C190-0570A

SHIMADZU
Excellence in Science

Technical Report

Shim-pack 逆相カラムシリーズの分離特性
逆相カラム C18 / C8 / C4 編
CoreFocus

新保 友章[1]

Abstract:

高速液体クロマトグラフィーの分離モードの中で最も良く用いられる分離様式は逆相モードです。逆相モードは疎水性相互作用が支配的な分離様式であり、様々な化合物の分離に対応できます。逆相モード用のカラムは複数のメーカーから数多く市販されていますが、各々のカラムの基本的な分離特性の把握ができない場合、どれが分析に適したカラムかわからず、カラム選定が困難な場合があります。本稿ではShim-pack 逆相カラムシリーズを例に、各々のカラム・官能基の基本的な分離特性を提示し、Shim-pack シリーズ内におけるカラムの使い分けについてご紹介します。

Keywords: Shim-pack™ シリーズ、Shim-pack Arata™ シリーズ、Shim-pack Scepter™ シリーズ、Shim-pack Velox™ シリーズ、Shim-pack NovaCore、逆相クロマトグラフィー、C18、ODS、C8、C4、Tanaka Test 法

1. はじめに

1-1. 逆相モードについて

高速液体クロマトグラフィー（以下、HPLC）では、カラムに注入された複数の化合物がカラムの中を通過する際、各化合物の通過速度の差によって成分が分離されます。通過速度の差は、化合物と固定相および移動相の相互作用の強さの違いによって生じます。この時、化合物は分析対象の液体中に溶解している化合物、移動相はポンプで送液される液体、固定相はカラム内に充填されている球状粒子に化学修飾された官能基を指します。したがって、HPLC分析の分離様式は化合物と移動相と固定相という3つの要素の力関係によって決まります。Table 1に代表的な分離様式とその相互作用を示します。

Table 1　一般的な分離様式と相互作用について

主な分離様式	主な相互作用	代表的な分析対象成分
逆相クロマトグラフィー (RP:Reversed phase chromatography)	疎水性	低分子医薬品、農薬、ビタミン類など
順相クロマトグラフィー (NP:normal phase chromatography) 親水性相互作用クロマトグラフィー (HILIC:Hydrophilic interaction liquid chromatography)	親水性	糖類、核酸など
イオン交換クロマトグラフィー (IEX:Ion exchange chromatography)	静電気性	無機イオン、アミノ酸、タンパクなど
サイズ排除クロマトグラフィー (SEC:Size exclusion chromatography)	分子サイズ	合成ポリマー、生体高分子、多糖類など

これらHPLCの分離様式の中で最も良く用いられるのが逆相クロマトグラフィー（逆相モード）です。逆相モードは、固定相の極性が低く、移動相の極性が高い分離様式で、化合物がカラムに保持される際に疎水性相互作用が支配的に働きます。次に、一般的なカラム充填剤基材について説明します。

1-2. カラム充填剤基材について

Table 2にHPLCで現在用いられている一般的なカラムの充填剤基材とその特長を示します。

Table 2　一般的なカラム充填剤基材の特長

項目＼基材名	シリカ	ポリマー	有機シリカ
機械強度 – 耐圧、分離に影響	高い	低い	高い
理論段数 – 分離に影響	高い	低い	高い
シラノール活性 – エンドキャッピング処理の有無などが影響	多様	なし	多様
一般的な使用可能 pH 範囲 – カラムの化学的耐久性に影響	2-8 程度	0-14	1-12 程度
有機溶媒耐性	高い	多様	高い

現在市販されているカラムの基材は、主にシリカ・ポリマー・有機シリカの3種のいずれかが使用されています。このうち、逆相モードのカラムに多用される充填剤基材はシリカと有機シリカです。中でも有機シリカはシリカやポリマーと比べ比較的新しく、シリカの欠点であった化学的耐久性の低さやポリマーの欠点であった機械的強度を補ったコンセプトのカラム基材です。また、最近ではエンドキャッピング処理や官能基結合処理などに工夫を凝らし、高い機械的強度を保持したままpH範囲を1-12に拡張したシリカカラムも登場しています。これら化学的耐久性と機械的強度の高さを兼ね備えたカラム基材は幅広い分析条件に使用できます。

なお、表面多孔性シリカ（以下、コアシェルカラム）はこれらカラム基材のうちシリカ基材や有機シリカ基材を使用した、いわば派生型のカラム基材です。充填剤粒子の表面層のみを化合物が通過するように設計された基材で、同じ粒子径同士で全多孔性のカラムと比較した際に単位圧力当たりの理論段数が高いのが特長です。（参照 Fig.1）

1　分析計測事業部

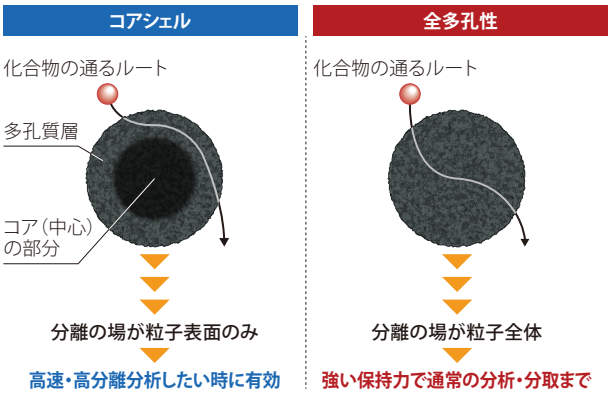


Fig. 1　コアシェルと全多孔性のイメージ図

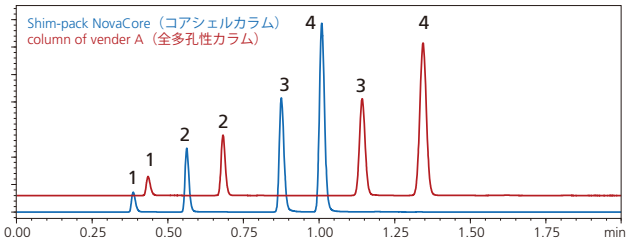


Fig. 2　コアシェルカラムと全多孔性カラムの比較

1-3. 逆相カラムについて

逆相カラムは、1-2.項で紹介した基材にアルキル鎖等を化学修飾した基材を充填剤として用います。なお、逆相カラムに用いられる基材はシリカや有機シリカが多く、ポリマー基材の逆相カラムを選択する際は、移動相pHをシリカ基材や有機シリカ基材の使用範囲外に設定する必要がある場合、あるいはシリカ表面の未反応シラノール基由来の分離悪化が解決できない場合などが挙げられます。

逆相カラムの基材に化学修飾される官能基は以下に挙げられます。

- C30
- C1
- C18
- Phenyl
- C8
- PFPP (Pentafluorophenylpropyl)
- C4

など

逆相カラムの中で最も使用されるカラムはC18カラムです。C18カラムは炭素Cを18個連結させた炭素鎖を基材に化学修飾させたカラムです。なお、シリカ・有機シリカ基材にオクタデシルシリル基（Octa Decyl Silyl = ODS、C18基）を修飾したカラムをODSカラムとも呼称し、逆相モードで最も多く使用されます。

次に、逆相モードで使用される移動相は水系移動相とメタノール・アセトニトリル・テトラヒドロフランなどに代表される有機溶媒移動相で、分離に合わせて比率を変えて使用します。したがって、逆相モードでは、まずはC18カラムの使用を検討し、移動相種類の変更や移動相の水系・有機溶媒比率を調整し、より良い分離条件を探索します。

この際、移動相種類の変更や移動相の水系・有機溶媒比率の調整を行っても得たい分離が得られない場合に、目的化合物の疎水的な保持の強さや化学特性に応じて、他官能基のカラムの検討を行います。

例えば、移動相条件として最も溶出力の強い条件（例：有機溶媒100%）でも適当な時間以内に溶出しない場合はそのカラムより保持力の弱いカラムの使用を検討します。一方、溶出力の弱い条件でも適当な時間まで保持しない場合はより保持力の強いカラムの使用を検討します。また、これらの検討とは別の角度で、疎水性相互作用とは別の相互作用を働かせて良好な分離を達成したい場合はPhenylやPFPPといった官能基を結合したカラムを検討します。

逆相カラムの官能基ごとの分離挙動はFig.3に示すように様々です。炭素鎖長の異なるC18、C8、C4の官能基を比較すると、炭素鎖長が短いほど疎水性化合物の保持時間が短くなります。また、Phenylカラムや PFPPカラムでは、C18カラムと比較して、官能基から化合物に対して複数の相互作用が働き、化合物の保持時間や分離パターンが大きく変わります。

本稿で対象とする逆相カラムはC18・C8・C4を中心としたアルキル鎖を基材に化学修飾させたカラム群です。上述のように、基材に結合させる官能基を変えると分離挙動は変わります。また、C18など同じ官能基を化学修飾させているカラムでも使用する充填剤基材の違いや製造方法によって分離挙動に差が生じます。

同じ官能基で比較した時にどのような点で分離パターンが異なるのかの一例をTable 3に示します。なお、Table 3で示す以外にも官能基の結合方法・粒子径のばらつき・比表面積の違いなどによって分離挙動に差が生じます。

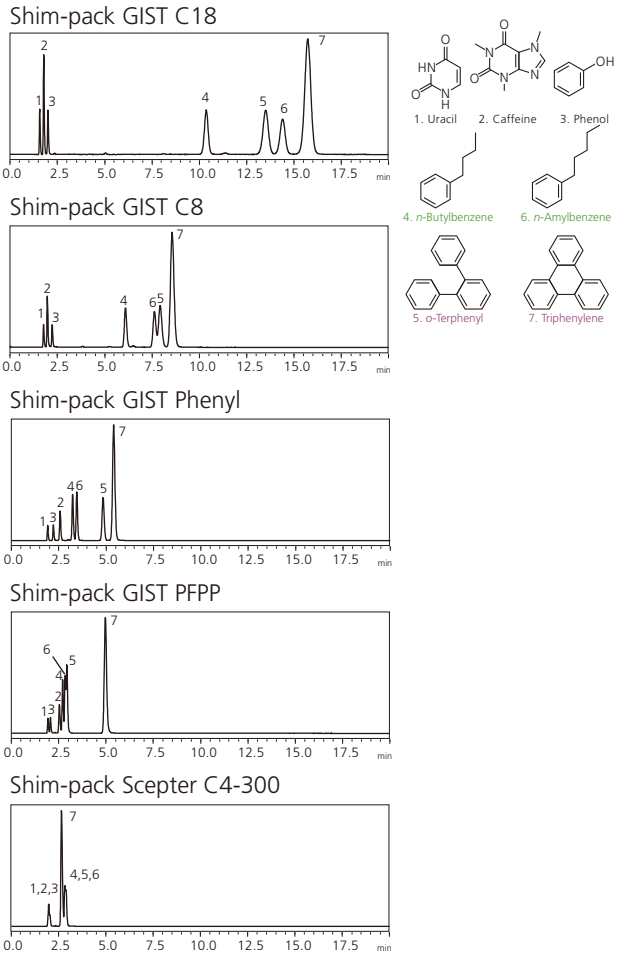


Fig. 3　逆相カラム各官能基による分離挙動の違い例
分析条件はTable 4と同条件

Table 3　同じ官能基の逆相カラムでも分離挙動に差が出るポイント例

ポイント例	備 考
炭素含有量の違い	一般的に炭素含有量が多いほど、逆相モードにおける化合物の保持力は強くなる
細孔径の違い	細孔径と化合物の大きさとの相性によって、充填剤内部での化合物の拡散の仕方が変わり、化合物の保持力が変わる
エンドキャッピング処理の有無	・エンドキャッピング処理はシリカ基材・有機シリカ基材を使用しているカラムにおいて、基材中の残存シラノール基量を減らす処理 ・化合物との化学的相互作用が変わる
カラム管素材の違い	カラム接液部分の素材の違いによって、化合物との相互作用が変わり、特に化合物の吸着具合に影響する場合もある

