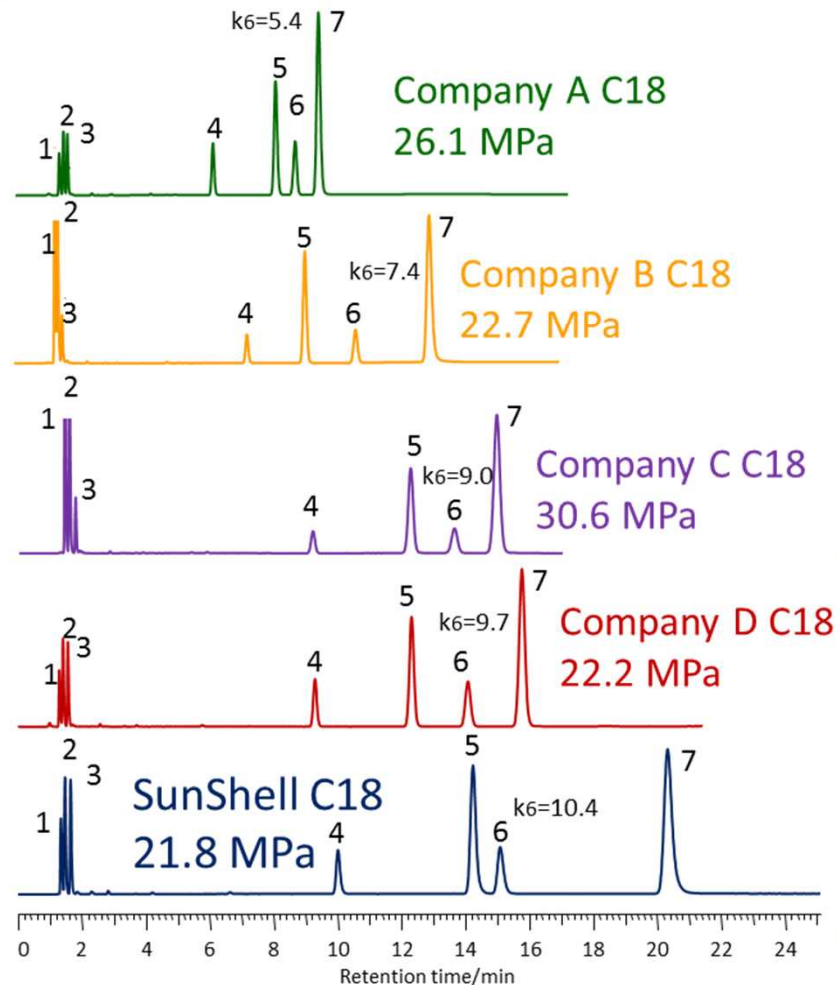


# 5種類のコアシェル型C18の比較

## 比較したカラム

1. Kinetex C18, 2.6  $\mu\text{m}$
2. Accucore C18, 2.6  $\mu\text{m}$
3. PoroShell C18 EC, 2.7  $\mu\text{m}$
4. Ascentis Express C18, 2.7  $\mu\text{m}$
5. SunShell C18, 2.6  $\mu\text{m}$

# 標準試料の分離比較



Column:

Company A C18, 150 x 4.6 mm (26.1 MPa)

Company B C18, 150 x 4.6 mm (22.7 MPa)

Company C C18, 150 x 4.6 mm (30.6 MPa)

Company D C18, 150 x 4.6 mm (22.2 MPa)

SunShell C18, 150 x 4.6 mm (21.8 MPa)

