

Triartカラムを用いたメソッドスカウティング

株式会社ワイエムシイ

分離分析法の確立において良くある問題

こんな経験ありませんか？

- どのカラムを選んだら良いかわからない
- 分析条件の最適化の方法がわからない
- 良好な保持・分離・ピーク形状が得られない
- 条件最適化まで多大な時間を要する



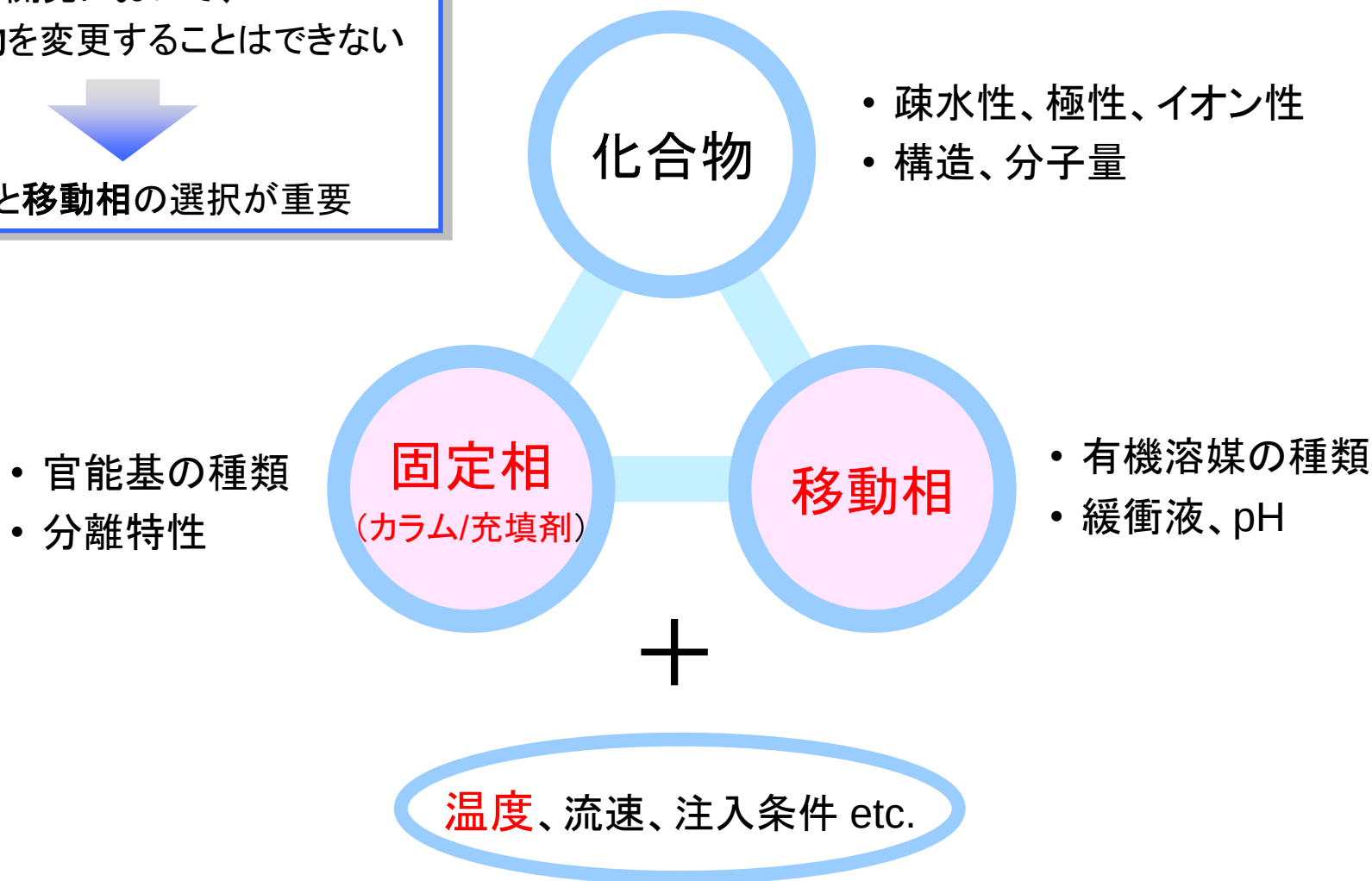
効率的なメソッド開発アプローチ(**逆相、キラル**)のご提案

1. 逆相-分離を大きく左右する3要素

メソッド開発において、
化合物を変更することはできない



カラムと移動相の選択が重要



HPLCメソッド最適化の流れ

化合物や分析条件に関する情報収集

基本条件探索に
『Triartカラム× 移動相』
スカウティングが有効!!