このように上述した差異による分離挙動の違いから、現在コンセプトの異なる逆相カラムが数多く販売されています。一方、数多く販売されていることから、各カラムの基本的な分離特性がどのように異なるのか把握できない場合も多く、より一層カラムの選定が困難になる場合があります。

今回C18カラムを評価する方法[1]を用いて、Shim-packのC18カラム類をはじめとして、他官能基についても一律に評価しました。本稿では、逆相カラムの中でもShim-packとしてラインアップされているC18・C8・C4カラムの分離選択性の違いを示した上で、各カラムの使い分けや特徴についてご紹介します。

2. 試験条件と評価指標

試験条件はTable 4に示した"Tanaka Test 法"と呼ばれる逆相C18カラムの比較評価法を参考に実施しました[1]

Table 4　分析条件

System	: Nexera™ X2
Column*	: 150 mm × 4.6 mm I.D., 5 µm
Mobile phase	: (1) Water / Methanol = 20 : 80 (2) Water / Methanol = 70 : 30
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 40 ˚C
Injection vol.	: 1 µL
Detection	: 254 nm
Sample	: 1. Uracil 2. Caffeine 3. Phenol 4. Butylbenzene 5. Terphenyl 6. *o*-Amylbenzene 7. Triphenylene
Vial	: TORAST™ Vial **（島津ジーエルシー社製）

*Shim-pack FC-ODSのみ、150 mm × 4.6 mm I.D., 3 µmを使用
** P/N : GLCTV-801（バイアル瓶）＋GLCTV-803（キャップ）

今回実施した "Tanaka Test 法" では各カラムに対して4つのステータスを算出しました。それぞれのステータスの基本的な特徴については Table 5 に示します。なお、各化合物の保持係数 k は Uracil の保持を t0 とした時の各化合物の保持時間 t から算出しました。

Table 5　今回実施した"Tanaka Test 法"によるステータスの解説

ステータス	指 標	移動相条件	解 説
疎水性保持力	k 6.Amylbenzene	Mobile phase (1) (参照Table 4)	疎水性化合物に対する保持力の強さを示す
疎水性差認識能	k 6.Amylbenzene / k 4.Butylbenzene	Mobile phase (1) (参照Table 4)	化合物同士の疎水性差を認識する能力の高さを示す
構造認識能	k 7.Triphenylene / k 5.*o*-Terphenyl	Mobile phase (1) (参照Table 4)	平面構造と立体構造の差を認識する能力の高さを示す
水素結合認識能	k 2.Caffeine / k 3.Phenol	Mobile phase (2) (参照Table 4)	水素結合（あるいは化合物の分極度合い）に対する認識能の高さを示す

これらステータスについての注意点と一般的な解釈を以下に示します。注意点として、"Tanaka Test 法" を参考にしたTable 4 分析条件は一般的にC18カラムの評価方法に用いられています。また、各ステータスは各カラムの一般的な特徴を示しており、用いる化合物や移動相条件などの分析条件によっては、化合物とカラムとの相互作用の強さは変わるため、どの分析にも共通して発現する特徴ではありません。

■疎水性保持力：

疎水性化合物に対する保持力の強さを示します。特に水とメタノール 条件での低分子の疎水性化合物の保持力の強さを示します。一般的に疎水性化合物に対する保持力の強さはカラムに含まれるアルキル鎖量と比表面積が関係していると言われています。しかし、アセトニトリルといった π 電子を有する移動相を使用するとカラムと化合物の相互作用が変わり、カラムや化合物の種類によっては保持力が大きく変わる場合があります。また、細孔径の大きさも化合物の保持機構に影響するため、分子量の大きい化合物を分析する際、細孔径の小さいカラムを用いた場合、疎水性保持力の値が高くとも保持が弱くなる場合もあります。詳細は3-4.項「ワイドポアの逆相カラムについて」を参照ください。

■疎水性差認識能：

化合物同士の疎水性差を認識する能力の高さを示します。疎水性差認識能が高いカラムほど、AmylbenzeneとButylbenzeneの溶出時間に差が表れます。特に 水とメタノール条件での低分子領域の疎水性化合物の疎水性差認識の高さを示します。疎水性差認識能の高さはカラムのアルキル鎖の長さや量も関係しています。

■構造認識能：

平面構造と立体構造の差を認識する能力の高さを示します。*o*-TerphenylとTriphenyleneの溶出時間に差が表れるほど、構造認識能 が高くなります。一般的に官能基の結合密度や官能基の結合処理方法などが影響します。例えば、オクタデシル基を密度高く導入したタイプのカラムでは平面構造を持つTriphenyleneがアルキル鎖の間に入り保持が強くなる一方で、

立体構造を持ち、かさ高い構造を持つ *o*-terphenyl ではアルキル鎖の間に入りにくく、相対的に保持が弱くなります [2]。

■水素結合認識能：

水素結合に対する認識能の高さを示します。シリカ基材や有機シリカ基材のC18カラムにおいて、残存シラノール基の影響が少ないカラムほど水素結合認識能が低い傾向にあります。そのため、エンドキャッピング処理を施していないC18カラムでは値が高い傾向があります。なお、本稿における水素結合認識能の値の高さは親水性化合物の保持力の強さと必ずしも相関があるわけではありません。

本稿P.6以降では各カラムの特性として、これら4つのステータスを基にスパイダーチャートを示しています。なお、本スパイダーチャートはShim-packでラインアップされている逆相カラムのうち30種類以上のカラムの試験結果から算出しています。

このスパイダーチャートの解釈で注意したい点は"スパイダーチャートで占める面積の大きさが必ずしもそのカラムの性能の高さを示している訳ではない"という点です。例えば、スパイダーチャートで占める面積が大きいほど、様々な相互作用が分離に影響を与えやすくなります。したがって、カラムの各ステータスが全て高いからといって良好な分離が達成できるとは限らず、かえって分離挙動の予測が難しくなることもあり、得たい分離が得られない場合があります。

また、Shim-pack Scepter HD-C18-80の疎水性保持力の値がスパイダーチャート上では振り切れています。これは、他カラムのスパイダーチャートを算出するにあたり、疎水性保持力の値でカラム間での差が見えにくくなってしまうため、こうした算出を行っています。

本稿で示す各ステータスやスパイダーチャートは必ずしも全てのアプリケーションにて発揮される特性ではなく、カラム特性の一つとしてご参照ください。

3. Shim-pack 逆相カラムの"Tanaka Test 法"の結果と特徴について

本項では、Shim-pack 逆相カラムの"Tanaka Test 法"の結果と各カラムの特徴を紹介します。

なお、今回の評価法では、コンベンショナルなHPLC分析のカラムサイズである150 mm × 4.6 mm I.D., 5 µmを用い、Shim-pack FC-ODSのみ150 mm × 4.6 mm I.D., 3 µmのカラムを用いました。Table 6にShim-pack 逆相カラムの仕様を示します。

3-1. Shim-pack 逆相 C18 カラムについて

本稿P.6以降に、各カラムにおける Mobile phase (1)条件でのクロマトグラムと4種のステータスのスパイダーチャートを示します。

C18カラムは他官能基のカラムと比較して、オクタデシル基を持つアルキル鎖の存在により、疎水性保持力 と疎水性差認識能が高い傾向にあります。

一般的に、構造認識能や水素結合認識能のステータスが抑えられているC18カラムは、いわば"分離挙動において疎水性相互作用が主として働くカラム"です。こうしたカラムは化合物の疎水性度に応じた分離を示しやすく、比較的分離挙動の予測がしやすいため、汎用的なカラムとしてファーストチョイス群のカラムになります。Shim-pack の汎用的なC18カラムは以下のものが挙げられます。

- **Shim-pack Scepter C18-120（全多孔性有機シリカ）**
- **Shim-pack GIST C18（全多孔性シリカ）**
- **Shim-pack GIS C18（全多孔性シリカ）**
- **Shim-pack GWS C18（全多孔性シリカ）**
- **Shim-pack VP-ODS / XR ODS、ODS II、ODS III（全多孔性シリカ）**
- **Shim-pack FC-ODS（全多孔性シリカ）**

一方、一般的なC18カラムとは分離選択性を変えたい時に、極性内包型や炭素鎖高密度型などに代表されるような構造認識能や水素結合認識能のステータス値が高いC18カラムの使用は効果的です。また、本スパイダーチャートで明らかな差として表現されないものの、特定の分析条件に対して効果を発揮する特徴的なカラムも存在し、このようなカラムも第2選択のC18カラムとして効果的です。Shim-packの特徴的なカラムとしては以下のものが挙げられます。

- **Shim-pack Scepter C18-300（ワイドポアカラム）**
- **Shim-pack Scepter HD-C18-80（炭素鎖高密度カラム）**
- **Shim-pack GIST C18-AQ（炭素鎖結合間隔調整型カラム）**
- **Shim-pack GISS C18（高速分析向き全多孔性カラム）**
- **Shim-pack Arata C18（特徴あるエンドキャッピング処理）**
- **Shim-pack GIS C18-P（炭素鎖高密度カラム）**
- **Shim-pack GIS RP-Shield（極性基内包型カラム）**
- **Shim-pack MAqC-ODS I（金属含有カラム）**
- **Shim-pack Velox C18（表面多孔性シリカカラム）**
- **Shim-pack Velox SP-C18（表面多孔性シリカカラム）**
- **Shim-pack NovaCore（表面多孔性有機シリカカラム）**

本スパイダーチャートでは表現されない他特長については、各カラムのスパイダーチャートの横に記載します。

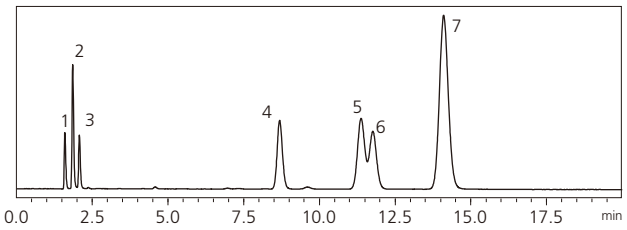
Table 6　Shim-pack 逆相カラムの仕様一覧

カラム充填剤基材	カラムシリーズ名	官能基	粒子径（μm）	細孔径（Å）	表面積（㎡/g）	炭素含有量（%）	エンドキャップ処理がされているか	使用可能pH範囲	100%水系移動相条件下で使用可能か
全多孔性有機シリカ	Shim-pack Scepter	C18-120	1.9, 3, 5	120	360	20*	Yes	1-12	○
		C18-300	1.9, 3, 5	300	N.D.	N.D.	Yes	1-12	○
		HD-C18-80	1.9, 3, 5	80	430	25*	Yes	1-12	
		C8-120	1.9, 3, 5	120	360	17*	Yes	1-12	
		Phenyl-120	1.9, 3, 5	120	360	17*	Yes	1-10	○
		PFPP-120	1.9, 3, 5	120	360	15*	No	1-8	○
		C4-300	1.9, 3, 5	300	N.D.	N.D.	Yes	1-10	○
全多孔性シリカ	Shim-pack Arata	C18	2.2, 5	120	340	17	Yes	2-7.5	○
	Shim-pack GIST	C18	2, 3, 5	100	350	14	Yes	1-10	
		C18-AQ	1.9, 3, 5	100	350	13	Yes	1-10	○
		C8	2, 3, 5	100	350	8	Yes	1-10	○
		Phenyl	2, 3, 5	100	350	10	No	2-7.5	○
		Phenyl-Hexyl	3, 5	100	350	9	Yes	1-10	○
		PFPP	3, 5	100	350	10	Yes	2-7.5	○
	Shim-pack GISS	C18	1.9, 3, 5	200	200	9	Yes	1-10	○
		C8 (metal free body only)	1.9, 3, 5	200	200	6	Yes	1-10	○
	Shim-pack GIS	C18	2,3,4,5,10	100	450	15	Yes	2-7.5	
		C18-P	3, 5	100	450	29	No	2-7.5	
		RP-Shield	5	100	450	9	No	2-7.5	○
	Shim-pack GWS	C18	5	100	450	9.5	Yes	2-7.5	
	Shim-pack VP**	C18	5	120	410	20	Yes	2-7.5	
		C8	5	120	410	12.5	Yes	2-7.5	
		Phenyl	5	120	410	12.3	Yes	2-7.5	
	Shim-pack MAqC	ODS I	5	120	N.D.	13	Yes	2-4	
	Shim-pack FC	ODS	3	120	315	18	Yes	1.5-9	
コアシェル有機シリカ	Shim-pack NovaCore	C18	1.7, 2.6, 5	100	200	11	Yes	1-12	○
コアシェルシリカ	Shim-pack Velox	C18	1.8, 2.7, 5	90	125, 130, 100	9, 7, 5	Yes	2-8	
		SP-C18	1.8, 2.7, 5	90	125, 130, 100	7, 7, 5	No	1-8	
		Biphenyl	1.8, 2.7, 5	90	125, 130, 100	7, 7, 5	Yes	1.5-8	○
		PFPP	1.8, 2.7, 5	90	125, 130, 100	4, 4, 3	No	2-8	○