Mobile phase: CH<sub>3</sub>OH/H<sub>2</sub>O=75/25

Flow rate: 1.0 mL/min

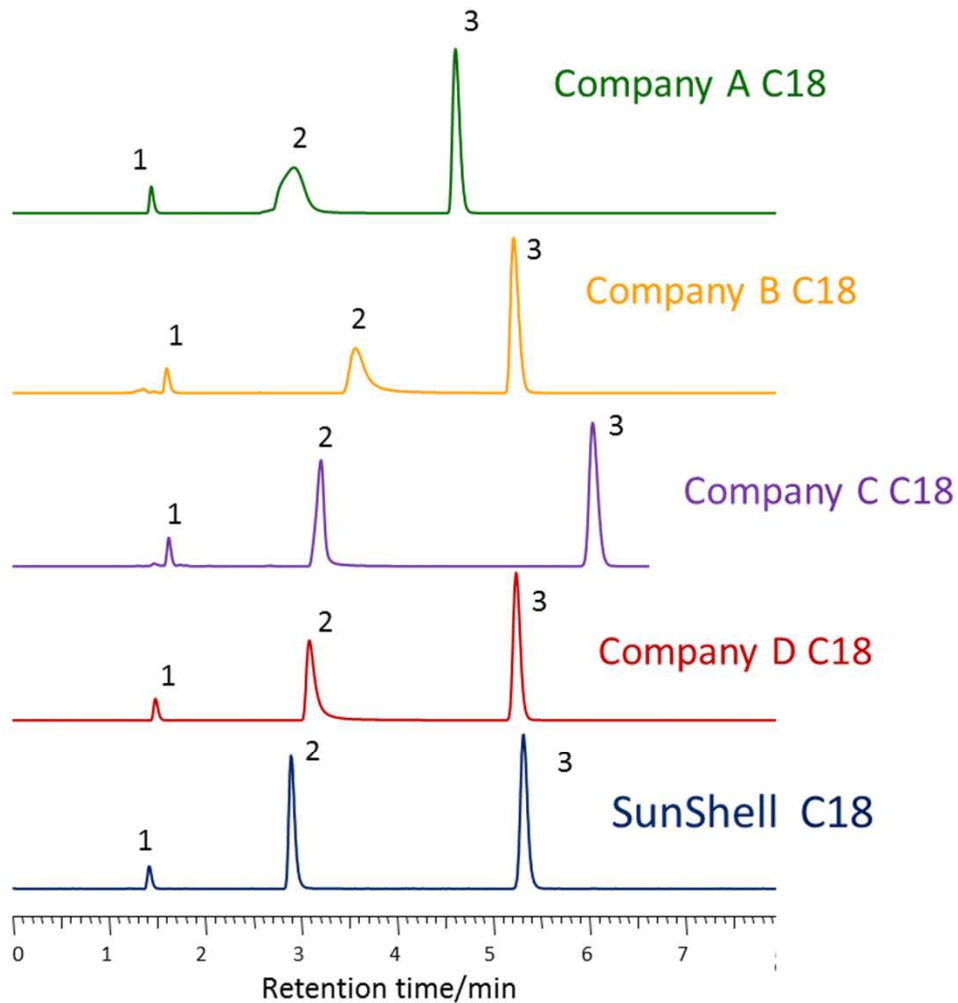
Temperature: 40 °C

Sample: 1 = Uracil, 2 = Caffeine, 3 = Phenol, 4 = Butylbenzene

5 = o-Terphenyl, 6 = Amylbenzene, 7 = Triphenylene

	水素結合性 (Caffeine/Phenol)	疎水性 (Amylbenzene/Butylbenzene)	立体選択性 (Triphenylene/o-Terphenyl)
Company A C18	0.48	1.54	1.20
Company B C18	0.35	1.56	1.50
Company C C18	0.42	1.57	1.25
Company D C18	0.44	1.60	1.31
SunShell C18	0.39	1.60	1.46

# ピリジンピークの比較



Column:

Company A C18, 150 x 4.6 mm

Company B C18, 150 x 4.6 mm

Company C C18, 150 x 4.6 mm

Company D C18, 150 x 4.6 mm

SunShell C18, 150 x 4.6 mm

Mobile phase: CH<sub>3</sub>OH/H<sub>2</sub>O=30/70

Flow rate: 1.0 mL/min

Temperature: 40 °C

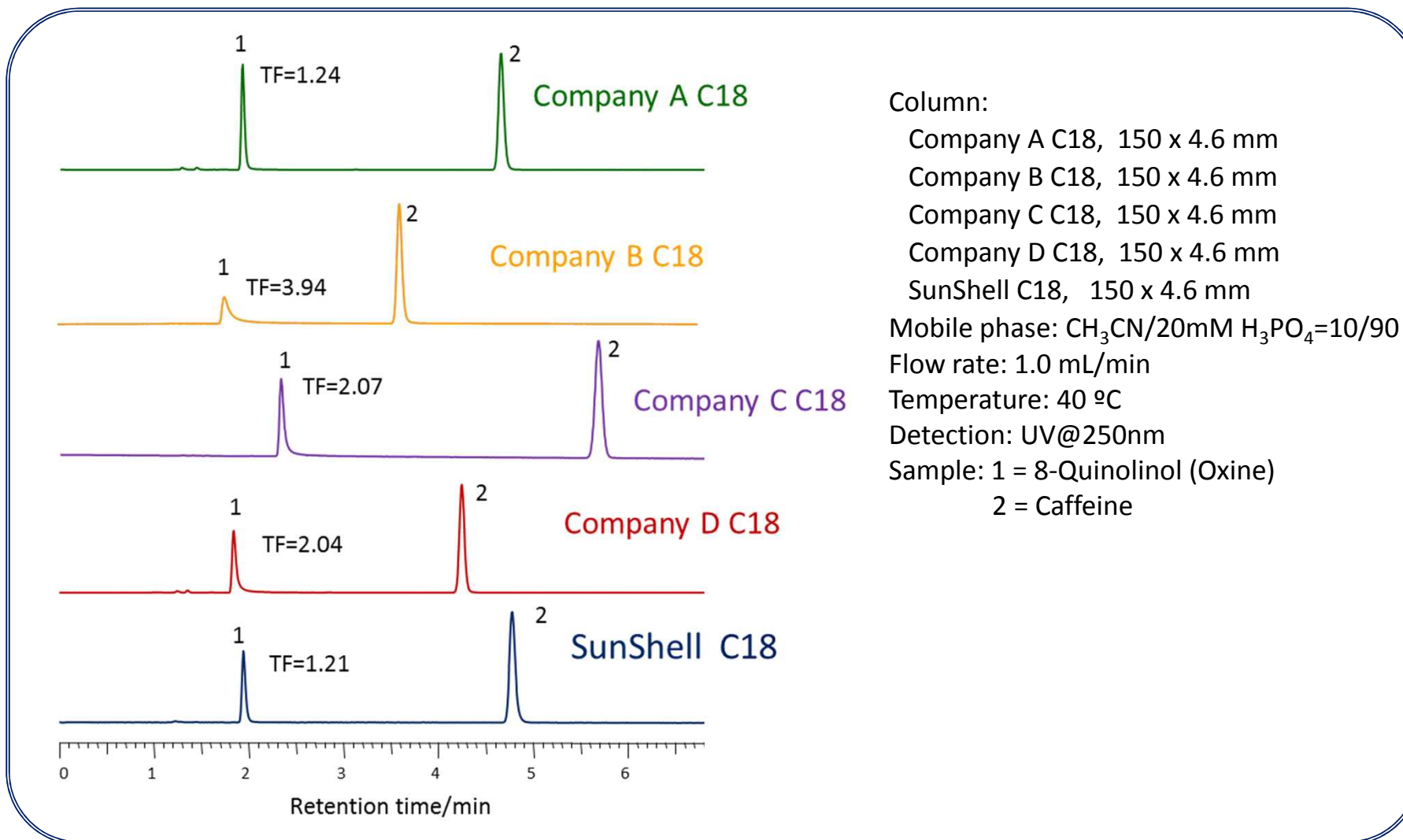
Detection: UV@250nm

Sample: 1 = Uracil

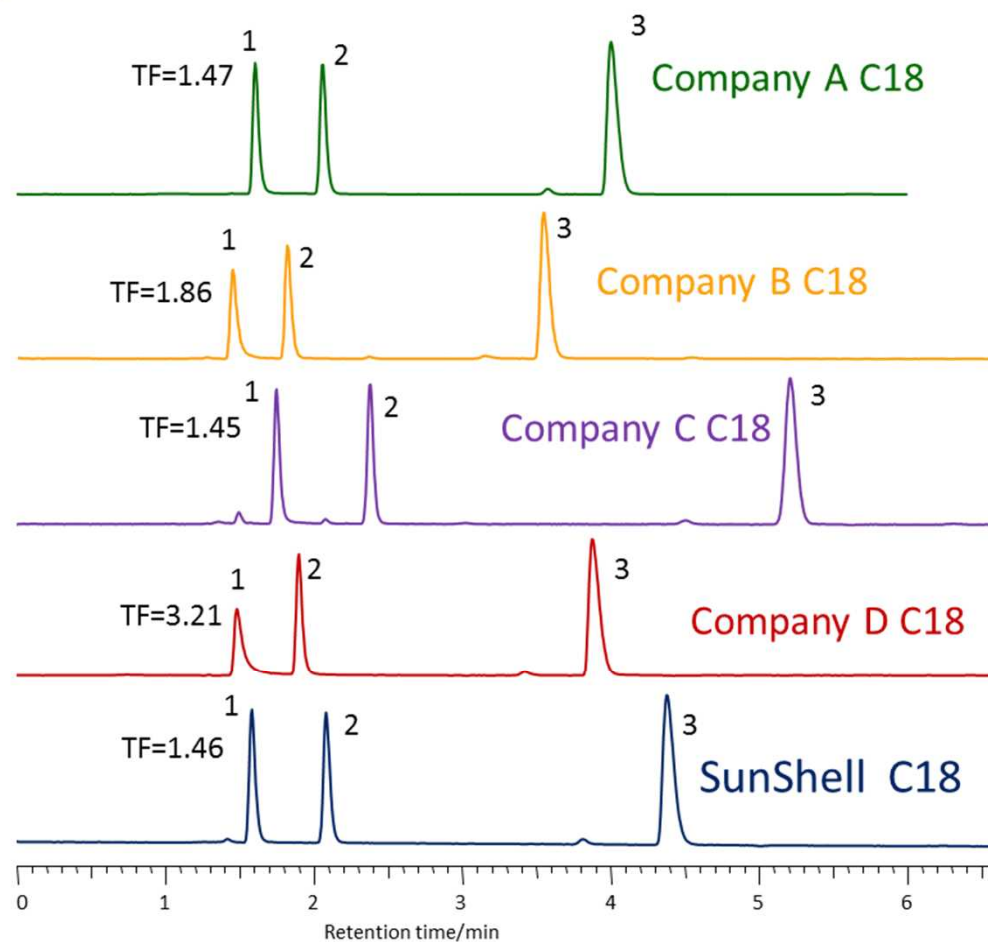
2 = Pyridine

3 = Phenol

# 金属配位性化合物オキシンの比較



# ギ酸ピークの比較



Column:

