

Stationary Phase: **Silica**

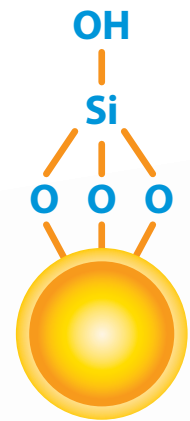
# Raptor

LC Columns

選択性の進化

## Raptor HILIC-Si: HILICへの変更をシンプルに

- イオン対試薬を使用しない極性化合物の保持
- SPPの高速性に最適な2.7 μmのRaptorコアシェル粒子
- LC-MS分析における理想的な感度と選択性の向上
- HPLCとUHPLCの両方で使用可能



### Ready for HILIC?

HILICモードでの一般的なトラブルを回避する方法はこちらをご参照ください。

[www.restek.jp/HILICtips](http://www.restek.jp/HILICtips)

**RESTEK** Pure Chromatography



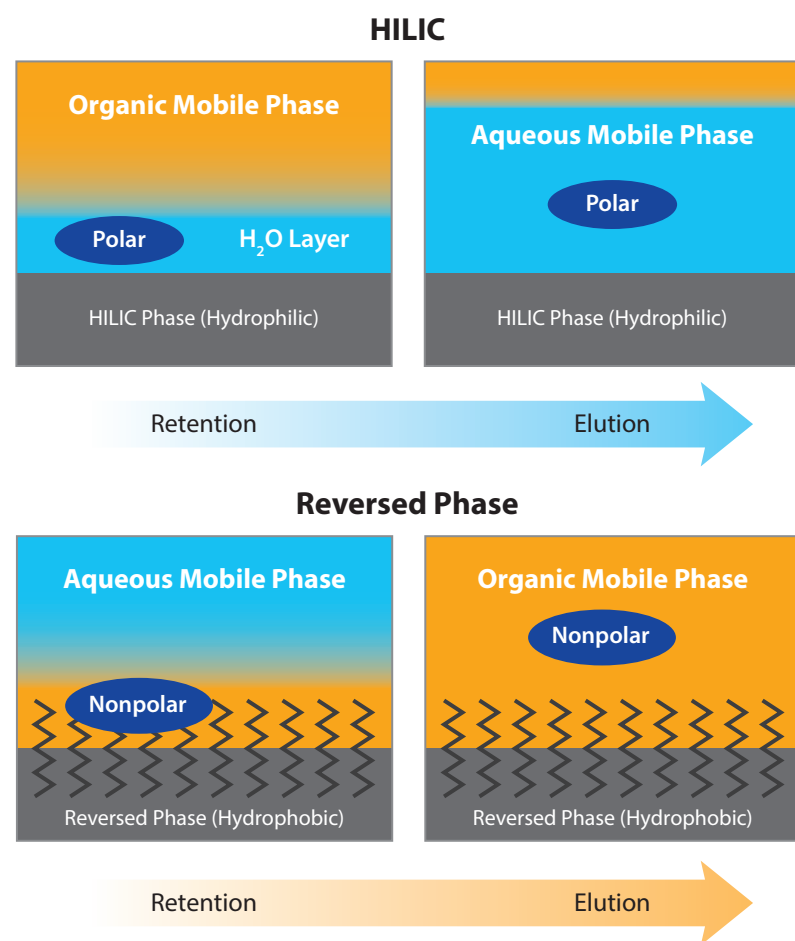
イニエルサイエンス株式会社

# Raptor HILIC-Siカラム

Restekのケミストは、固定相による高い選択性をもたらす分離という、RestekのUSLC技術と表面多孔性粒子（一般的にSPPまたは「コアシェル」粒子と呼ばれる）による高速分析を初めて組み合わせました。この新しい考え方に基づくカラムは、高価なUHPLシステムがなくても高速分離を可能にしました。RestekはRaptor HILIC-Siカラムをランナップに追加することで、Raptorシリーズの高速分析と信頼性をHILICモードへと拡張させました。

親水性相互作用クロマトグラフィー（HILIC）<sup>(1)</sup>は、極性の違いによって分離される水溶性化合物に対する保持に優れているため、逆相クロマトグラフィーでは保持が難しい極性化合物に対する分離手法として用いられます。Raptor HILIC-Siカラムにより、HILICモードへの変更がシンプルになります。RaptorシリーズはHILICモードでも、頑健性と従来のFPPIに比べて分析時間を短くするSPPシリカカラムの特長を兼ね備え、イオン対試薬を用いずに極性化合物を保持し、信頼性が高く、LC-MSに適した移動相での選択性を提供します。

図1：極性化合物の保持が必要な場合にはHILICモードを使用してください。逆相モードでは有機溶媒が溶出力の強い溶媒であるのとは反対に、HILICモードでは水が溶出力の強い溶媒となります。



カラム仕様：



ポアサイズ：  
90 Å

粒子径：  
2.7 μm 表面多孔性シリカ  
(SPP もしくは “コアシェル”)

表面積：  
150 m<sup>2</sup>/g

エンドキャップ：  
なし

炭素含有量：  
NA

USP コード：  
L3

固定相カテゴリ：  
Bare silica

官能基タイプ：  
なし

推奨使用条件：  
pH 範囲：2.0 – 8.0

最高使用温度：80°C

耐圧：600 bar/8,700 psi

特長：

- HPLC と UHPLC の両方で使用可能。
- Restek の 2.7 μm コアシェル粒子は SPP の高速性と Raptor のパフォーマンスを提供します。