*有機シリカ基材からの炭素含有率も含みます。
**Shim-pack XR シリーズは Shim-pack VP シリーズの高速分析用カラムシリーズです。

Shim-pack Scepter C18-120

汎用的な全多孔性有機シリカ C18　分取サイズあり

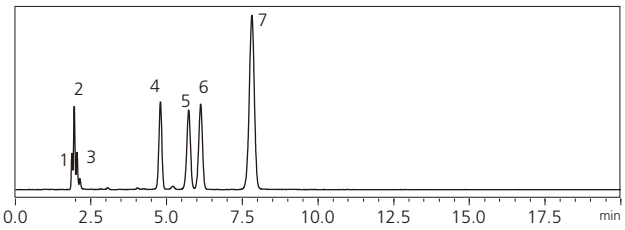


特長：
- 化学的耐久性の高い有機シリカ基材を採用
- ファーストチョイスの汎用的なC18カラム
- 高pH耐性と3種のカラムボディからあらゆる局面で使用出来る逆相C18カラム
- 逆相核酸医薬分析においてファーストチョイスカラム

Fig. 4　Shim-pack Scepter C18-120 結果

Shim-pack Scepter C18-300

特徴的な全多孔性有機シリカ C18　分取サイズあり

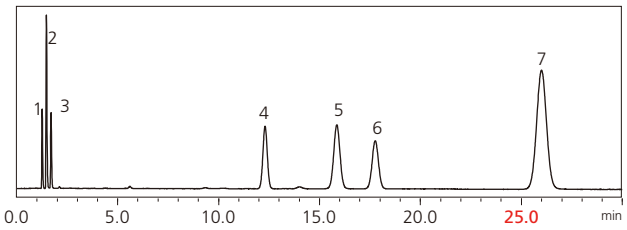


特長：
- 化学的耐久性の高い有機シリカ基材を採用
- ペプチド、タンパク質、オリゴ核酸といった中分子から高分子の分析に適したワイドポアC18カラム
- 高pH耐性と2種のメタルフリーカラムボディより、逆相核酸医薬分析においてもお薦め

Fig. 5　Shim-pack Scepter C18-300 結果

Shim-pack Scepter HD-C18-80

特徴的な全多孔性有機シリカ C18　分取サイズあり



特長：
- 化学的耐久性の高い有機シリカ基材を採用
- 高炭素含有量により、Shim-packカラムの中で最も高い疎水性保持力値を示す
- 高密度にC18を修飾したことで疎水性保持力、疎水性差認識能、構造認識能に優れ、類縁体や構造異性体のC18での分離に向いているカラム

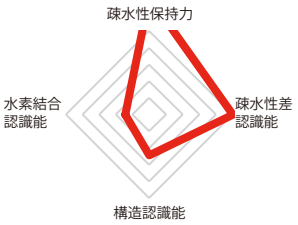
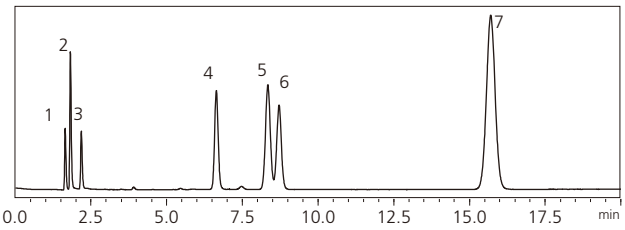


Fig. 6　Shim-pack Scepter HD-C18-80 結果

Shim-pack Arata C18

特徴的な全多孔性シリカ C18



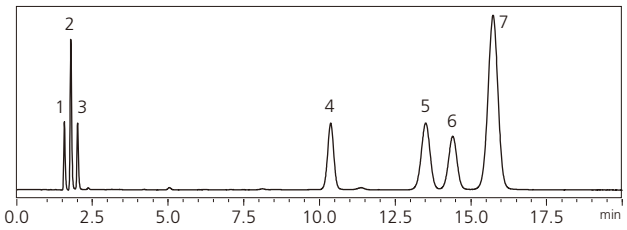
特長：
- 独自のエンドキャップ処理を施したカラム
- ギ酸/酢酸の移動相条件下にて素早いカラム平衡化と酸性・中性・塩基性の化合物でシャープなピーク形状が得られる
- 水素結合認識能が低く、また、構造認識能の高いユニークな分離特性を持ち、C18カラムの中でも分離パターンを変えたい時にお薦め

Fig. 7　Shim-pack Arata C18 結果

※1. 本試験結果などは全てのアプリケーションを代表するものとは限りません。
※2.「分取サイズあり」と掲載のないカラムシリーズの分取サイズをご所望の場合は、お近くの代理店または島津ジーエルシーまでご相談ください。

Shim-pack GIST C18

汎用的な全多孔性シリカ C18　分取サイズあり

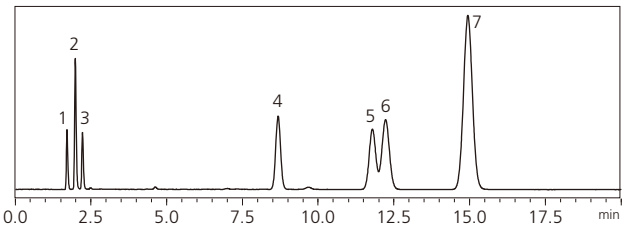


特長：
- 高不活性シリカ基材を採用し、高いpH耐性（pH1-10）を持つ
- ファーストチョイスの汎用的なC18カラム
- Shim-pack逆相カラムの中でも疎水性保持力と疎水性差認識能の値が高い

Fig. 8　Shim-pack GIST C18 結果

Shim-pack GIST C18-AQ

特徴的な全多孔性シリカ C18　分取サイズあり

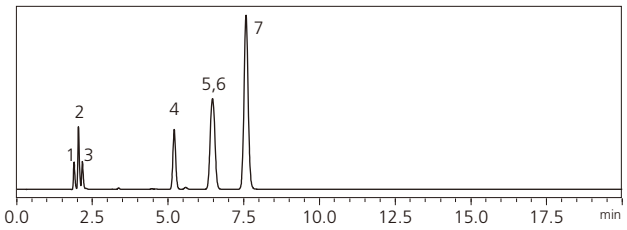


特長：
- 高不活性シリカ基材を採用し、高いpH耐性（pH1-10）を持つ
- C18の結合間隔を親水性化合物の保持に適するように調整
- Shim-packのC18カラムの中でも親水性化合物を保持したいという場合にお薦め

Fig. 9　Shim-pack GIST C18-AQ 結果

Shim-pack GISS C18

特徴的な全多孔性シリカ C18　分取サイズあり

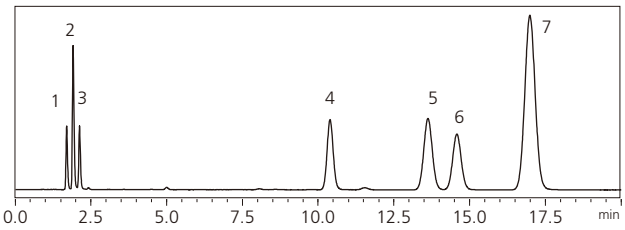


特長：
- 高不活性シリカ基材を採用し、高いpH耐性（pH1-10）を持つ
- ワイドポアなカラムで疎水性保持力の値が小さく、高速分析に向いている
- 一般的なC18ラムよりもやや細孔径が広いため、ペプチド分析など分子量の多少大きい分析にもお薦め

Fig. 10　Shim-pack GISS C18 結果

Shim-pack GIS C18

汎用的な全多孔性シリカ C18　分取サイズあり



特長：
- 標準的なシリカ基材を採用
- Shim-packのC18カラムの中でも保持が強く、イオン性化合物の吸着を抑え、各ステータス値をバランス良く備えた標準的なC18カラム
- 内径の大きいサイズを揃えているため、大容量の分取を検討している方にお薦め

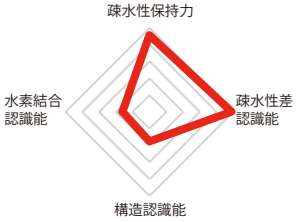
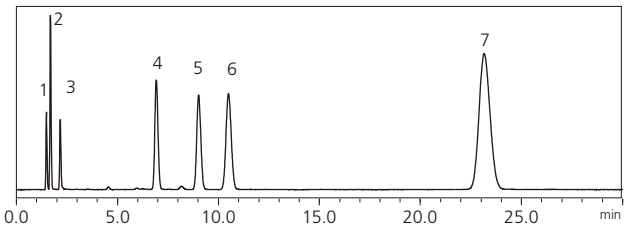


Fig. 11　Shim-pack GIS C18 結果

※1. 本試験結果などは全てのアプリケーションを代表するものとは限りません。
※2.「分取サイズあり」と掲載のないカラムシリーズの分取サイズをご所望の場合は、お近くの代理店または島津ジーエルシーまでご相談ください。

Shim-pack GIS RP-Shiled

特徴的な全多孔性シリカ C18　分取サイズあり

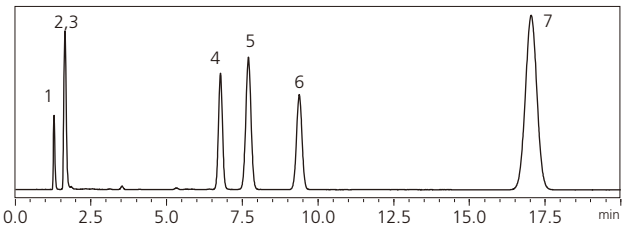


特長：
- 標準的なシリカ基材に極性基内包のC18を修飾したカラム
- 化合物とシラノール残基との相互作用を低減し、水素結合認識能が低い
- 極性基には非共有電子対を有しているため、化合物の電子状態に対応して相互作用を示し、C18カラムの中でも分離パターンを変えたい時にお薦め