移動相（溶離液）

固定相（カラム）

有機溶媒の選択

pHや緩衝液/添加剤の選択

充填剤（官能基/ブランド）の選択

第2溶媒
の添加

pHや濃度の最適化

カラム効率の最適化

カラム長
粒子径

溶出条件の最適化

溶媒比率 (Isocratic or Gradient)、流速
注入条件、負荷量、検出条件・範囲、温度 etc.

GOAL

逆相メソッドスカウティング

<カラム>

<移動相>

1st choice

- ① Triart C18
- ② Triart C18 ExRS
- ③ Triart C8
- ④ Triart Phenyl
- ⑤ Triart PFP

×

有機溶媒

- ① acetonitrile
- ② methanol

グラジエント
5-90%有機溶媒

×

pH (水溶液)

- I. 酸性
- II. 中性
- III. アルカリ性



カラムと移動相の基本条件の選択



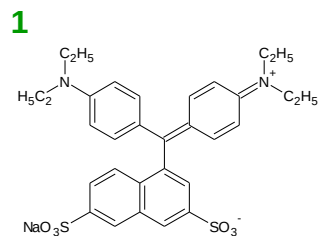
分離最適化(最終メソッド設定)

短時間メソッドスカウティング例

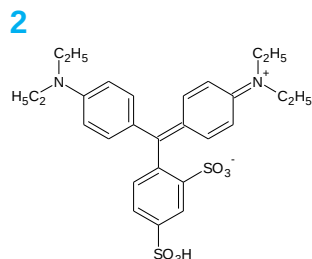
構造類似混合物(色素6成分)

Column : 50 X 2.0 mm I.D.
 Gradient : 5-90%B (0-5 min), 90%B (5-7 min)
 5%B (7-12 min) (次の分析のための平衡化)

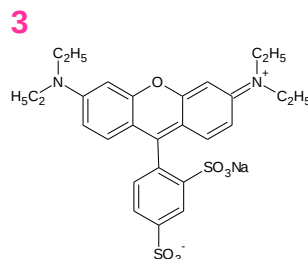
Flow rate : 0.2 mL/min
 Temperature : 40°C
 Detection : UV at 254 nm



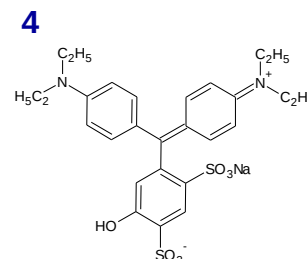
アシッドグリーン16



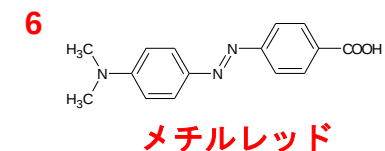
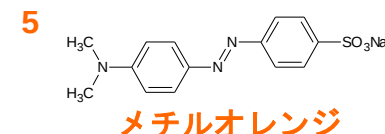
アシッドブルー1



アシッドレッド52



アシッドブルー3



サンプル

Mixture
(6成分)

1

カラム

- ① Triart C18
- ② Triart C18 ExRS
- ③ Triart C8
- ④ Triart Phenyl
- ⑤ Triart PFP

5

有機溶媒

- ① acetonitrile
- ② methanol

2

pH (水溶液)

- I. 酸性 (pH 2.9)
- II. 中性 (pH 6.1)