Raptor HILIC-Si カラムが推奨されるケース：

- 低分子極性化合物の保持を強めたい場合。
- イオン対試薬の使用を避けたい場合。
- LC-MS を用いた分析で、親水性化合物の保持と選択性が必要な場合。

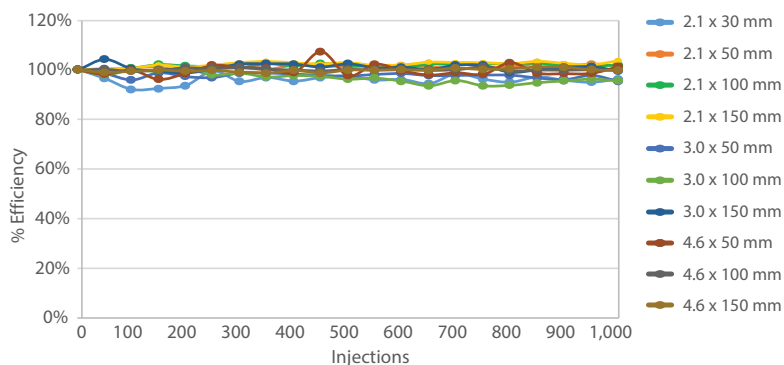


(1) A.J. Alpert, Hydrophilic-interaction chromatography for the separation of peptides, nucleic acids and other polar compounds, J. Chromatogr. 499 (1990) 177-196.

## Raptorテクノロジーによる堅牢性と再現性のあるパフォーマンス

Raptor LCカラムはその堅牢な信頼性で知られています。新しいRaptor HILIC-SiカラムはRaptorカラムの性能をHILICへと引き継ぎました。ロット間始まり、カラム間および注入毎にいたるまで、Raptor HILIC-Siカラムは一貫した性能を提供します(図2、3)。Raptor HILIC-Siカラムの信頼性はHILICへの移行をシンプルにしました。

図2: Raptor HILIC-Siカラムは、575 barの圧力下においてもカラムサイズに関わらずカラム効率を維持できます。線速度を上げてその性能は変わりません。



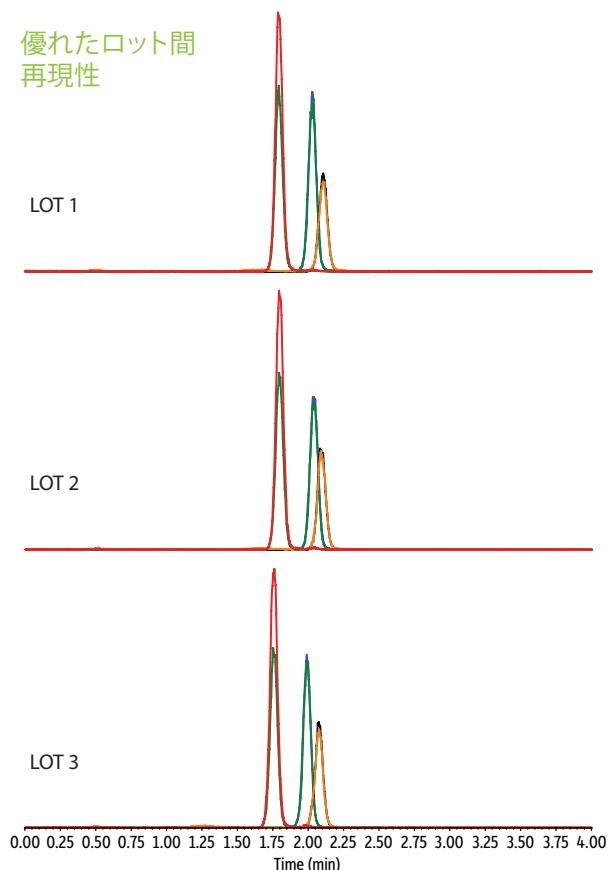
全て2.7 $\mu$ mのRaptor HILIC-Siカラムを使用

図3: 厳しい品質管理により、堅牢なRaptor HILIC-Siカラムはロット間および注入毎の優れた再現性を提供します。

| ピーク                  | 濃度 (ng/mL) | プリカーサー イオン | プロダクト イオン | プロダクト イオン |
|----------------------|------------|------------|-----------|-----------|
| 1. 3-Methoxytyramine | 1          | 151.00     | 119.00    | 91.02     |
| 2. Metanephrine      | 1          | 179.94     | 148.22    | 165.01    |
| 3. Normetanephrine   | 1          | 166.00     | 134.02    | 121.01    |