Fig. 12　Shim-pack GIS RP-Shiled 結果

Shim-pack GIS C18-P

特徴的な全多孔性シリカ C18　分取サイズあり

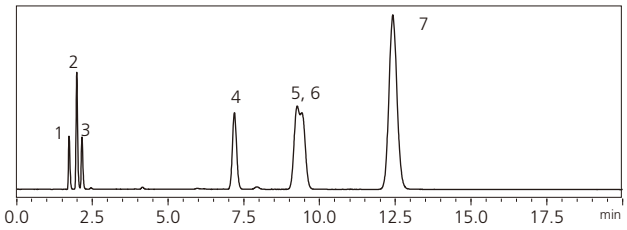


特長：
- 標準的なシリカ基材に高密度にC18を修飾したカラム
- 疎水性差認識能と構造認識能に優れ、類縁体や構造異性体のC18 での分離に向いている
- Shim-pack逆相カラムの中で最も炭素含有量が高い

Fig. 13　Shim-pack GIS C18-P 結果

Shim-pack GWS C18

汎用的な全多孔性シリカ C18

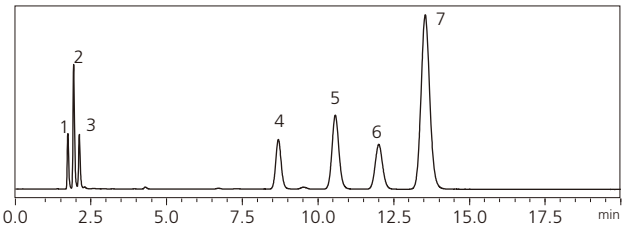


特長：
- 標準的なシリカ基材を採用
- 各ステータス値をバランス良く備えた標準的なC18カラム
- コストコントロールが厳しい方にお薦め

Fig. 14　Shim-pack GWS C18 結果

Shim-pack VP-ODS

汎用的な全多孔性シリカ C18



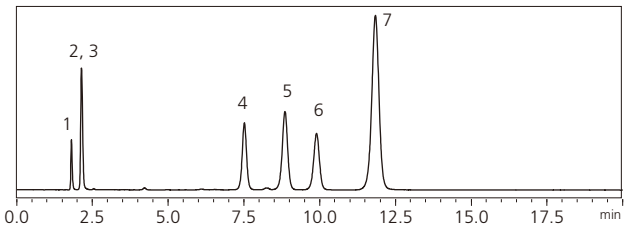
特長：
- 厳格に品質コントロールされた標準的なシリカ基材を採用
- 各ステータス値をバランス良く備えた標準的なC18カラムでスタンダードな分析に最適
- Shim-pack XR ODS、ODS II、ODS III はShim-pack VP-ODSの高速分析用途に適したカラム

Fig. 15　Shim-pack VP-ODS 結果

※1. 本試験結果などは全てのアプリケーションを代表するものとは限りません。
※2.「分取サイズあり」と掲載のないカラムシリーズの分取サイズをご所望の場合は、お近くの代理店または島津ジーエルシーまでご相談ください。

Shim-pack MAqC-ODS I*

特徴的な全多孔性シリカ C18



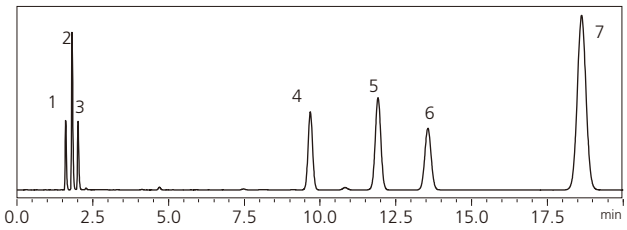
特長：
- 充填剤に金属を含有させたシリカ基材を採用
- 金属イオンを起点としたアコイオンを介した陽イオン交換性をもち、イオンペア試薬を使用することなく極性の高い塩基性化合物の保持に優れるカラム
- 5 µmのみのラインアップ

*本評価法で実施した分析条件はShim-pack MAqC-ODS Iの取扱説明書で案内している使用推奨範囲外の条件（使用推奨pH範囲外）です。実際にご使用する際は取扱説明書をよくお読みの上、注意してお使いください。

Fig. 16　Shim-pack MAqC-ODS I 結果

Shim-pack FC-ODS

汎用的な全多孔性シリカ C18



特長：
- 高不活性シリカ基材を採用し、親水性相互作用を極力抑えたカラム
- 高い疎水性差認識能と低い水素結合認識能を持つため、逆相C18カラムとしてシンプルな挙動を示す
- 3 µmのみのラインアップ

Fig. 17　Shim-pack FC-ODS 結果

Shim-pack NovaCore C18-HB

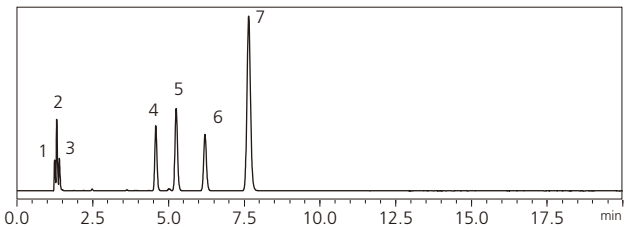
特徴的なコアシェル有機シリカC18

特長：
- コアシェル有機シリカ基材を採用
- pH12までのアルカリ性移動相を用いる場合や、高速分析にお勧め
- Shim-pack Velox C18と同様に、逆相C18カラムとしてシンプルな挙動を示すカラム

Fig. 18　Shim-pack NovaCore C18-HB 結果

Shim-pack Velox C18

特徴的なコアシェルシリカ C18

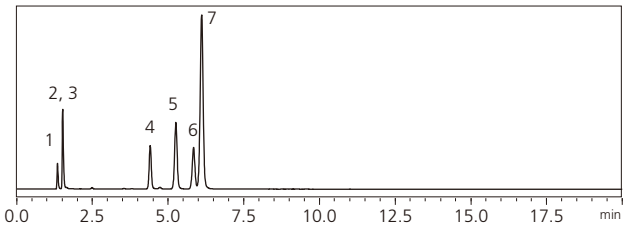


特長：
- コアシェルシリカ基材を採用
- 汎用的なC18コアシェルシリカカラムで、高速分析にお薦め
- Shim-packカラムの中でも水素結合認識能と他バランスの取れたの分離選択性を持ち、逆相C18カラムとしてシンプルな挙動を示すカラム

Fig. 19　Shim-pack Velox C18 結果

Shim-pack Velox SP-C18

特徴的なコアシェルシリカ C18



特長：
- コアシェルシリカ基材を採用
- 汎用的なC18コアシェルシリカカラムで強酸性の移動相を用いた高速分析にお薦め
- Shim-pack Velox C18とは異なったバランスのとれた分離選択性を持つカラム

Fig. 20　Shim-pack Velox SP-C18 結果

※1. 本試験結果などは全てのアプリケーションを代表するものとは限りません。
※2.「分取サイズあり」と掲載のないカラムシリーズの分取サイズをご所望の場合は、お近くの代理店または島津ジーエルシーまでご相談ください。

3-2. Shim-pack 逆相C8、C4 カラムについて

各カラムにおけるMobile phase（1）条件でのクロマトグラムと4種のステータスのスパイダーチャートを示します。

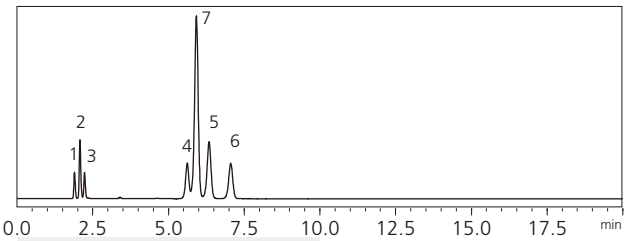
C8やC4の官能基は1本の炭素鎖の長さがC18よりも短く、C8やC4のカラムとしてもC18カラムと比較して炭素含有量が低いため、一般的にC18カラムよりも充填剤としての疎水性度は下がります。これにより、疎水性保持力や疎水性差認識能の値がC18カラムよりも小さくなるのが特徴です。そのため、C8やC4カラムの使用はC18カラムでは保持が大きすぎる場合の保持改善・分析スループット向上の目的に採用されます。

Shim-packカラムの中で、C8やC4カラムに該当するのは以下のカラムです。

- **Shim-pack VP-C8（全多孔性シリカ）**
- **Shim-pack Scepter C8-120（全多孔性有機シリカ）**
- **Shim-pack GIST C8（全多孔性シリカ）**
- **Shim-pack GISS C8（全多孔性シリカ）**
- **Shim-pack Scepter C4-300（全多孔性有機シリカ）**

Shim-pack VP-C8

汎用的な全多孔性シリカ C8

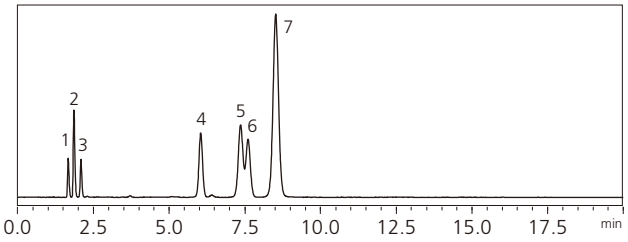


特長：
- Shim-pack VP-ODSとは異なった分離選択性
- 本結果ではShim-pack VP-ODSとは異なった溶出順番
- 粒子径2.2 μmのShim-pack XR-C8と同様の分離選択性

Fig. 21　Shim-pack VP-C8 結果

Shim-pack Scepter C8-120

汎用的な全多孔性有機シリカ C8　分取サイズあり

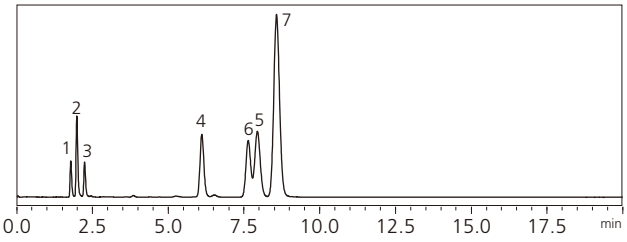


特長：
- Shim-pack Scepter C18-120とは異なった分離選択性
- スパイダーチャートではShim-pack GIST C8と似ているものの、溶出パターンが異なる
- 本結果ではShim-pack Scepter C18-120と類似した溶出順番
- 高 pH 耐性（使用pH範囲：1~12）

Fig. 22　Shim-pack Scepter C8-120 結果

Shim-pack GIST C8

汎用的な全多孔性シリカ C8　分取サイズあり

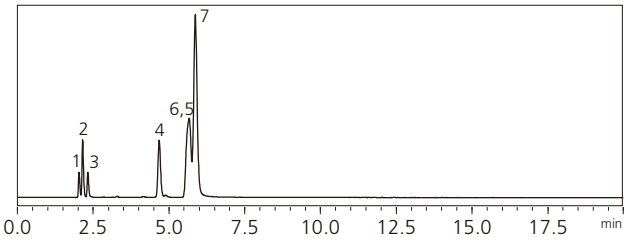


特長：
- Shim-pack GIST C18とは異なった分離選択性
- スパイダーチャートでは Shim-pack Scepter C8-120と似ているものの、溶出パターンが異なる
- 本結果ではShim-pack GIST C18とは異なった溶出順番
- 高pH耐性（使用pH範囲：1~10）

Fig. 23　Shim-pack GIST C8 結果

Shim-pack GISS C8

特徴的な全多孔性シリカ C8

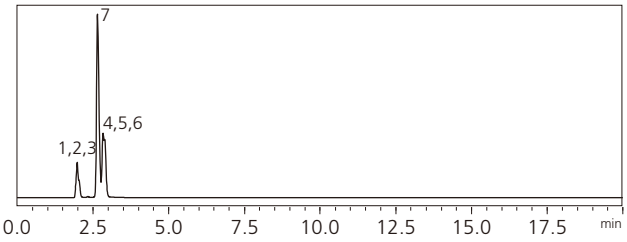


特長：
- Shim-pack GISS C18とは異なった分離選択性
- ワイドポアなC8カラムでペプチド分析などの分析にも適する
- 高pH耐性（使用pH範囲：1~10）
- 分析スケールはPEEKを採用したメタルフリー用のイナートカラムのみラインアップ

