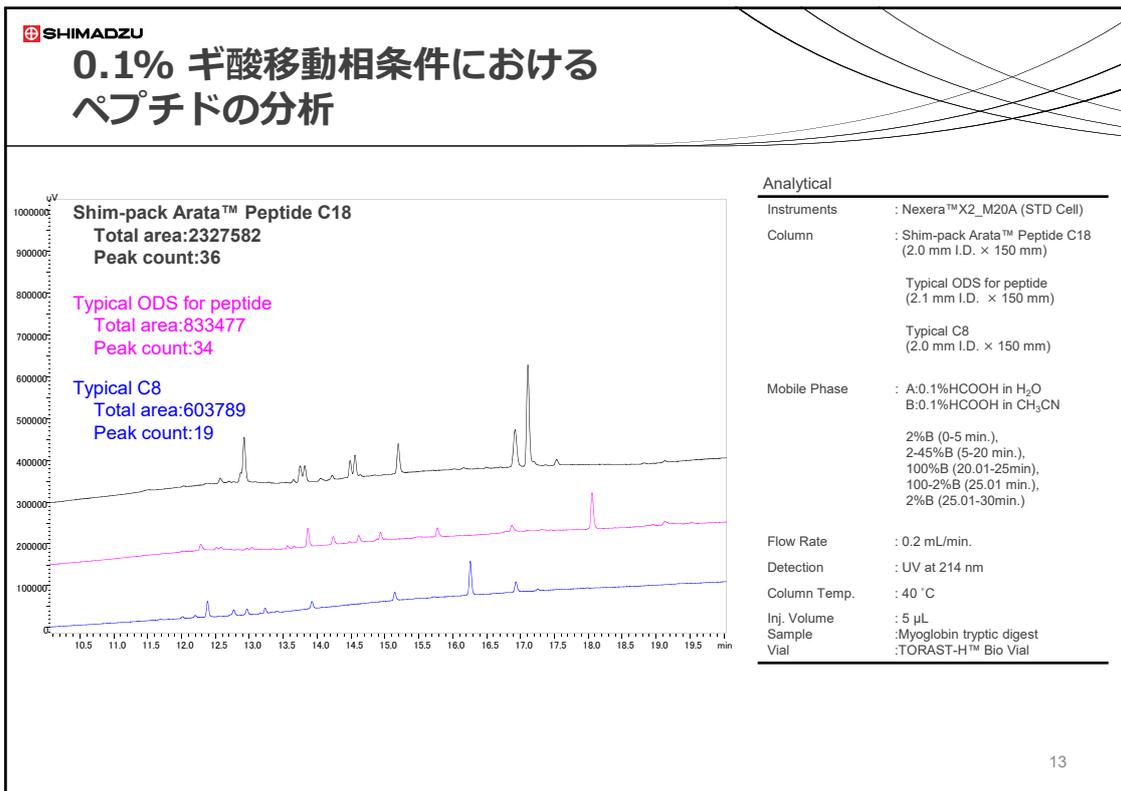
SHIMADZU					
酸性・塩基性医薬品の分析					
～分析種～					
塩基性医薬品					
No.	1	2	3	4	
化合物名	Cyproheptadine	Hydroxyzine	Mequitazine	Clemastine	
構造式					
酸性医薬品					
No.	5	6	7	8	9
化合物名	Piroxicam	Meloxicam	Flurbiprofen	Diclofenac	Mefenamic acid
構造式					