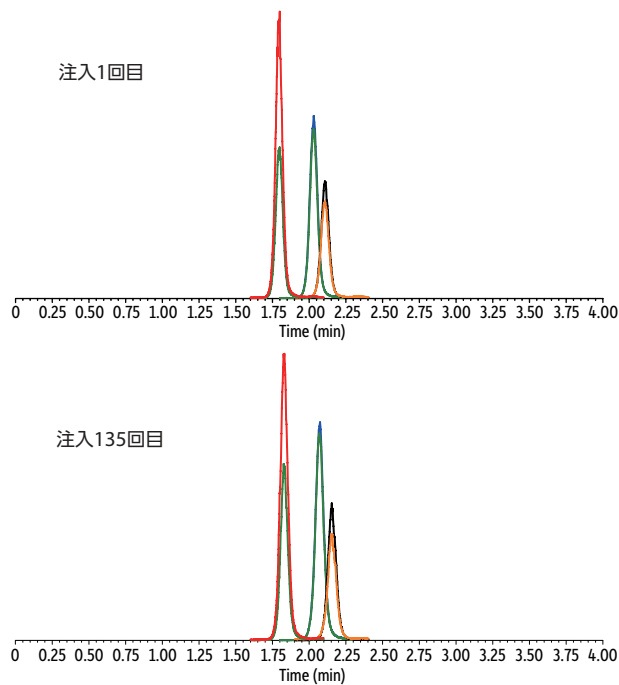
| ピーク                  | 濃度 (ng/mL) | プリカーサー イオン | プロダクト イオン | プロダクト イオン | 1回目 注入 (t <sub>r</sub> ) | 135回 注入 (t <sub>r</sub> ) |
|----------------------|------------|------------|-----------|-----------|--------------------------|---------------------------|
| 1. 3-Methoxytyramine | 1          | 151.00     | 119.00    | 91.02     | 1.80                     | 1.83                      |
| 2. Metanephrine      | 1          | 179.94     | 148.22    | 165.01    | 2.03                     | 2.07                      |
| 3. Normetanephrine   | 1          | 166.00     | 134.02    | 121.01    | 2.11                     | 2.15                      |

優れたロット間  
再現性



LC\_CF0690\_0691\_0692

優れた注入再現性



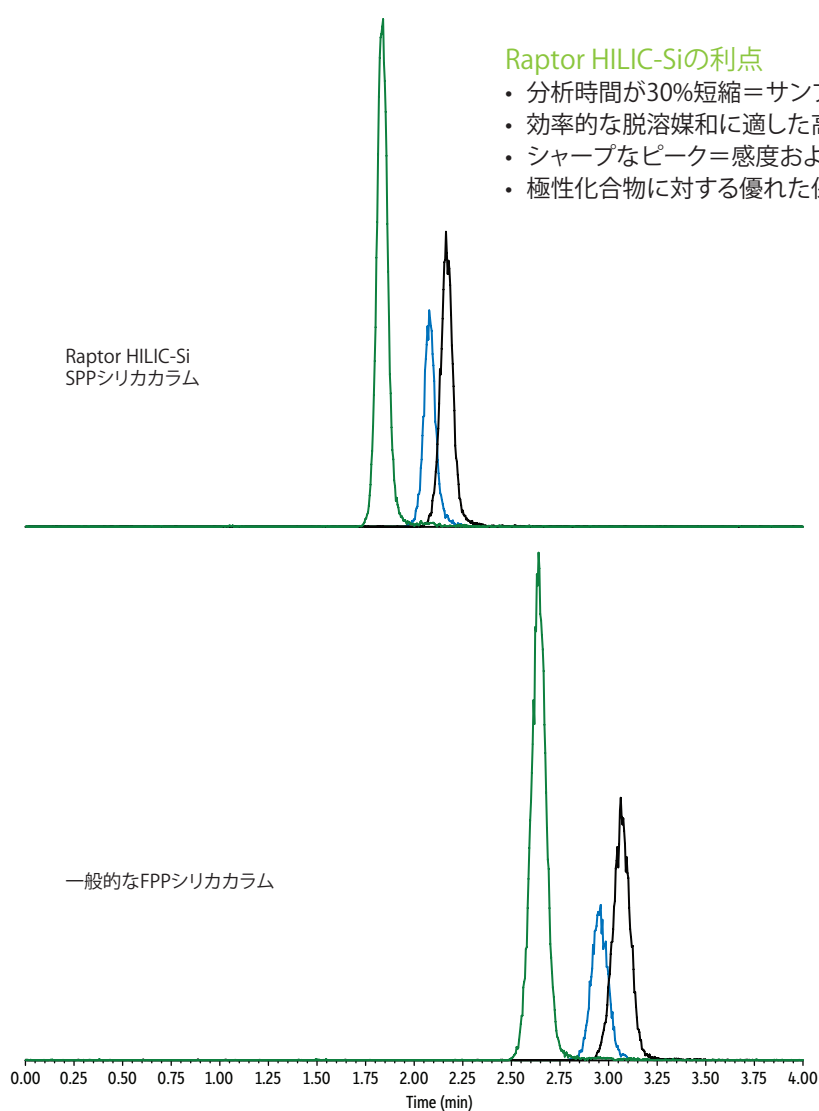
LC\_CF0701

カラム: Raptor HILIC-Si (cat.# 9310A52); サイズ: 50 mm x 2.1 mm ID, 粒子径: 2.7  $\mu$ m; 温度: 30  $^{\circ}$ C; サンプル: 希釈液: 移動相A: 移動相B (10:90); 濃度: 1 ng/mL; 注入量: 10  $\mu$ L; 移動相: A: 水, 100 mM 酢酸アンモニウム, pH 3.0; B: アセトニトリル; グラジエント (%B): 0.00 min (90% B), 5.00 (90% B); 流量: 0.3 mL/min; 検出器: MS/MS; イオンモード: ESI+; 測定モード: MRM; 装置: UHPLC

## Raptor SPP + HILIC = より速く、より高感度

Raptor HILIC-Siカラムの特長はなんですか。答えは簡単です。HILICの保持メカニズムのもたらすユニークな分離能とRaptor SPPカラムによる分析時間の短縮です。表面多孔性粒子 (SPP) の利点は良く知られています。SPPカラムは、シリカコアに結合された多孔質シリカの層によって特徴づけられ、より早くより効率的な分離をもたらします。図4に示すように、装置パラメータ (流量、グラジエント、温度) を一定に保ち、3 μmの全多孔性粒子 (FPP) のシリカカラムと2.7 μmのRaptor HILIC-Siカラムを比較すると、その利点は明確です。Raptor HILIC-Siカラムは分析時間の短縮とシャープなピークによる高感度化が可能のため、サンプルスループットが向上し、保持が難しい極性化合物の定量下限 (LOQ) を下げることができます。