Fig. 24　Shim-pack GISS C8 結果

Shim-pack Scepter C4-300

特徴的な全多孔性有機シリカ C4　分取サイズあり



特長：
- Shim-packの逆相カラムの中で最も疎水性保持力が小さい
- ワイドポアなC4カラムで分子量の大きい化合物（ペプチド、タンパクなど）の分析に適する

Fig. 25　Shim-pack Scepter C4-300 結果

※1. 本試験結果などは全てのアプリケーションを代表するものとは限りません。
※2.「分取サイズあり」と掲載のないカラムシリーズの分取サイズをご所望の場合は、お近くの代理店または島津ジーエルシーまでご相談ください。

3-3. Shim-pack 逆相カラムシリーズのまとめ

今回評価を実施したカラムの疎水性に着目して、各カラムの疎水性保持力と疎水性差認識能をプロットした図をFig. 26に示します。

Fig. 26から、炭素鎖長の異なるC4、C8、C18のカラムで比較すると、炭素鎖長が短くなるほど、疎水性差認識能と疎水性保持力が低い傾向があります。また、C18カラム間で比較を行うと、疎水性保持力がそれぞれのカラムで大きく異なっていることがわかります。

これは各カラムの特徴によるもので、例えば、高速分析用途向けのShim-pack GISS C18やコアシェルカラムのShim-pack Velox C18、Velox SP-C18といったカラムは疎水性保持力の小さいカラムです。

例えば、カラム選定の際、Fig. 26よりShim-pack GIST C18を使用していた時、分析条件を変えても分離が困難な場合、保持を小さくする際、Shim-pack GISS C18やコアシェルシリカのShim-pack Velox C18、Velox SP-C18といったカラム、もしくはC8カラムやC4カラムの使用を検討します。一方、Shim-pack GIST C18より保持を高める際はShim-pack Scepter HD-C18-80の使用を検討します。

上述で示してきたように、Shim-packとしてラインアップされているC18の中でも、充填剤が異なると分離挙動は大きく異なります。したがって、HPLC分析においてメソッド開発をする際、同じ官能基であっても充填剤シリーズの異なるカラムの使用の検討は効果的です。

ただし、本稿で実施した評価方法はそれぞれの逆相カラムの特性を表す一端に過ぎません。実際の分析では分析条件や化合物との相性により、基本的なカラム特性を把握していても予測困難な分離が得られるケースがあります。一方、HPLC分析において、基本的なカラムの特性を把握して分析を実施することは、得られた分離結果への理解につながります。

実際の逆相カラム選定は複雑になるケースもありますが、本稿で紹介したような基本特性を鑑みつつ、分析状況に合わせて選択ください。また、Shim-pack逆相カラムの中での選定で迷った際は本稿P.18-19のFig. 47に示すShim-pack逆相カラムの選択チャートもご参照ください。

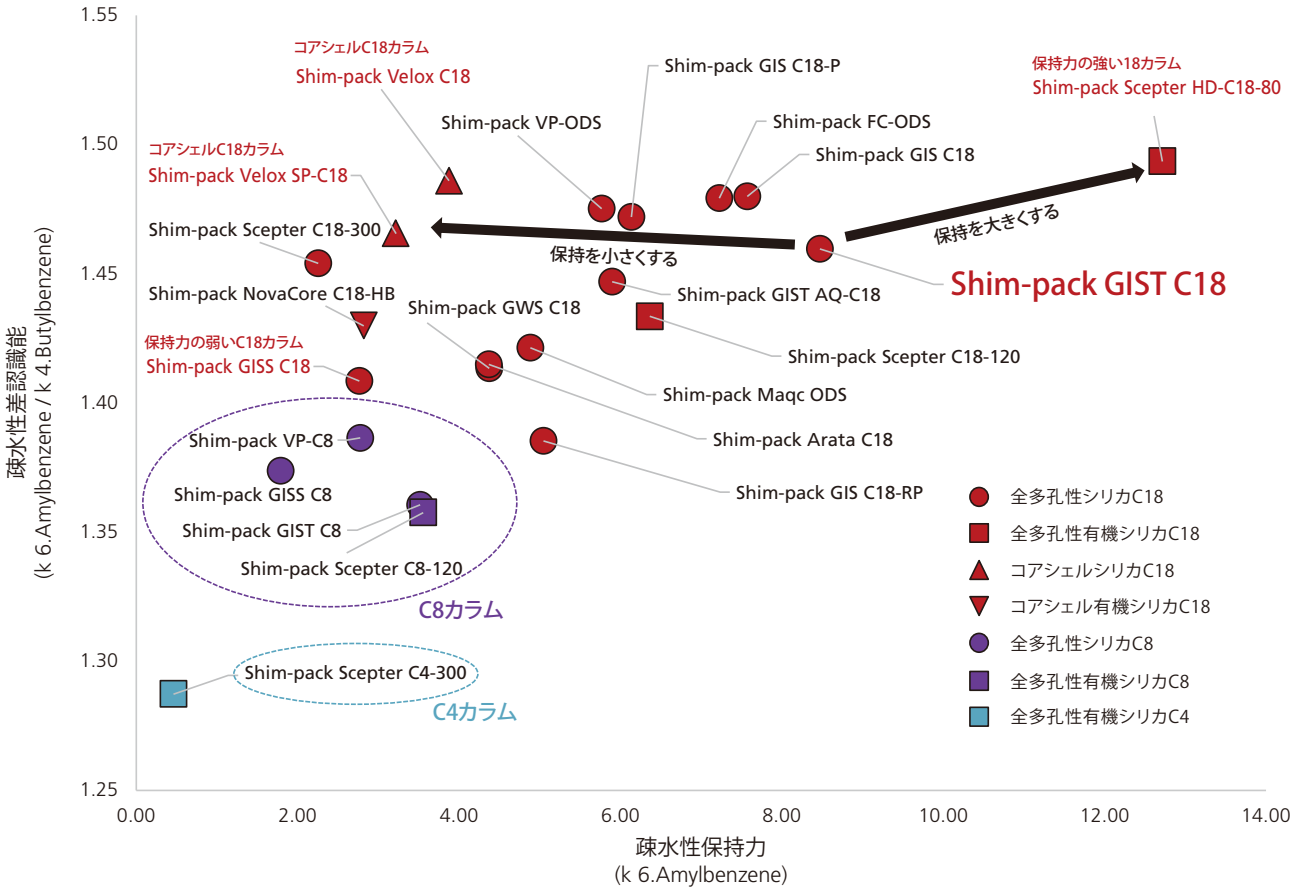


Fig. 26　Shim-pack C18・C8・C4カラムの疎水性保持力と疎水性差認識能の関係

3-4. ワイドポアの逆相カラムについて

市販されている逆相カラムの中には“ワイドポアカラム”と呼称されるカラムがあります。本稿でも度々登場した言葉ですが、逆相カラムにおいて一般的なカラムの細孔径は約90 Å～120 Å程度です。一方、一般的なカラムよりも大きい細孔径をもつカラム（以下、ワイドポアカラム）は200 Å～1000 Å程度の細孔径を有します。

Shim-pack逆相カラムの中でワイドポアカラムは3シリーズあります。

- **Shim-pack Scepter C18-300（細孔径：300 Å）**
- **Shim-pack GISS C8（細孔径：200 Å）**
- **Shim-pack Scepter C4-300（細孔径：300 Å）**

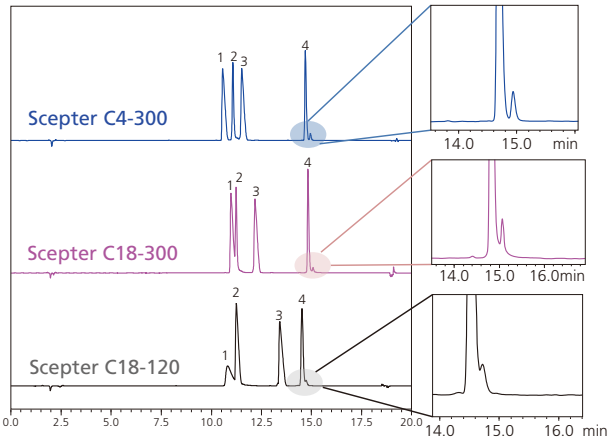
ワイドポアカラムは他シリーズの同じ官能基のカラムと比較した際に、低分子の疎水性化合物の保持が弱くなります。一方、ペプチドやタンパク質といった低分子化合物と比較して分子量の大きい化合物の保持はワイドポアタイプのカラムの方が保持が強くなるといった特徴があります。

Fig. 27にShim-pack Scepter C18-120（細孔径：120 Å）、Shim-pack Scepter C18-300（細孔径：300 Å）、Shim-pack Scepter C4-300（細孔径：300 Å）を用いた時の分子量の異なるペプチド分析の結果を示しています。

“Tanaka Test 法”の結果ではShim-pack Scepter C18-300やShim-pack Scepter C4-300の疎水性保持力はShim-pack Scepter C18-120よりも小さいですが、Fig. 27では1. Ribonuclease A、2. Angiotensin II、4. Insulinの保持時間がShim-pack Scepter C18-120と比較して同程度か長くなっています。一方、分子量が1000を下回る 3. Leusin-Enkepharinの保持時間はShim-pack Scepter C18-120の方が長く、“Tanaka Test 法”の疎水性保持力の値に準じて保持が強くなっています。

この分離挙動には、化合物の大きさによって、カラム細孔に浸透するものについては保持が強くなり、カラム細孔に浸透しないものは保持が弱くなるというサイズ排除効果が影響していると考えられます。化合物の保持は細孔内でも行われるため、化合物が細孔内に浸透できる細孔径が必要です。（参照：Fig.28）

実際の逆相分析では、カラムと化合物間の相互作用の強さとサイズ排除効果のどちらが強く保持に支配的になるのかは、化合物の特性や分析条件によって様々です。保持させたい化合物の大きさに応じて、ワイドポアカラムの使用もご検討ください。

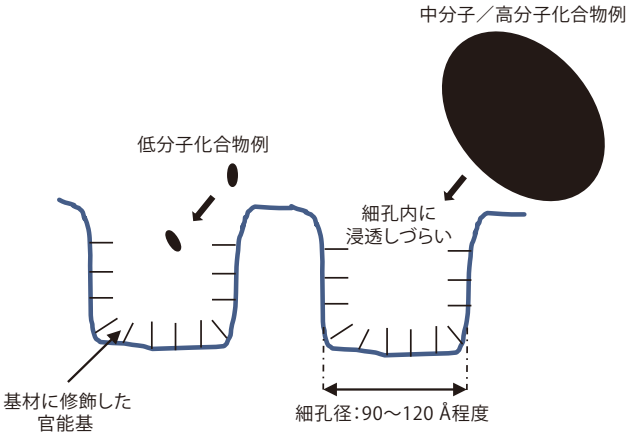


System	: Nexera XR
Column	: 150 mm × 4.6 mm I.D., 5 µm (each)
Mobile phase	: A) 0.1% formic acid in water B) Acetonitrile
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Time program	: B conc. 5% (0-2 min) → 40% (17 min) → 95% (17.01-22 min) →95% (22.01-27 min)
Column Temp.	: 40 °C
Injection vol.	: 10 µL
Detection	: 220 nm
Vial	: TORAST -H Bio Vial*（島津ジーエルシー社製）
Sample	: 1. Ribonuclease A (100 mg/L), Molecular weight = 13,680 2. Angiotensin II (100 mg/L), Molecular weight = 1,046 3. Leusin-Enkepharin (100 mg/L), Molecular weight = 555 4. Insulin (100 mg/L), Molecular weight = 5,808