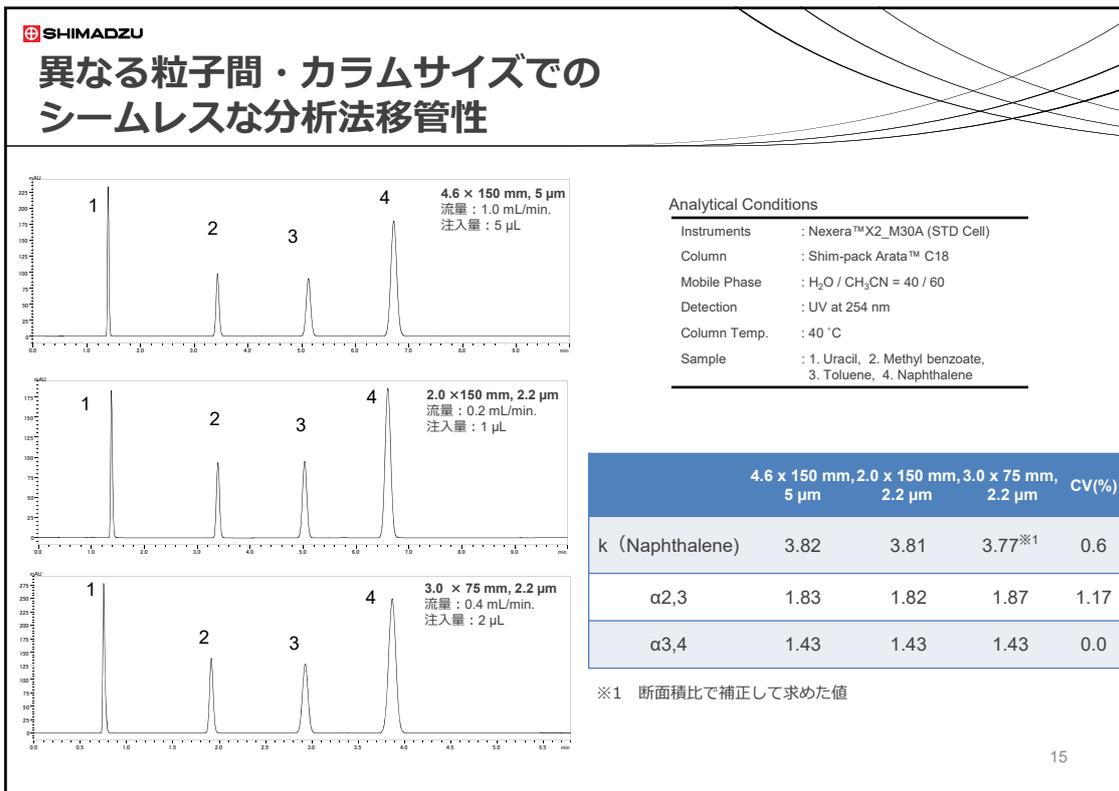
7



8







SHIMADZU

Shim-pack Arata™ C18

まとめ

1. 塩基性化合物の良好なピーク形状を得るだけでなく、酸性化合物も良好なピーク形状を確保できるHPLCカラムを新たに開発した。
2. 0.1%リン酸移動相の条件下で迅速な平衡化により、塩基性医薬品（アミトリプチリン）のみならず、微量の類縁物質も同様に、安定した保持挙動と分離性能を示した。
3. 0.1%ギ酸移動相の条件下におけるペプチドの分析において、充填剤への吸着抑制から高い回収率を得られることが示唆された。

16

概要

● Shim-pack Arata™ C18のご紹介

- Shim-pack Arata™ C18の開発経緯
- 酸性化合物・塩基性化合物を用いた評価
- 希薄酸性移動相条件におけるカラムの平衡化
- ペプチド分析における分離性能
- シリカゲル基材Lot違いによる再現性, 粒子径違いによるスケラビリティ

● Mastro2™ C18のご紹介

- Mastro™ カラムの開発経緯
- 金属キレートの評価
- シリカゲル基材Lot違いによる再現性, 粒子径違いによるスケラビリティ

17

Mastro™シリーズの開発経緯

～金属キレート化合物の分析における問題～

リン酸基含有化合物や金属キレートのある化合物は、分析を行う際にテーリング現象や吸着現象が起こる事が一般的に知られている。

この種の化合物は代謝物・薬物等に多く存在し、HPLCによる分析時には溶離液に塩やキレート剤を添加する事で吸着現象を軽減できる。しかしながら、これらの溶離液は質量分析計には使用できないものが多く、また、HPLCシステム流路に残存しゴーストピークの原因となる事も懸念される。

これらの吸着現象は、カラムを含めたHPLCシステム流路全体の金属部分が影響しており、根本的な改善が広く求められているところである。

我々はカラムボデーに着目し開発・検討を行なった。

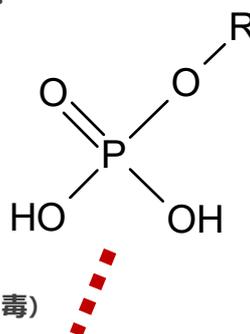
18

Mastro2™ カラムの開発経緯

1. Mastro2™ C18カラム(2.2 μm, 5 μm)の開発 (2018年発売)
2. Mastro2™ PFPカラムの開発 (2019年発売)
3. Mastro2™ C18カラム(3 μm)の開発 (2020年発売)

リン酸基含有化合物の金属キレートについて

- ヌクレオチド
ATP, ADP, AMP, GMP, UDP, CTPなど・・・
- 糖リン酸
- 代謝物
- 医薬品 (有効成分)
- カビ毒 (フモニシン等の金属キレート性カビ毒)