図4: Raptor HILIC-SiカラムによるSPPの高速分離により、1日のサンプル処理能力は向上します。



### Raptor HILIC-Siの利点

- 分析時間が30%短縮＝サンプルスループットの向上
- 効率的な脱溶媒和に適した高有機溶媒での溶出
- シャープなピーク＝感度およびLOQの改善
- 極性化合物に対する優れた保持

Raptor HILIC-Si  
SPPシリカカラム

一般的なFPPシリカカラム

LC\_CF0693\_0694

| ピーク                  | 濃度<br>(ng/mL) | プリカーサー<br>イオン | プロダクト<br>イオン | Raptor<br>t <sub>R</sub> (min) | FPP<br>t <sub>R</sub> (min) |
|----------------------|---------------|---------------|--------------|--------------------------------|-----------------------------|
| 1. 3-Methoxytyramine | 1             | 151.00        | 119.00       | 1.84                           | 2.64                        |
| 2. Metanephrine      | 1             | 179.94        | 148.22       | 2.08                           | 2.96                        |
| 3. Normetanephrine   | 1             | 166.00        | 134.02       | 2.16                           | 3.06                        |

RaptorHILIC-SiSPPカラム(cat.#9310A52)50mmx2.1mmID,粒子径:2.7μm;一般的なFPPシリカカラム,50mmx2.1mmID,粒子径:3.0μm;温度:30℃;サンプル:希釈液;移動相A:移動相B(10:90);濃度:1ng/mL;注入量:10μL;移動相:A:水,100mMギ酸アンモニウム,pH3.0;B:アセトニトリル;グラジエント(%B):0.00min(90%B),5.00(90%B);流量:0.3mL/min;検出器:MS/MS;イオンモード:ESI+;測定モード:MRM;装置:UHPLC

## イオン対試薬を用いた逆相モードから高性能な Raptor HILIC-Si へ

逆相モードでの分析が難しい場合の解決策として、HILICモードは一般的な選択肢になりつつあります。では、HILICが有益な代替法となるのはどんな場合でしょうか？HILICは、イオン対試薬なしで逆相モードで保持をするのが難しい低分子極性化合物を分析する場合の選択肢です。例えば、電荷の高い第4級アンモニウム除草剤であるパラコートとジクワットは、よくイオン対試薬を用いて逆相モードで分離されます(図5)。しかし、イオン対試薬はLC-MS/MSを汚染する可能性があり、クリーニングのために装置のダウンタイムが増えてしまいます。Raptor HILIC-Siカラムでは、イオン対試薬は不要となり、パラコートとジクワットは質量分析計に適した移動相や緩衝塩で保持ができるため、装置のダウンタイムは減少します(図6)。