* P/N :370-04350-00

Fig. 27　細孔径 および 疎水性保持力 が異なるカラムのペプチド分析比較

細孔径約約 90 Å～120 Åのカラムの細孔イメージ



ワイドポアカラムの細孔イメージ

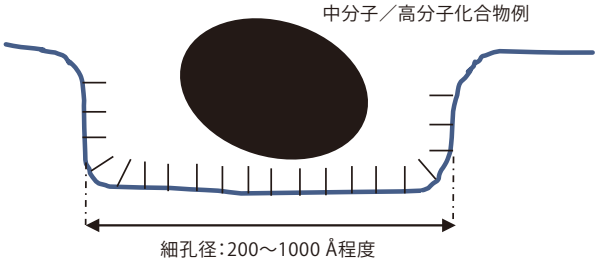


Fig. 28　一般的なカラムとワイドポアカラムの細孔イメージについて

4. Shim-pack カラムシリーズのご紹介

4-1. Shim-pack Scepterシリーズ

有機シリカ基材を用いたShim-pack Scepterシリーズは幅広い条件で卓越した耐久性と性能を実現します。Shim-pack Scepterシリーズはファーストチョイス群のカラムシリーズとしてお薦めです。

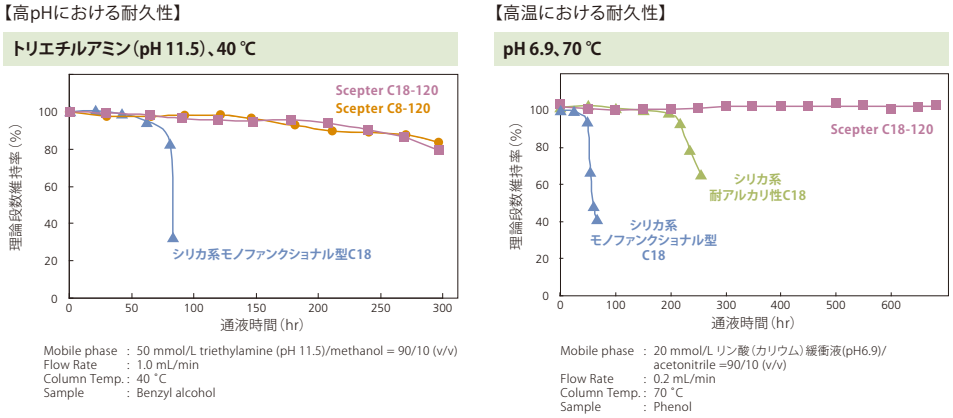


Fig. 29　Shim-pack Scepter の卓越した耐久性について

分離選択性の異なる豊富なカラム固定相(逆相 7種、HILIC 1種)と幅広い粒子径・サイズのラインアップにより、分析から分取までの幅広いアプリケーションに対応できます。(参照:Fig. 30)

Shim-pack Scepter	逆相				
	C18-120	C18-300	HD-C18-80	C8-120	C4-300
官能基タイプ	トリファンクショナル結合 C18	トリファンクショナル結合 C18	トリファンクショナル結合 C18	トリファンクショナル結合 C8	トリファンクショナル結合 C4
	汎用タイプ	汎用タイプ	高官能基密度タイプ		
基材	有機シリカハイブリッド				
粒子径	1.9 µm、3 µm、5 µm				
ポアサイズ	12 nm	30 nm	8 nm	12 nm	30 nm
エンドキャッピング	独自				
使用pH範囲	1 - 12				1 - 10
水100%移動相での使用	○	○	×	×	○
USP分類	L1	L1	L1	L7	L26

Shim-pack Scepter	逆相		HILIC
	Phenyl	PFPP	Diol-HILIC
官能基タイプ	トリファンクショナル結合 Phenylbutyl	トリファンクショナル結合 Pentafluorophenylpropyl	トリファンクショナル結合 Dihydroxypropyl
基材	有機シリカハイブリッド		
粒子径	1.9 µm、3 µm、5 µm		
ポアサイズ	12 nm		
エンドキャッピング	独自	なし	
使用pH範囲	1 - 10	1 - 8	2 - 10
水100%移動相での使用	○	○	–
USP分類	L11	L43	L20

Fig. 30　Shim-pack Scepter シリーズ のラインアップ一覧

更に、バイオ医薬品などの分析時における吸着抑制に対応した2種類のカラムボディを取り揃え、分析条件に応じてカラムボディを使い分けいただくことも可能です。

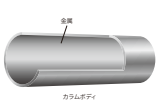
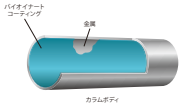
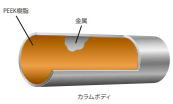
	Scepter	Scepter Claris	Scepter [metal-free]
			
ボディ接液材質	ステンレス	バイオイナートコーティング	PEEK
フリット接液材質	ステンレス	バイオイナートコーティング	PEEK

Fig. 31　Shim-pack Scepterシリーズのカラムボディ違い

Shim-pack Scepterシリーズ

ファーストチョイス群のカラムシリーズとしてお薦めです。

詳細はこちら

Fig. 32　Shim-pack Scepterシリーズ

4-2. Shim-pack GISTシリーズ

高耐久性かつ高不活性度を有したシリカ基材を用いたShim-pack GISTシリーズは、Shim-pack Scepterシリーズのカラムとは違った分離挙動を示しながら、豊富なカラムケミストリー（逆相6種、HILIC2種）・粒子径・サイズのラインアップにより幅広い条件にご使用いただけるラインアップを取り揃えています。（参照：Fig. 33）

特にShim-pack GISTシリーズを含めたShim-pack Gシリーズ（Shim-pack GIST/GISS/GIS/GWSシリーズを含む）はコストパフォーマンスに優れたバランスのよいカラムで、Shim-packカラムの中で最も人気なシリーズです。中でもShim-pack GISTシリーズはファーストチョイス群のカラムシリーズとしてお薦めです。

Shim-pack GISTシリーズの特徴的な逆相カラムとして、Shim-pack GIST C18-AQが挙げられます。高極性化合物を逆相モードC18カラムで検討する場合は" Shim-pack GIST C18-AQ "が効果的です。Shim-packの主要C18カラムと親水性化合物の保持挙動の比較をFig. 34に示します。Shim-pack GIST C18-AQは一般的なC18カラムと比べて親水性化合物の保持を強くするように設計されたC18カラムです。水系100%移動相条件下でも充填剤表面が適切に水和され、優れた保持と再現性を持ちます。また、Fig. 9に示すように高極性化合物を保持しつつ、充分な疎水性相互作用も併せ持つため、様々な極性を持つ成分の一斉分析にも適しています。

	Shim-pack GIST							
	Reversed Phase						HILIC	
	C18	C18-AQ	C8	Phenyl	Pneyl-Hexyl	PFPP	Amide	NH2
カラムケミストリー								
官能基タイプ	Octadecyl groups	Octadecyl groups	Octyl groups	Phenyl groups	Phenyl-Hexyl groups	Pentafluorophenylpropyl groups	Carbamoyl groups	Aminopropyl groups
特長	Ultra-high inertness and high stability	Excellent retentivity of highly polar compounds	Ultra-high inertness and high stability	Extremly strong π-π interactions	Alternative selectivity to C18 columns	Excellent retentivity of highly polar base	First choice HILIC column	Sugar analysis
粒子径（μm）	2, 3, 5	1.9, 3, 5	2, 3, 5	2, 3, 5	3, 5	3, 5	1.9, 3, 5	3, 5
ポアサイズ（nm）	10	10	10	10	10	10	10	10
表面積（m^2/g）	350	350	350	350	350	350	350	350
炭素含有率（%）	14	13	8	10	9	10	15	7
エンドキャップ	Yes	Yes	Yes	No	Yes	Yes	No	No
pH範囲	1-10	1-10	1-10	2-7.5	1-10	2-7.5	2-8.5	2-7.5
USP分類	L1	L1	L7	L11	L11	L43	L68	L8

Fig. 33　Shim-pack GISTシリーズのラインアップ一覧

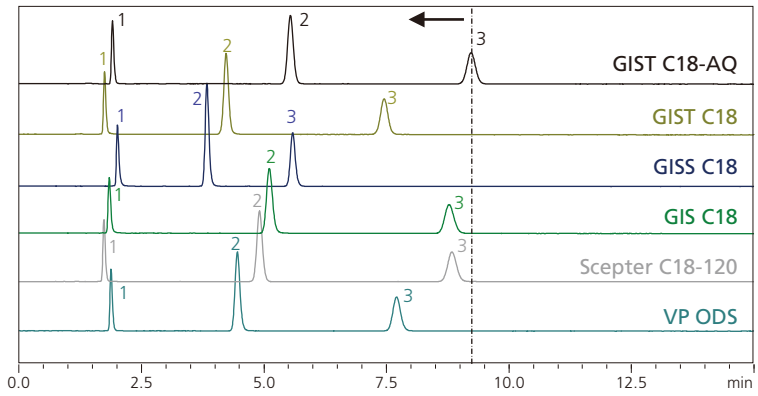


Fig. 34　C18カラムでの親水性化合物の保持挙動比較
（分析条件はTable 4分析条件、移動相に"Mobile phase（2）"を使用　Sample：1 Uracil 、2 Caffeine、3 Phenol）

Shim-pack GISTシリーズ

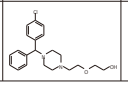
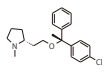
詳細はこちら

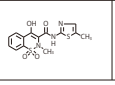
Fig. 35　Shim-pack GISTシリーズ

4-3. Shim-pack Arataシリーズ

塩基性化合物のピーク形状改善を謳ったカラムでも、高極性塩基性化合物のリーディングや酸性化合物のピーク形状悪化により適した分離が得られないことがあります。このような課題に対して、Shim-pack Arata C18は有効です。(参照:Fig. 36)

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					

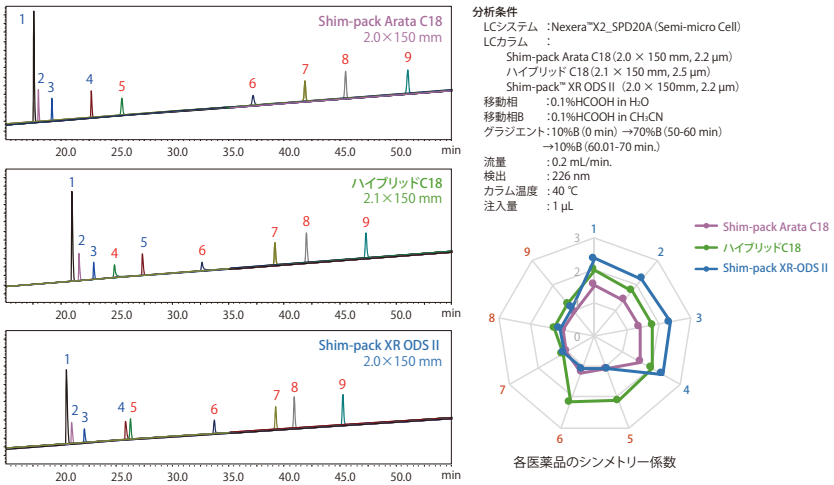


Fig. 36　塩基性・酸性医薬品混合物の分析時のカラム比較

また、一般的な C18 カラムの中には希薄酸性移動相条件下でカラム平衡化に時間がかかる場合があります。Fig. 37に一般的なC18カラムとShim-pack Arata C18カラムを用いた時の塩基性化合物の分析比較を示します。送液5時間目と送液12時間目でそれぞれのピーク保持時間を比較した時、一般的なC18カラムでは、主成分と多くの不純物の保持時間に変動が認められた一方で、Shim-pack Arata C18では主成分とその不純物の保持時間には変動は認められませんでした。長時間要するカラム平衡化は移動相消費量や分析時間の増大につながるばかりか、分析結果に対する信頼性が低くなります。一方、Shim-pack Arata C18は迅速なカラム平衡化で分析効率を上げるとともに分析結果に対する信頼性の向上に寄与します。