2

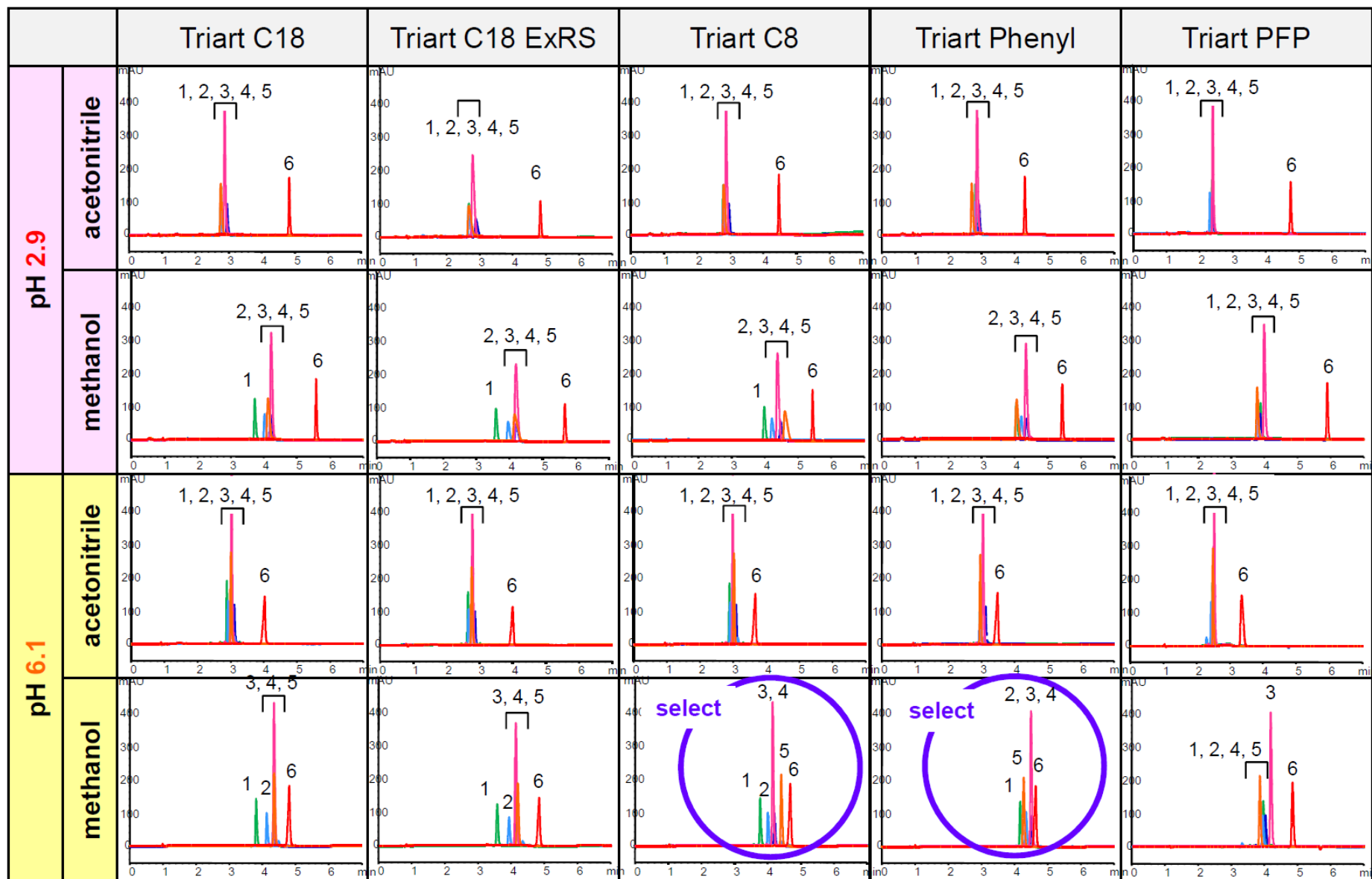
分析時間

12 min / run
(n=2で実施)

2

$$1 \times 5 \times 2 \times 2 \times 2 \times 12 \text{ min} = 480 \text{ min (8 hr)}$$

短時間分離メソッドスカウティング例（色素6成分）



短時間分離メソッドスカウティング例(色素6成分)