図5: パラコートとジクワットのイオン対試薬を用いた逆相モードによる分析

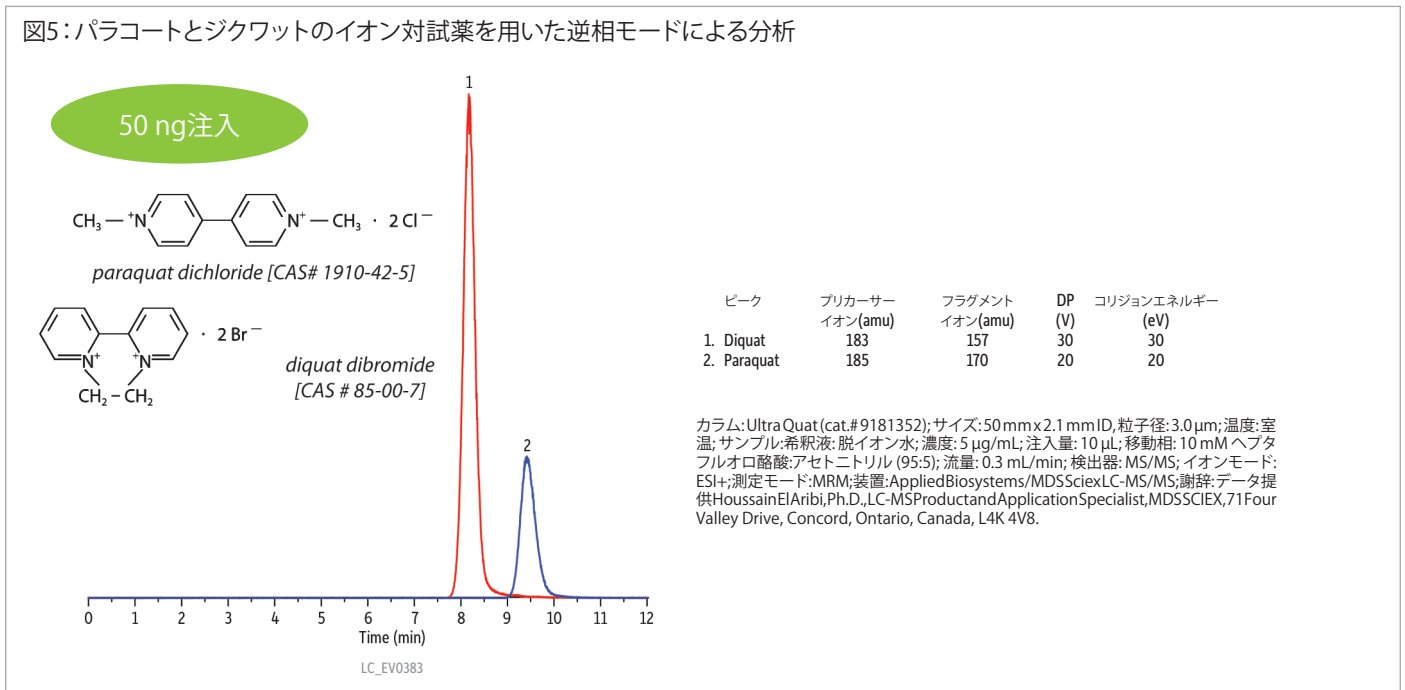
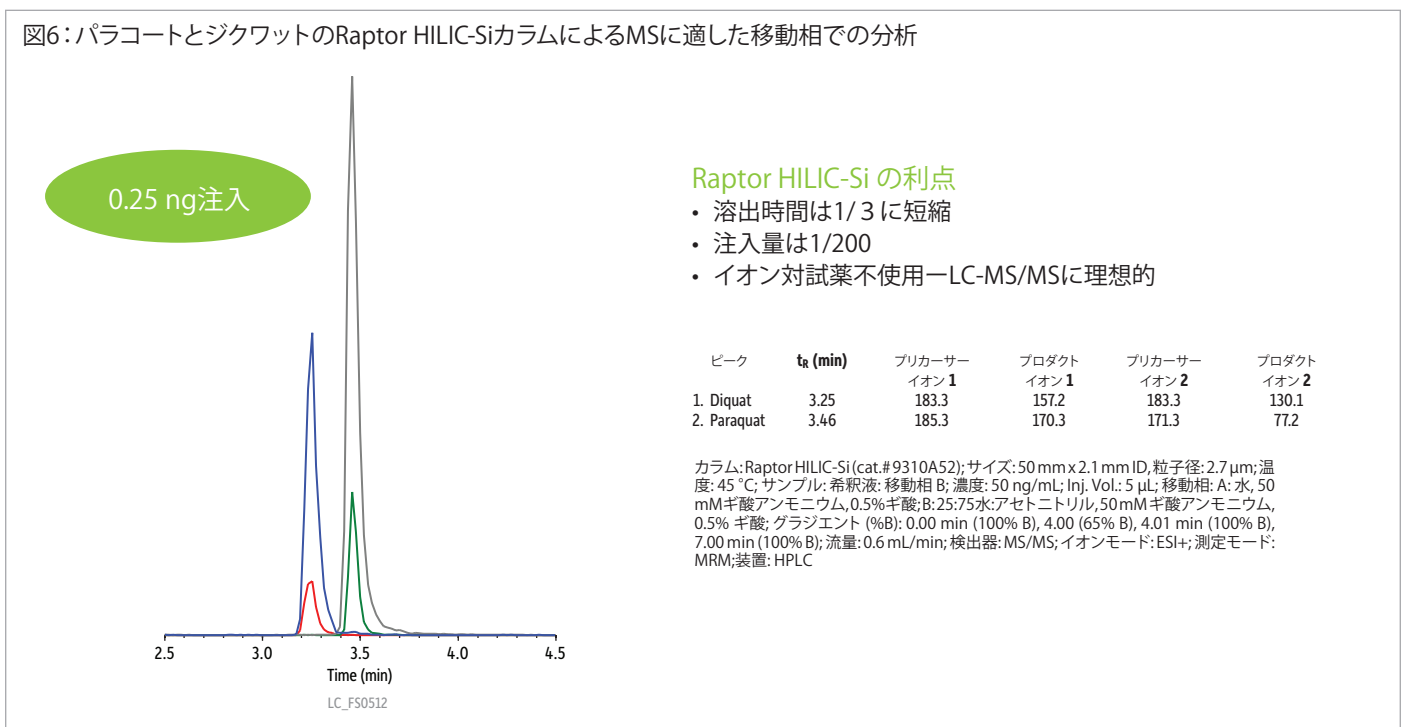