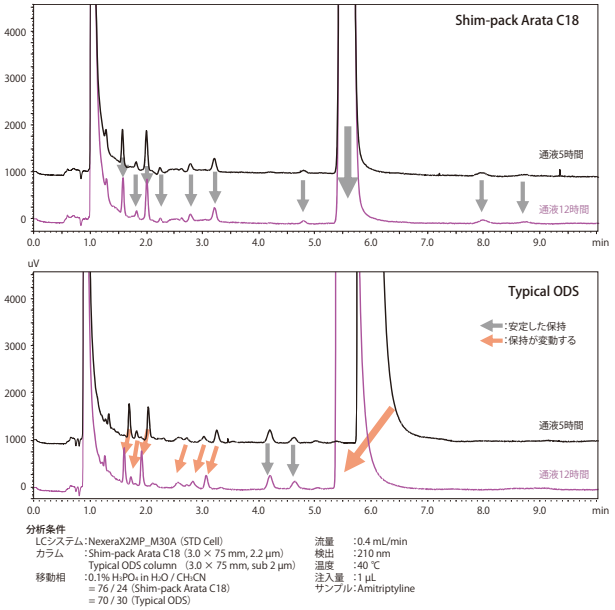


Fig. 37　0.1%リン酸移動相条件における塩基性医薬品および不純物の保持挙動

Shim-pack Arataシリーズ

詳細はこちら

Fig. 38　Shim-pack Arataシリーズ

4-4. Shim-pack NovaCore C18-HB

Shim-pack NovaCore C18-HBは、有機シリカハイブリッド基材を採用したコアシェルカラムです。本製品は、従来のシリカゲル基材を使用したカラムに比べ、幅広いpH耐性（pH1～12）を持つことを特長としており、これまでに対応が困難であった塩基性条件のアプリケーションにも適用可能です。

また、充填剤粒子径が2.6 µmのカラムを用いた高速分析において、圧力上昇を抑えつつシャープなピークを実現します。このような特長は、塩基性化合物の多い医薬品の短時間分析に威力を発揮します。

多くの医薬品、天然物、生体内代謝物は塩基性官能基であるアミン基を含んでいます。これらの化合物は酸性条件下では保持時間やピーク形状が不安定になりやすいため、イオンペア試薬を用いたり塩基性条件下での分析が好ましい場合があります。通常のシリカゲル基材は塩基性条件において化学的耐久性が低いことが知られていますが、Shim-pack NovaCore C18-HBシリーズは、有機シリカハイブリッドの基材を採用しており、移動相やサンプル溶媒はpH1-12まで幅広くご使用いただけます。一般的なシリカカラムのpH仕様が2-7.5程度であることから、Shim-pack NovaCore C18-HBは塩基性分析でのメソッド開発に有用です。

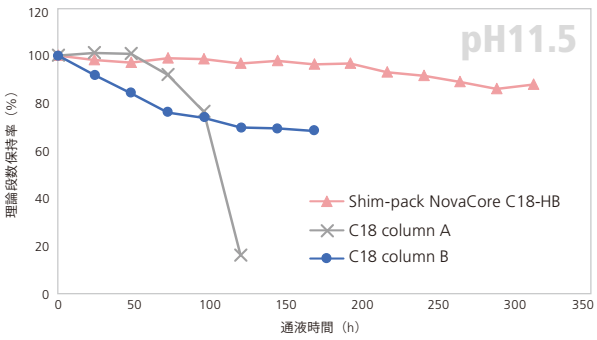


Fig. 39　塩基性移動相を通液した場合の理論段数保持率の経時変化

コアシェルカラムは、粒子の内側が非多孔質、外側が多孔質という構造を持っています。この構造によって、コアシェルカラムと全多孔性カラムでは、カラム内での分析成分の拡散が異なります。全多孔性カラムでは、分析成分が粒子の内部まで入り込み、そこで拡散・分離が行われます。一方、コアシェルカラムでは、分析成分は粒子の外側にある薄い多孔質層のみに拡散するため、分離が効率的に行われます。この違いにより、コアシェルカラムはより短時間でシャープなピークを得ることが可能です。

同じサイズの全多孔性カラムとコアシェルカラムを比較した場合、コアシェルカラムでは分析時間が短縮されました。分析時間が短縮されることで使用する移動相の消費量を減らすことができ、コスト削減や環境負荷の軽減にもつながります。

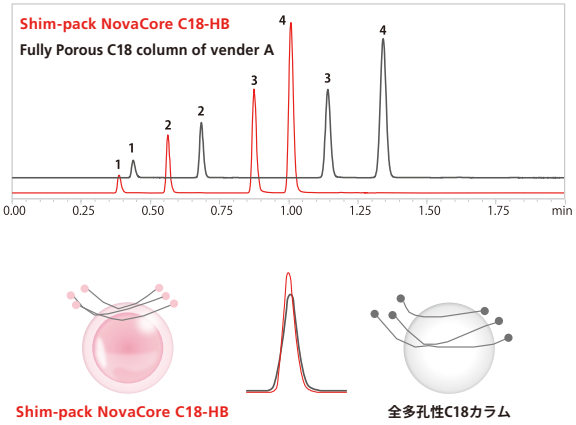


Fig. 40　Shim-pack NovaCore C18-HB（コアシェルカラム）と他社カラム（全多孔性C18カラム）の比較

Shim-pack NovaCore C18-HBは、スケーラビリティーに優れたLCカラムです。カラムサイズや粒子径を幅広くラインアップしており、ラボでのメソッド開発から日常的なルーチン分析に至るまで、一貫して高いパフォーマンスを発揮します。粒子径やカラム内径の選択肢が豊富に用意されているため、再現性を維持しながら迅速かつ効率的にメソッド移行を行うことができます。汎用分析から高速分析へメソッド移行する際には、分離挙動をそのままに高速化が可能であり、移行作業の手間を大幅に削減します。

	C18
USP分類	L1
官能基タイプ	C18
粒子径(μm)	1.7, 2.6, 5
ポアサイズ(nm)	10
表面積(m^2/g)	200
炭素含有量(%)	11
エンドキャップ	Yes
pH範囲	1-12
耐圧	103 MPa

Fig. 42　Shim-pack NovaCore C18-HBの仕様

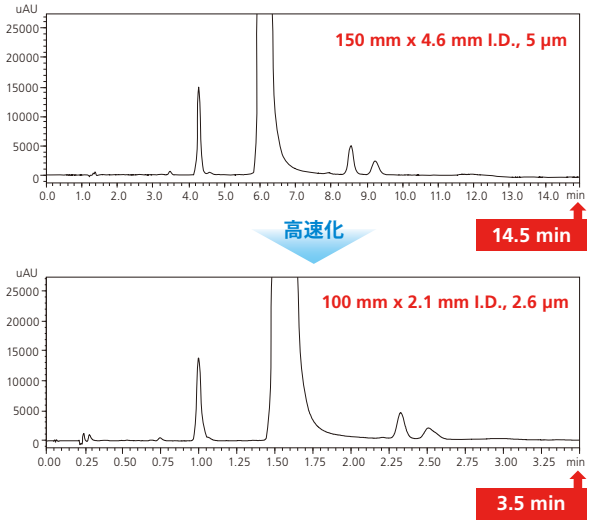


Fig. 41　Shim-pack NovaCore C18-HBを用いた高速化の例

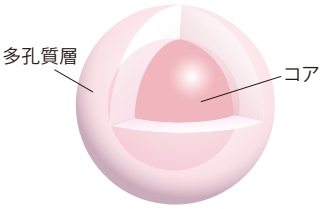


Fig. 43　コアシェルカラムの充填剤

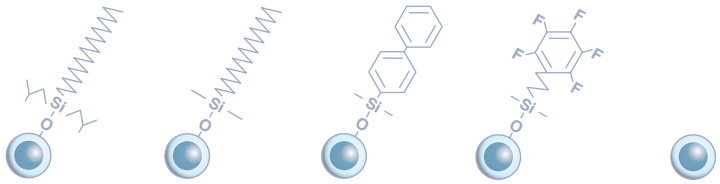
詳細はこちら

Fig. 44　Shim-pack NovaCore C18-HB

4-5. Shim-pack Veloxシリーズ

LC分離性能最大化のためにデザインされたShim-pack Veloxカラムは、コアシェルテクノロジーを採用し、使用するLC装置に適した圧力で、分離向上や分析時間短縮を実現します。Shim-pack Veloxシリーズは圧力当たりの理論段数が高く、LC分離性能最大化のためにデザインされたカラムで、既存分析法の分離を維持したままスループット向上に向けた分析移管なども可能です。

分離選択性の異なる豊富なカラムケミストリー（逆相4種、HILIC1種）と幅広い粒子径・サイズのラインアップにより、幅広いアプリケーションにご使用いただけます。（参照：Fig. 45）



		SP-C18	C18	Biphenyl	PFPP	HILIC
USP 分類		L1	L1	L11	L43	L3
官能基タイプ		Sterically protected C18	C18	Biphenyl	Pentafluorophenyl propyl	None
粒子径（μm）		1.8, 2.7, 5	1.8, 2.7, 5	1.8, 2.7, 5	1.8, 2.7, 5	2.7
ポアサイズ		90 Å	90 Å	90 Å	90 Å	90 Å
表面積	1.8 μm	125 m^2/g	125 m^2/g	125 m^2/g	125 m^2/g	
	2.7 μm	130 m^2/g	130 m^2/g	130 m^2/g	130 m^2/g	130 m^2/g
	5 μm	100 m^2/g	100 m^2/g	100 m^2/g	100 m^2/g	
炭素含有率	1.8 μm	7 %	9 %	7 %	4 %	
	2.7 μm	7 %	7 %	7 %	4 %	N/A
	5 μm	5 %	5 %	5 %	3 %	
エンドキャップ		No	YES	YES	No	N/A
pH範囲		1.0-8.0	2.0-8.0	1.5-8.0	2.0-8.0	2.0-8.0
耐圧	1.8 μm	100 MPa*	100 MPa*	100 MPa*	100 MPa*	
	2.7 μm	60 MPa	60 MPa	60 MPa	60 MPa	60 MPa
	5 μm	40 MPa	40 MPa	40 MPa	40 MPa	

*カラム寿命を最大化するため、1.8 μmカラムは通常は80 MPa以下でご使用ください

Fig. 45　Shim-pack Velox シリーズのラインアップ一覧

Shim-pack Veloxシリーズは低pH条件下での使用に向けてデザインされたVelox SP-C18（SP：Sterically -Protected）とスタンダードに使えるVelox C18があり、分析条件に応じて使い分けることで多様な分離選択性が得られます。

また、Shim-pack VeloxシリーズはBiphenyl基を有するシリーズです。Biphenyl基は他のPhenyl基よりも強いπ相互作用を示し、C18と比較して多様な相互作用から、双極子・不飽和化合物・抱合体など、通常逆相モードで保持の弱い化合物の保持に有利に働きます。