カラムと移動相の基本条件選択 ⇒ 最適化

選択した
カラム & 移動相
基本Gradient



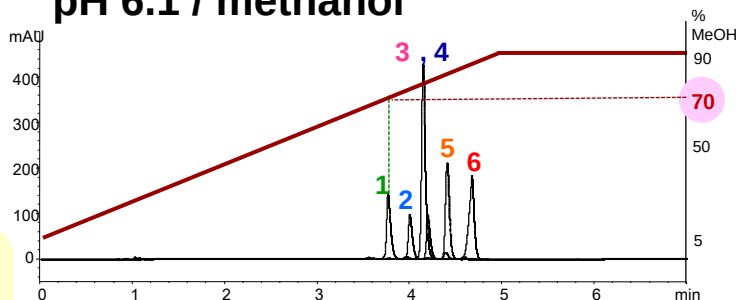
GradientからIsocraticへ

point

Gradient条件で溶出する
有機溶媒濃度(%)よりも
約20%低い濃度から検討

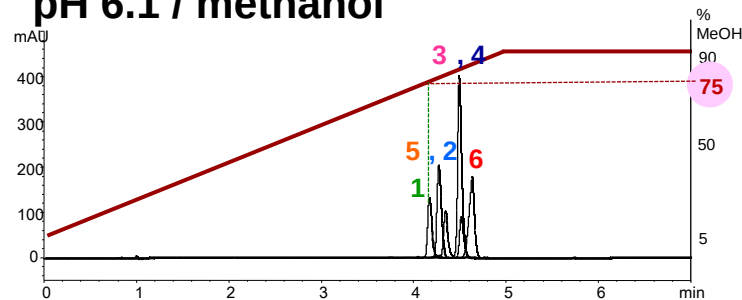
Triart C8

pH 6.1 / methanol



Triart Phenyl

pH 6.1 / methanol



Isocratic検討

n=2で実施

(2 x 2 x 7 min)

= 28 min



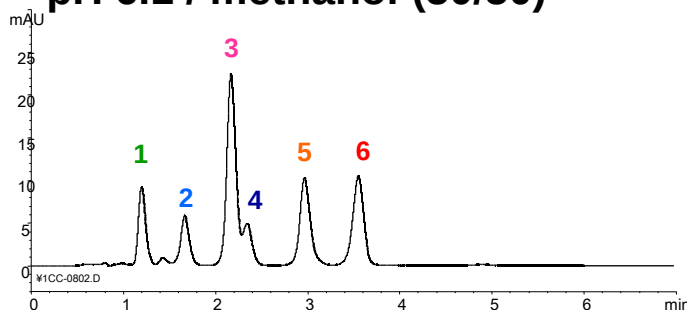
最適化!!

n=2で実施

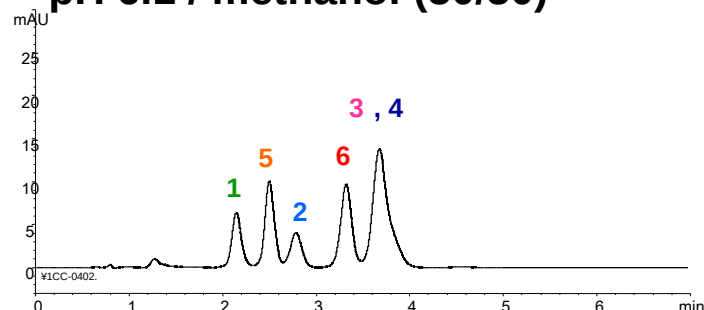
(2 x 7 min)

= 14 min

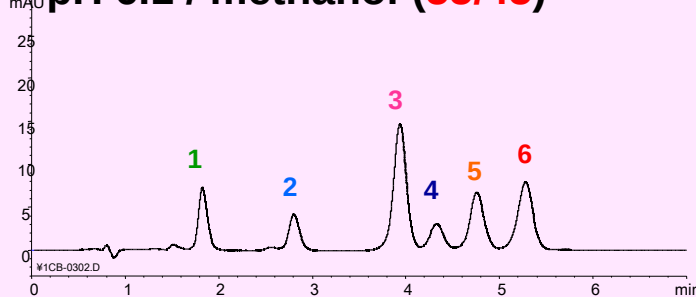
pH 6.1 / methanol (50/50)



pH 6.1 / methanol (50/50)



pH 6.1 / methanol (55/45)



スカウティング (8 hr) ~最適化まで
total 約 9 hr !!

逆相スカウティングまとめ

- ファーストチョイスカラムに求められる性能を十分に備えたTriart C18、および保持・分離に大きな変化をもたらすTriart C18 ExRS により、C18カラムの適応範囲が拡大
- さらにC18以外にユニークな選択性を有するカラムをラインナップしていることより、C18カラムと相補的に使用することが可能
- 『Triart × 移動相のpH × 有機溶媒の種類』を組み合わせたメソッドスカウティング方法を構築し、迅速な初期分離条件の開発(9時間)に成功