図6: パラコートとジクワットのRaptor HILIC-SiカラムによるMSに適した移動相での分析



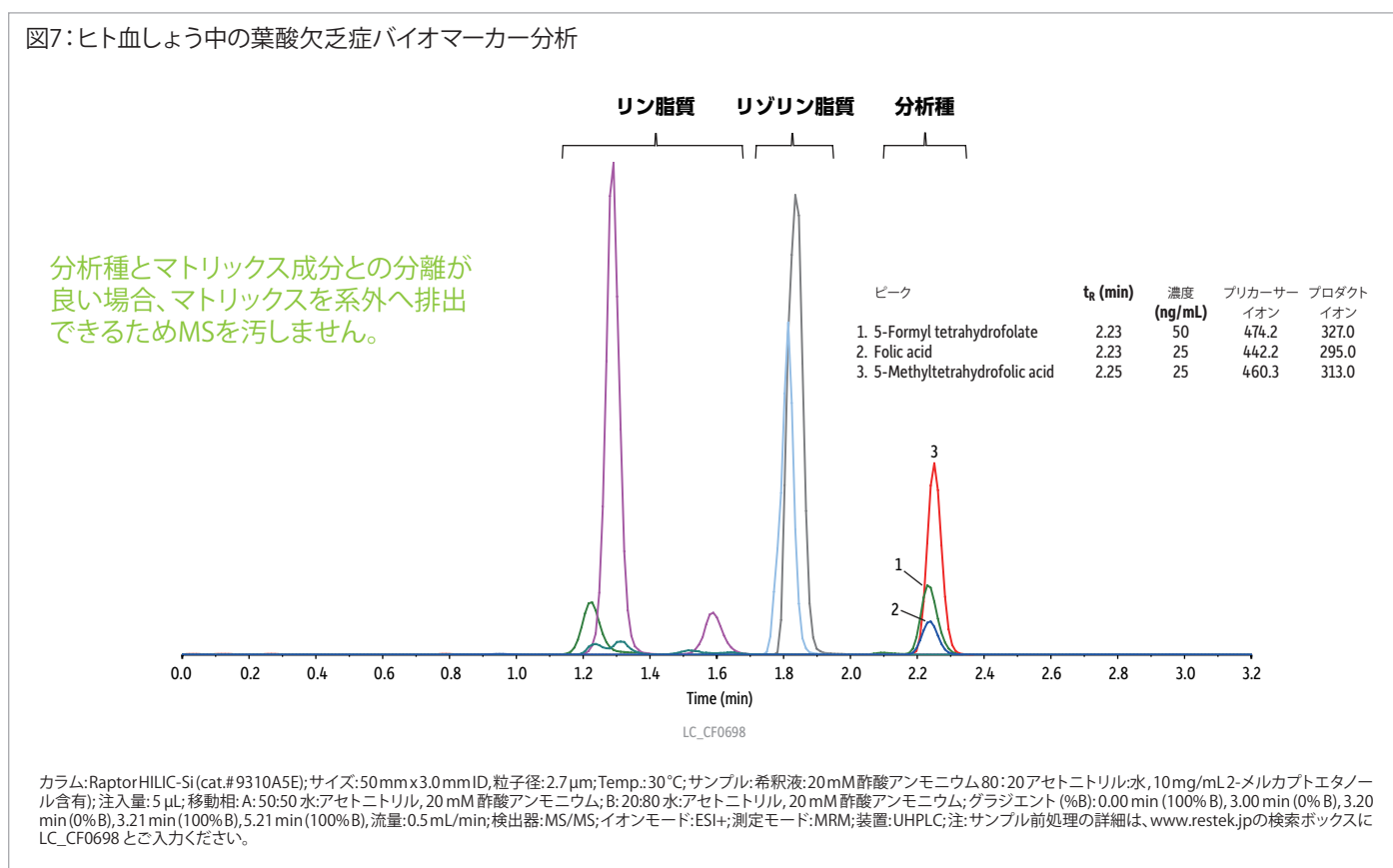
## LC-MS/MSの性能を向上させるRaptor HILIC-Si

HILICモードが標準的な逆相モードと異なる一番のポイントは、水系移動相がより強い溶出力を持つという点です。これにより、マトリックスが溶出するまで低分子極性化合物を保持できるような選択性もたらされます。加えて、HILICモードで使用される高濃度有機溶媒移動相はエレクトロスプレー法におけるイオン化の溶媒気化を促進し、LC-MS/MSでの感度の改善へとつながります。HILICモードによるマトリックス効果の低減とLC-MS/MSの感度向上の例を紹介します。

### 葉酸およびその代謝物

葉酸欠乏症は、新生児神経管閉鎖障害や心血管疾病、アルツハイマー病およびある種のがんなどを含む様々なヒトの健康問題の危険因子と考えられています。血しょう中の葉酸やその代謝物濃度は葉酸欠乏症のバイオマーカーとして使用されます。しかし、葉酸やその代謝物を血しょうから抽出すると、リン脂質も抽出されてしまい、正確な定量を阻害するマトリックス効果を引き起こす可能性があります。サンプル前処理が適切におこなわれたとしても、リン脂質を100%除去することは難しく、低濃度であっても測定妨害となり、イオン源を汚染する可能性があります。HILICモードに切り替えることにより、マトリックス成分を目的化合物から分離でき、葉酸欠乏症のバイオマーカーの正確な定量へとつながります (図7)。

図7: ヒト血しょう中の葉酸欠乏症バイオマーカー分析

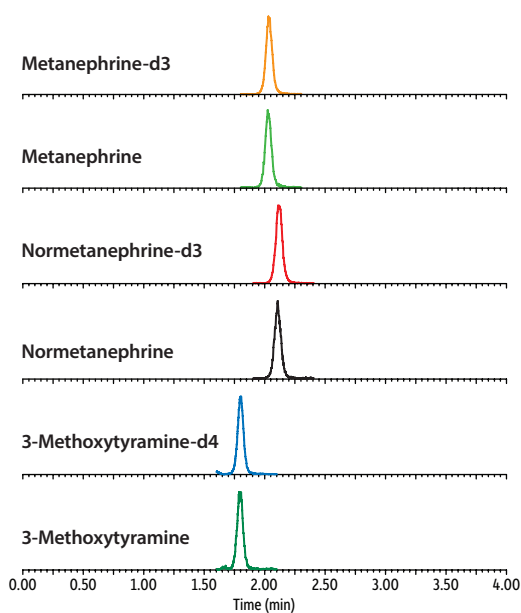


### モノアミン神経伝達物質およびその代謝物

血しょうおよび尿中のモノアミン神経伝達物質とその代謝物の測定は、神経芽細胞腫や褐色細胞腫の治療効果判定や診断に用いられています。遊離メタネフリンおよびノルメタネフリンの定量には感度と正確さが求められますが、逆相クロマトグラフィーではこれらの極性化合物の分析は感度や保持の面で問題があります。図8に示すように、Raptor HILIC-Siカラムではこれらの極性代謝物も適切に保持され、ヒト血しょう中の50 pg/mLを検出でき、臨床目的に必要な感度を提供します (図8)。