コアシェルカラムを使用する上での注意点を2点示します。

- **全多孔性カラムとコアシェルカラムのカラム背圧には大きな差はない点**

コアシェルカラムは同じ粒子径の全多孔性カラムと比較して、圧力当たりに対する理論段数が高く、ある理論段数に達するまでの圧力が低く抑えられやすいのが特長です。分析条件・粒子径・カラムサイズを変えずに全多孔性カラムからコアシェルカラムに変えても、カラム背圧自体は変わりません。

- **全多孔性カラムよりも HPLC 装置のシステムボリュームやサンプリングレートなどの影響を受けやすい**

一般的にコアシェルカラムは同じ粒子径の全多孔性カラムよりもカラム内拡散が小さく、化合物の移動速度が速いために、高理論段数を得ることができます。一方、コアシェルカラムは全多孔性よりもカラム内拡散が小さいため、カラム外拡散の影響を受けやすく、HPLC装置のシステムボリューム（配管ボリュームやセルボリュームなど）やサンプリングレートの調整が必要です。コアシェルカラムを使用しても思ったような理論段数が得られない場合はLCシステムの構成を確認ください。

詳細はこちら

Fig. 46　Shim-pack Velox シリーズ

5. 最後に

本稿ではラインアップしているShim-pack逆相カラムの中でもC18、C8、C4といった充填剤に炭素鎖を修飾させたカラムをメインで取り上げました。Shim-pack逆相カラムの中での選定で迷った際はFig. 47に示すShim-pack逆相カラムの選択チャートもご参照ください。

実際の分析では予めカラムが指定されているなどで、カラム選定に苦労しないケースもあります。一方、分析メソッドの開発では、カラムの選定は重要でありながら、悩むポイントです。

同じC18カラムと言えど、それぞれにコンセプトを持たせて設計されているため、カラムが変われば得られる分離選択性も大きく変わります。そのため、分析メソッドの開発時には、複数種のカラムをスクリーニングして適したカラム・分析条件を検討することをお薦めします。この時、Shim-pack逆相カラムは多様な分離選択性を提供できるラインアップとなっておりますので、メソッド開発時にはShim-packカラムの使用を是非ご検討ください。

また、カラムを含む分離条件のスクリーニングや最適化には、島津製作所が提供するLC分析メソッド開発支援ソフトウェアLabSolutions™ MD およびMethod Scouting Solutionも是非ご検討ください。

参考文献

[1] K. Kimata, K. Iwaguchi, S. Onishi, K. Jinno, R. Eksteen, K. Hosoya, M Araki And N.Tanaka, ; J. Chromatogr. Sci., Vol. 27 (1989)

[2] Yoshihisa Sudo, Hiroshi Sakamaki; CHROMATOGRAPHY, Vol. 32 (2011)

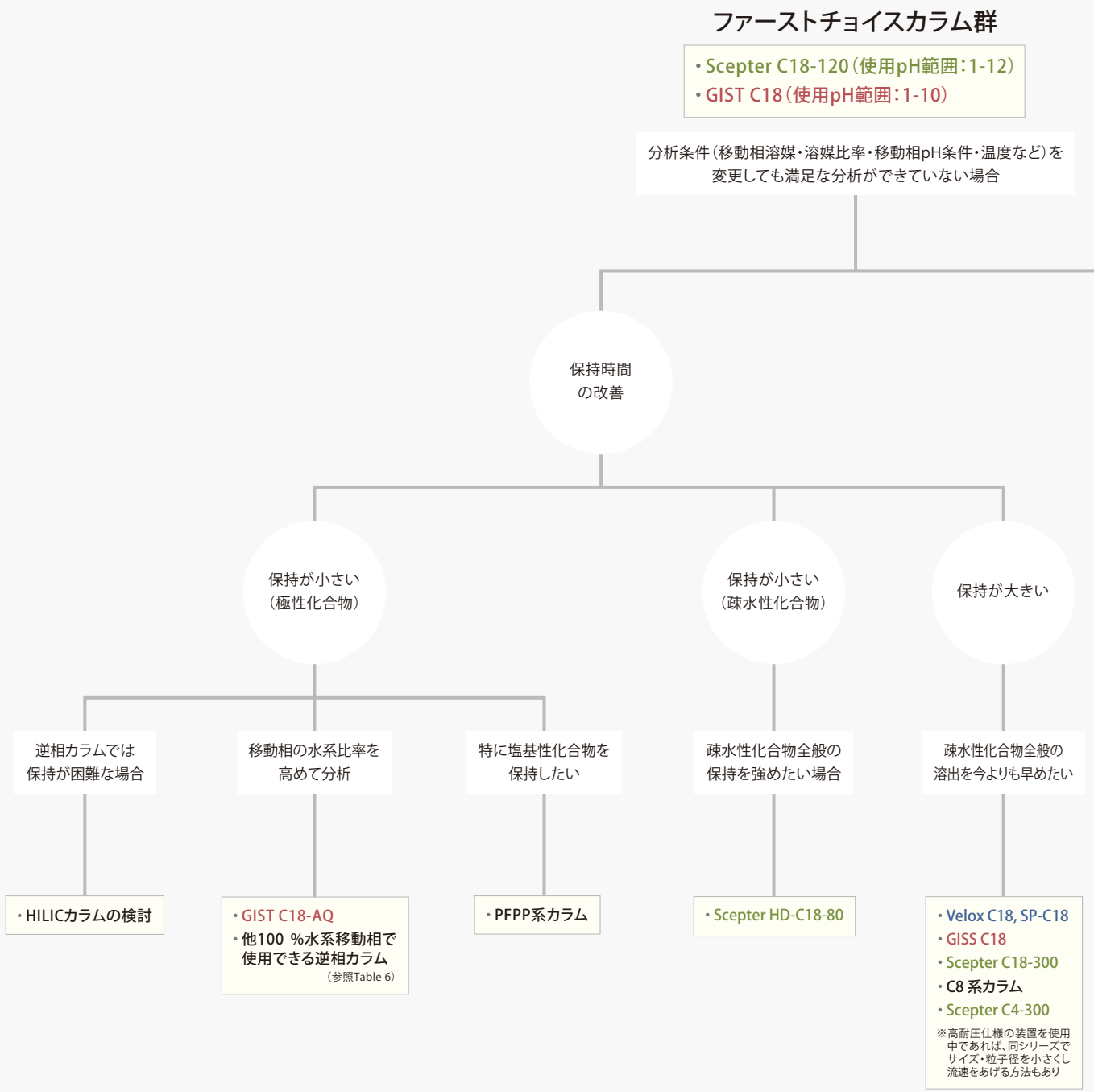
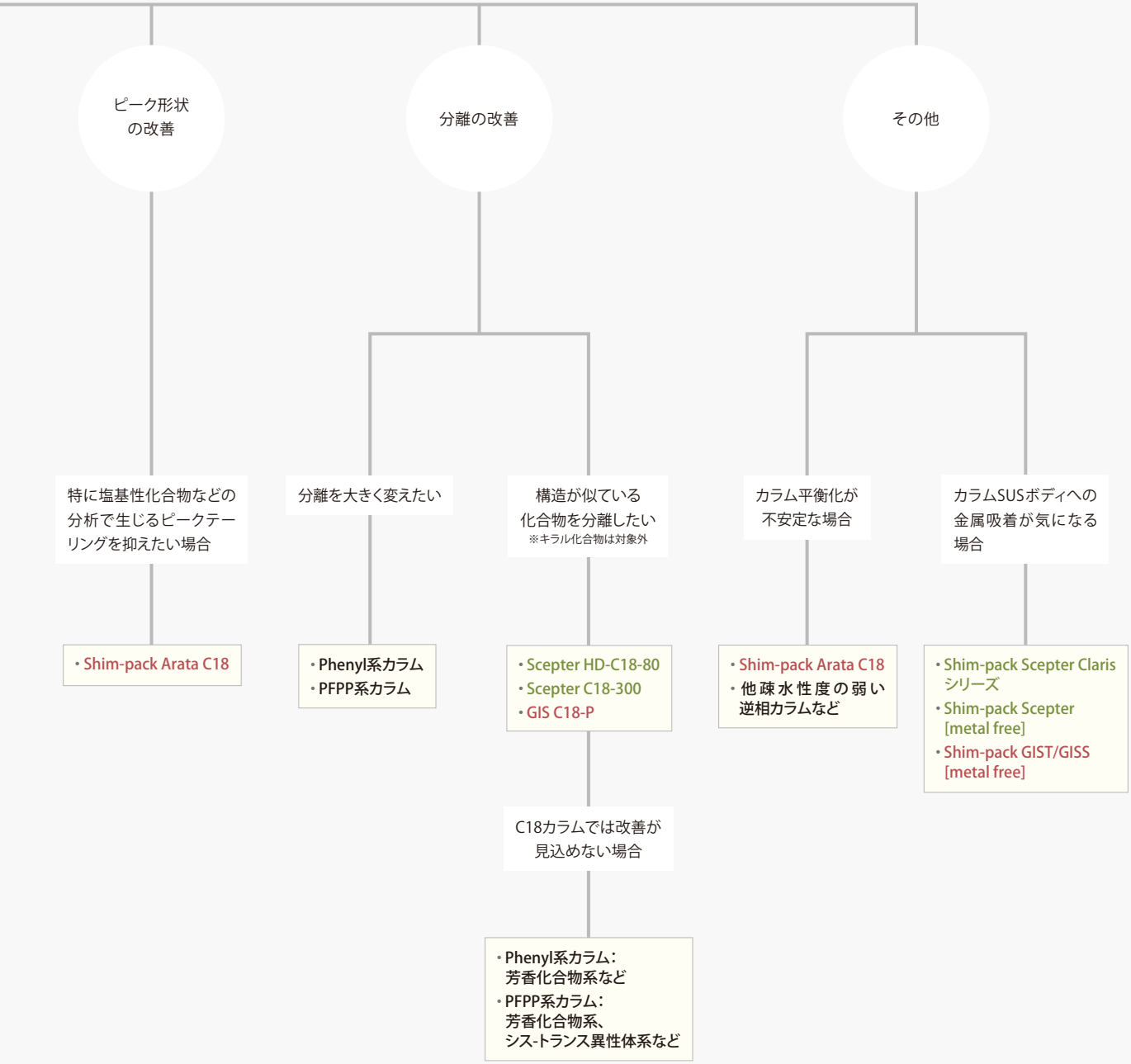


Fig. 47　Shim-pack カラムラインナップに

赤字：全多孔性シリカカラム
緑字：全多孔性有機シリカハイブリッドカラム
青字：表面多孔性シリカカラム（コアシェルシリカカラム）



※1 すべての Shim-pack カラムについて記載しているわけではありません。
※2 同じ括りにあるカラムでも分離選択性は大きく異なります。また、実際のカラムの選択は、分析対象物や条件によってはこのチャートよりも複雑になります。
本カラム選択チャートは分析結果を保証するものではなく、あくまでも参考程度にお使いください。

関して推奨する汎用逆相カラム選択チャート

CoreFocusロゴ、Shim-pack、Shim-pack Arata、Shim-pack Scepter、Shim-pack Velox、Nexera、TORASTおよびLabSolutions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。

株式会社 島津製作所
分析計測事業部　https://www.an.shimadzu.co.jp/

本資料の掲載情報に関する著作権は当社または原著作者に帰属しており、権利者の事前の書面による許可なく、本資料を複製、転用、改ざん、販売等することはできません。
掲載情報については十分検討を行っていますが、当社はその正確性や完全性を保証するものではありません。また、本資料の使用により生じたいかなる損害に対しても当社は一切責任を負いません。
本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。
初版発行：2023 年 6 月
© Shimadzu Corporation, 2025

3248-02501-10AIK