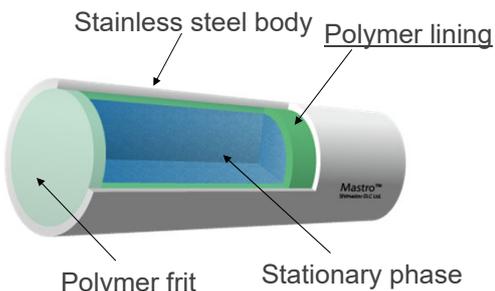
Mⁿ⁺ Mⁿ⁺ Mⁿ⁺ Mⁿ⁺ Mⁿ⁺ Mⁿ⁺ Mⁿ⁺ Metal

SHIMADZU

Mastro2™ C18カラムについて

注目点

1. 他社製品との違いとして接液部が全てPEEK樹脂パーツ
2. 高圧下でもPEEK樹脂パーツが変形しないよう設計
3. カラムボデー及び充填剤すべて日本製
4. 充填剤Lot間差が小さい
5. 粒子径2.2 μm, 3 μm, 5 μmのスケーラビリティー

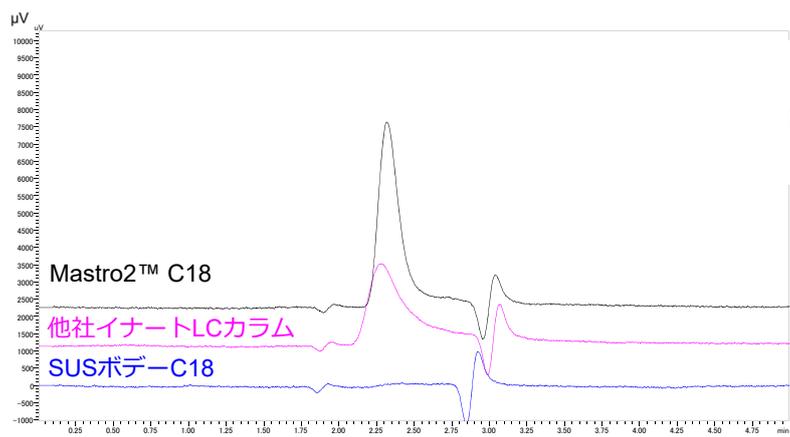
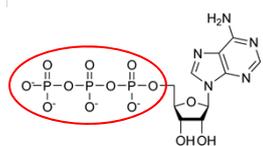