図8: 血しょう中の微量メタネフリン、ノルメタネフリンおよび3-メトキシチラミンの分析



50 pg/mLでの良好なシグナルノイズ比

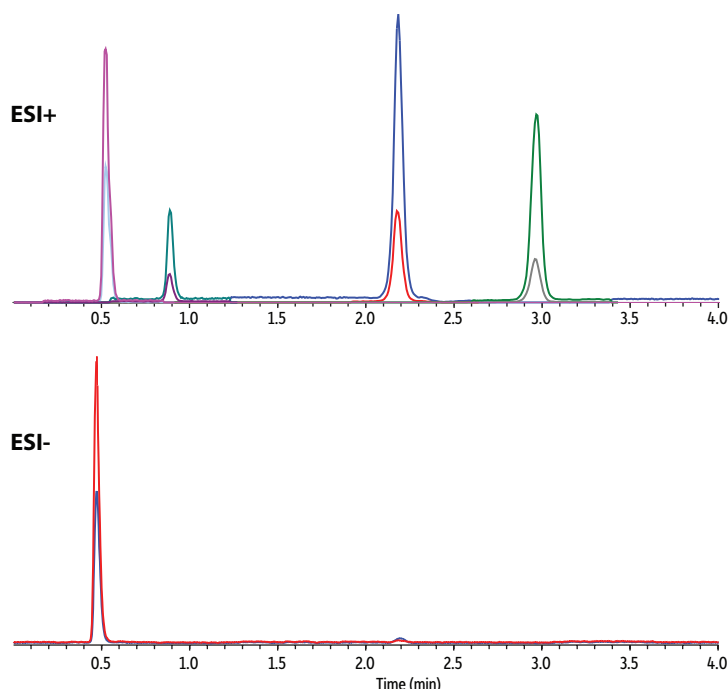
| ピーク                          | t <sub>R</sub> (min) | 濃度 (pg/mL) | プリカーサーイオン | プロダクトイオン |
|------------------------------|----------------------|------------|-----------|----------|
| 1. 3-Methoxytyramine-d4 (IS) | 1.80                 | 400        | 155.07    | 122.93   |
| 2. 3-Methoxytyramine         | 1.80                 | 50         | 151.00    | 119.00   |
| 3. Metanephrine-d3 (IS)      | 2.03                 | 200        | 183.00    | 151.15   |
| 4. Metanephrine              | 2.03                 | 50         | 179.94    | 148.22   |
| 5. Normetanephrine-d3 (IS)   | 2.11                 | 400        | 169.00    | 136.96   |
| 6. Normetanephrine           | 2.11                 | 50         | 166.00    | 134.02   |

カラム: Raptor HILIC-Si (cat.# 9310A52); サイズ: 50 mm x 2.1 mm ID, 粒子径: 2.7 μm; 温度: 30 °C; サンプル: 希釈液: 移動相 A: 移動相 B (10:90); 注入量: 10 μL; 移動相: A: 水, 100 mM ギ酸アンモニウム, pH 3.0; B: アセトニトリル; グラジエント (%B): 0.00 min (90% B), 5.00 min (90% B); 流量: 0.3 mL/min; 検出器: MS/MS; イオンモード: ESI+; 測定モード: MRM; 装置: UHPLC; 注: サンプル前処理の詳細は、www.restek.jpの検索ボックスに LC\_CF0689 とご入力ください。

### 食品添加物

タンパク質含有量の高い食品は一般的に高価です。そのため、タンパク質含有量を実際の値よりも高くみせかけるためにメラミンのような窒素含有量の高い化合物を用いた違法な食品添加がおこなわれることがあります。メラミンおよびその類似構造物は毒性が高いため、多くの国で食品、飼料原料および医薬品成分に対する検査が必要とされています。図9に示す分析条件は、Raptor HILIC-Siカラムを使用することで、サイクルタイム8分、分離に要する時間は3.5分でこれらの極性の高い化合物に対する優れた保持を提供します。

図9: Raptor HILIC-Siによる食品添加物分析



Raptor HILIC-Siカラムはメラミンやその類似化合物のような極性の高い化合物の分析をシンプルにします

| ピーク              | t <sub>R</sub> (min) | プリカーサーイオン | プロダクトイオン | プロダクトイオン | 極性 |
|------------------|----------------------|-----------|----------|----------|----|
| 1. Cyanuric acid | 0.47                 | 127.8     | 84.9     | 42.1     | -  |
| 2. Cyromazine    | 0.52                 | 167.0     | 68.2     | 85.1     | +  |
| 3. Melamine      | 0.89                 | 127.2     | 85.0     | 68.3     | +  |
| 4. Ammelide      | 2.18                 | 129.1     | 86.1     | 70.2     | +  |
| 5. Ammeline      | 2.97                 | 128.2     | 86.2     | 69.1     | +  |

カラム: Raptor HILIC-Si (cat.# 9310A52); サイズ: 50 mm x 2.1 mm ID, 粒子径: 2.7 μm; Temp.: 30 °C; Sample: 希釈液: 5:95 水:アセトニトリル, 10 mM ギ酸アンモニウム, 0.1% ギ酸; 濃度: 25 ng/mL; 注入量: 5 μL; 移動相: A: 水, 10 mM ギ酸アンモニウム, 0.1% ギ酸; B: 5:95 水:アセトニトリル, 10 mM ギ酸アンモニウム, 0.1% ギ酸; グラジエント (%B): 0.00 min (100% B), 0.50 (100% B), 3.50 min (95% B), 3.51 min (100% B), 8.00 min (100% B); 流量: 0.6 mL/min; 検出器: MS/MS; イオンモード: ESI+/ESI-; 測定モード: Scheduled MRM; 装置: HPLC