21

SHIMADZU

金属キレートの評価

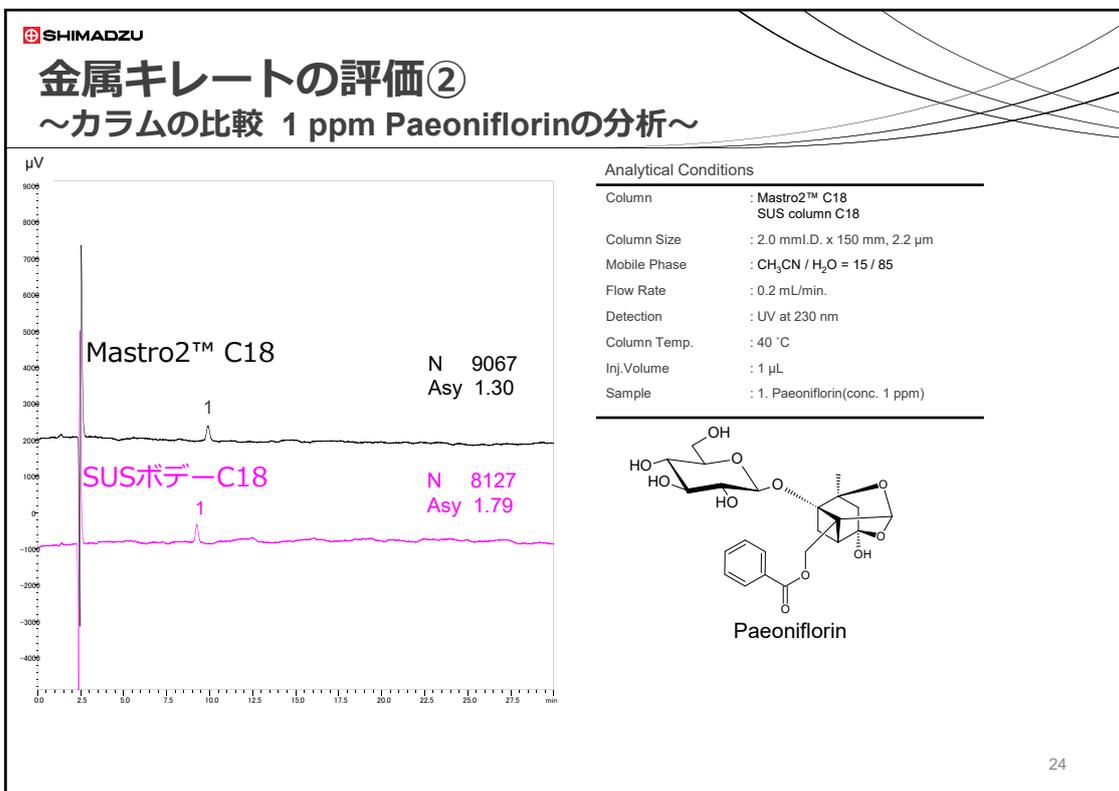
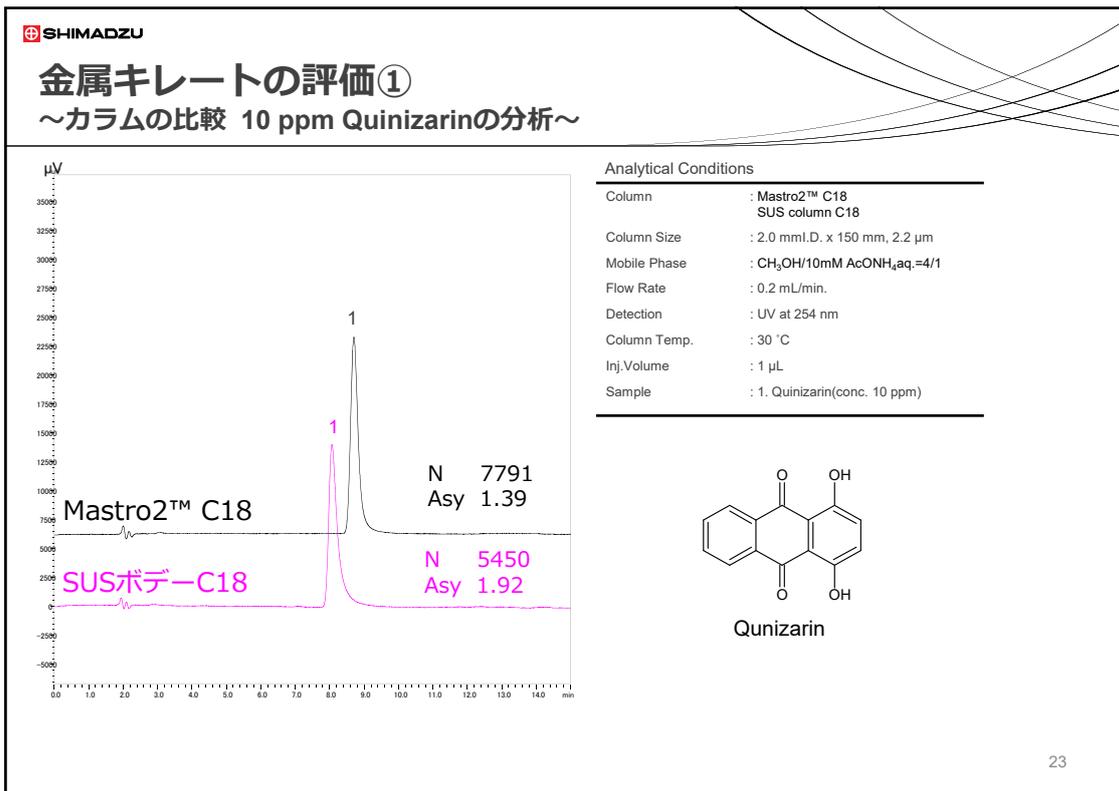
~カラムの比較 10 ppm ATPの分析~