# Raptor HILIC-Si: HILICへの変更をシンプルに



## カラムの粒子径

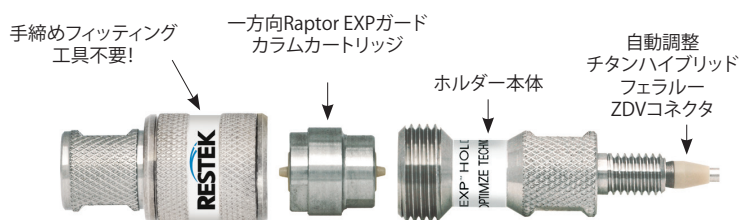
HILICモードの場合、有機溶媒比率が高いため背圧は低くなります。RestekはRaptor HILIC-Siの粒子径を2.7µmのみにすることで、選択をよりシンプルにしました。Restekのテスト及びアプリケーション開発では、2.7 µmカラムは5 µmカラムよりも効率が高く、ラボで使用されているHPLCとUHPLCのいずれのタイプでも使用できることが実証済みです。

## Raptor HILIC-Si LC カラム (USP L3)



| 長さ                | 2.1 mm<br>cat.# | 3.0 mm<br>cat.# | 4.6 mm<br>cat.# |
|-------------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| <b>2.7 µm カラム</b> |                 |                 |                 |
| 30 mm             | 9310A32         |                 |                 |
| 50 mm             | 9310A52         | 9310A5E         | 9310A55         |
| 100 mm            | 9310A12         | 9310A1E         | 9310A15         |
| 150 mm            | 9310A62         | 9310A6E         | 9310A65         |

## Raptor EXP ガードカートリッジ



ガードカラムカートリッジで堅牢なカラムの寿命をさらに延ばし、カラム本体にかかるコストを削減します。ガードカラムの交換は手締めなので、ホルダー本体のねじを破損したりせずに簡単におこなえます。特別なツールも不要です。

## EXP リユース式フィッティング (HPLC, UHPLC用)

10-32フィッティング及び1/16"配管用

手締めで8,700+psi (レンチ使用で20,000+psi) までの耐圧。ハイブリッドチタン/PEEKフェラールは繰り返し使用可能。



| 品名                               | 数量     | cat.# |
|----------------------------------|--------|-------|
| EXPハンドタイトフィッティング (ナット・フェラール付き)   | 1-pk.  | 25937 |
| EXPハンドタイトフィッティング (ナット・フェラール付き)   | 10-pk. | 25938 |
| EXPハンドタイトフィッティング (ナットのみ・フェラールなし) | 1-pk.  | 25939 |

ハイブリッドフェラールは、Optimize Technologies社が米国特許第8201854を取得しています。EXPホルダーはOptimize Technologies社が特許出願中です。その他、米国および他国の特許については出願中です。Opti- prefixはOptimize Technologies社の登録商標です。

## EXPダイレクトコネクホルダー

| 品名                                                    | 数量 | cat.# |
|-------------------------------------------------------|----|-------|
| EXPガードカートリッジ用EXPダイレクトコネクホルダー (六角フィッティングとフェラール2個を含みます) | 1  | 25808 |

ホルダー耐圧: 20,000psi (1,400bar)

## Raptor EXPガードカラムカートリッジ

| 品名                            | 粒子径    | 数量    | 5 x 2.1 mm | 5 x 3.0 mm | 5 x 4.6 mm |
|-------------------------------|--------|-------|------------|------------|------------|
|                               |        |       | cat.#      | cat.#      | cat.#      |
| Raptor HILIC-Si EXP ガードカートリッジ | 2.7 µm | 3-pk. | 9310A0252  | 9310A0253  | 9310A0250  |

カートリッジ耐圧: 600 bar/8,700 psi (2.7 µm) または 400 bar/5,800 psi (5 µm)

Raptor SPP LCカラムには、SPPのスピードとUSLC技術による分離が一体化されています。詳細は[www.restek.jp/raptor](http://www.restek.jp/raptor)をご覧ください。

LCカラムの選択性の進化を体感してください。

[www.restek.jp/raptor](http://www.restek.jp/raptor)

## Ready for HILIC?

HILICモードでの一般的なトラブルを回避する方法はこちらをご参照ください。

[www.restek.jp/HILICtips](http://www.restek.jp/HILICtips)

**RESTEK**  
Pure Chromatography

Restekジャパン  
お問い合わせは、  
[RestekJapan@restek.com](mailto:RestekJapan@restek.com)  
[www.restek.jp](http://www.restek.jp)



ギョーエルサイエンス株式会社

〒163-1130 東京都新宿区西新宿6-22-1 新宿スクエアタワー30階  
TEL:03(5323)6611 FAX:03(5323)6622  
<https://www.gls.co.jp> E-mail:info@glsc.co.jp

Restek® patents and trademarks are the property of Restek Corporation. (See [www.restek.jp/Patents-Trademarks](http://www.restek.jp/Patents-Trademarks) for full list.) Other trademarks in Restek® literature or on its website are the property of their respective owners. Restek® registered trademarks are registered in the U.S. and may also be registered in other countries.

© 2017 Restek Corporation. All rights reserved. Printed in Japan.



Lit. Cat.# GNSS2687-UNW\_JP