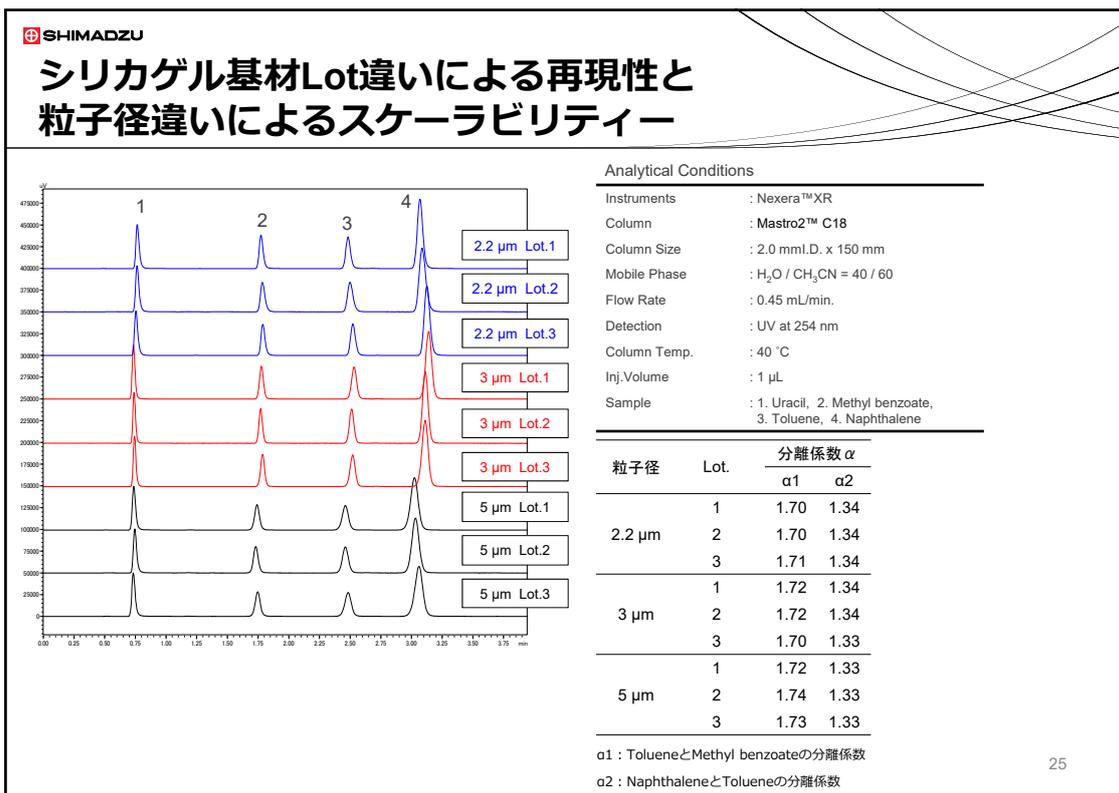



Adenosine triphosphate (ATP)

	平均面積値 (n=3)	CV(%)	Asymmetry	S/N
Mastro2™TM	50482	0.4	1.47	109
他社イナーートLCカラム	38481	4.5	1.83	46
SUS	-	-	-	-

22





25

SHIMADZU

Mastro2™ C18 まとめ

1. 接液部すべてをPEEK樹脂パーツにすることで、金属キレート性化合物の良好なピーク形状を確保できるHPLCカラムを新たに開発した。
2. 高圧下でもPEEK樹脂パーツが変形しないボデー構造を採用し、イナートLCカラムによる高速分析を実現した。
3. シリカゲル基材のLot違いによる再現性と粒子径の違いによるスケーラビリティが確保された、実用性の高いイナートLCカラムを実現した。

26

発表内容, 商品に関するお問い合わせ先

株式会社島津ジーエルシー



- **東日本営業課**
 - 〒111-0053 東京都台東区浅草橋5-20-8 CSタワー 5F
 - TEL 03-5835-0120 (代表)
- **西日本営業課**
 - 〒533-0033 大阪市東淀川区東中島1-18-22 新大阪丸ビル別館 9F
 - TEL 06-6328-2255
- **Mail : gsupport@glc.shimadzu.co.jp**

Shim-pack Arata, Nexeralは、株式会社島津製作所の商標です。
MastroおよびMastro2、TORAST-Hは、株式会社島津ジーエルシーの商標です。

27

新動画コンテンツのご案内 - 分析時のお困りごとを解決するキッカケに -



視聴申込方法

1. コンテンツご案内ページから視聴をお申し込みください。 →→→ 
(https://solutions.shimadzu.co.jp/glc/movie_camp_1.html)
2. お申し込みいただいたお客様に、視聴ページURLをご案内します。 
3. ご不明な点は、お問い合わせ用フォームからご質問いただけます。 今なら動画閲覧登録者全員に
お得な特典をプレゼント!!

動画イメージ



28