Company A C18, 150 x 4.6 mm

Company B C18, 150 x 4.6 mm

Company C C18, 150 x 4.6 mm

Company D C18, 150 x 4.6 mm

SunShell C18, 150 x 4.6 mm

Mobile phase:  $\text{CH}_3\text{CN}/0.1\% \text{H}_3\text{PO}_4=2/98$

Flow rate: 1.0 mL/min

Temperature: 40 °C

Detection: UV@210nm

Sample: 1 = Formic acid

2 = Acetic acid

3 = Propionic Acid

# 標準試料の分離比較のまとめ

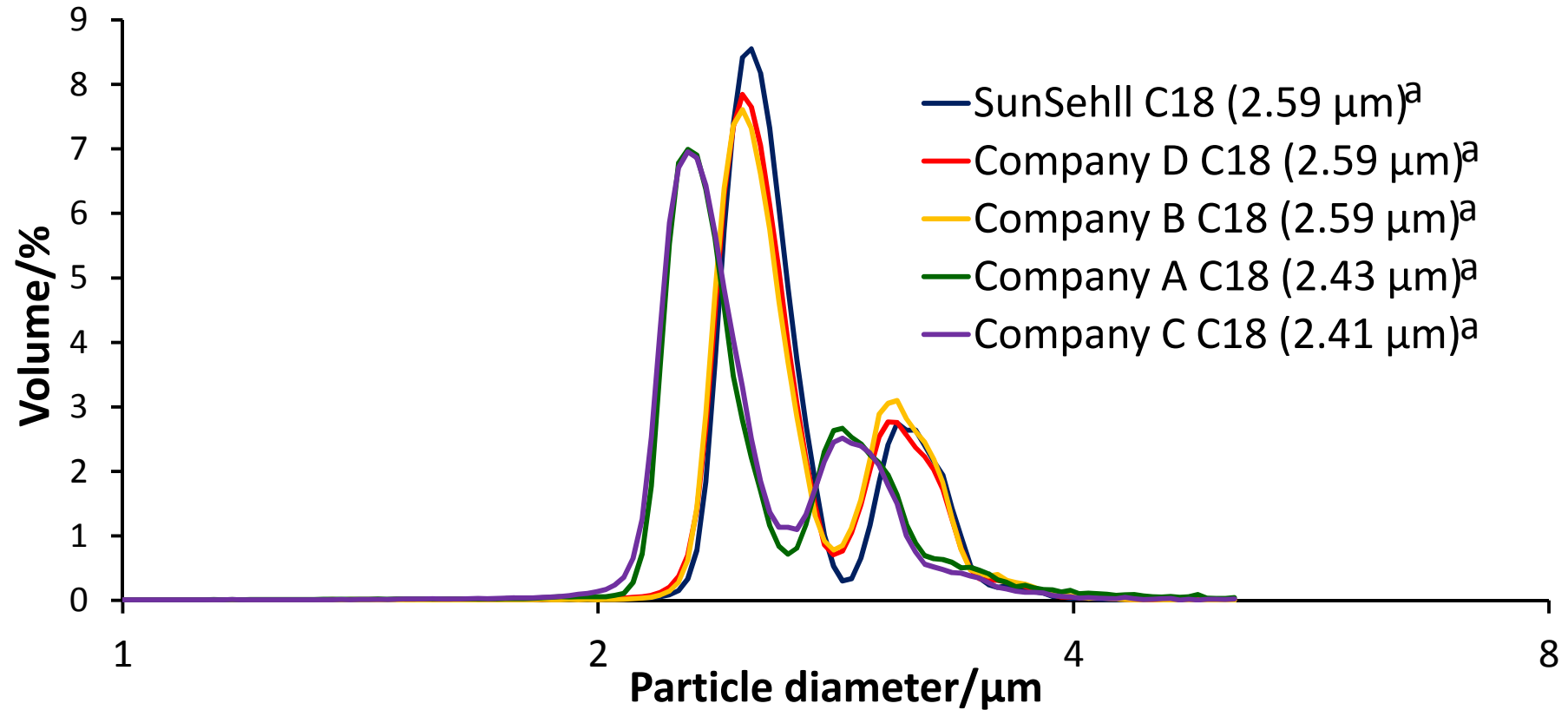
	カラム圧 Pressure <sup>a</sup>	保持指数 Retention <sup>b</sup>	ピリジン Pyridine	オキシシン Oxine	ギ酸 Formic acid	Point
SunShell C18	◎21.8	10.4	◎	◎	◎	12
Company D C18	◎22.2	9.7	△	△	×	5
Company C C18	×30.6	9.0	◎	△	◎	7
Company B C18	◎22.7	7.4	×	×	△	4
Company A C18	△26.1	5.4	×	◎	◎	7

a. Mobile phase, methanol:water=75:25, 40 °C, 1mL/min 150 x 4.6mm

b. Retention factor of amylbenzene

◎: 3 point, ○: 2 point, △: 1 point, ×: 0 point

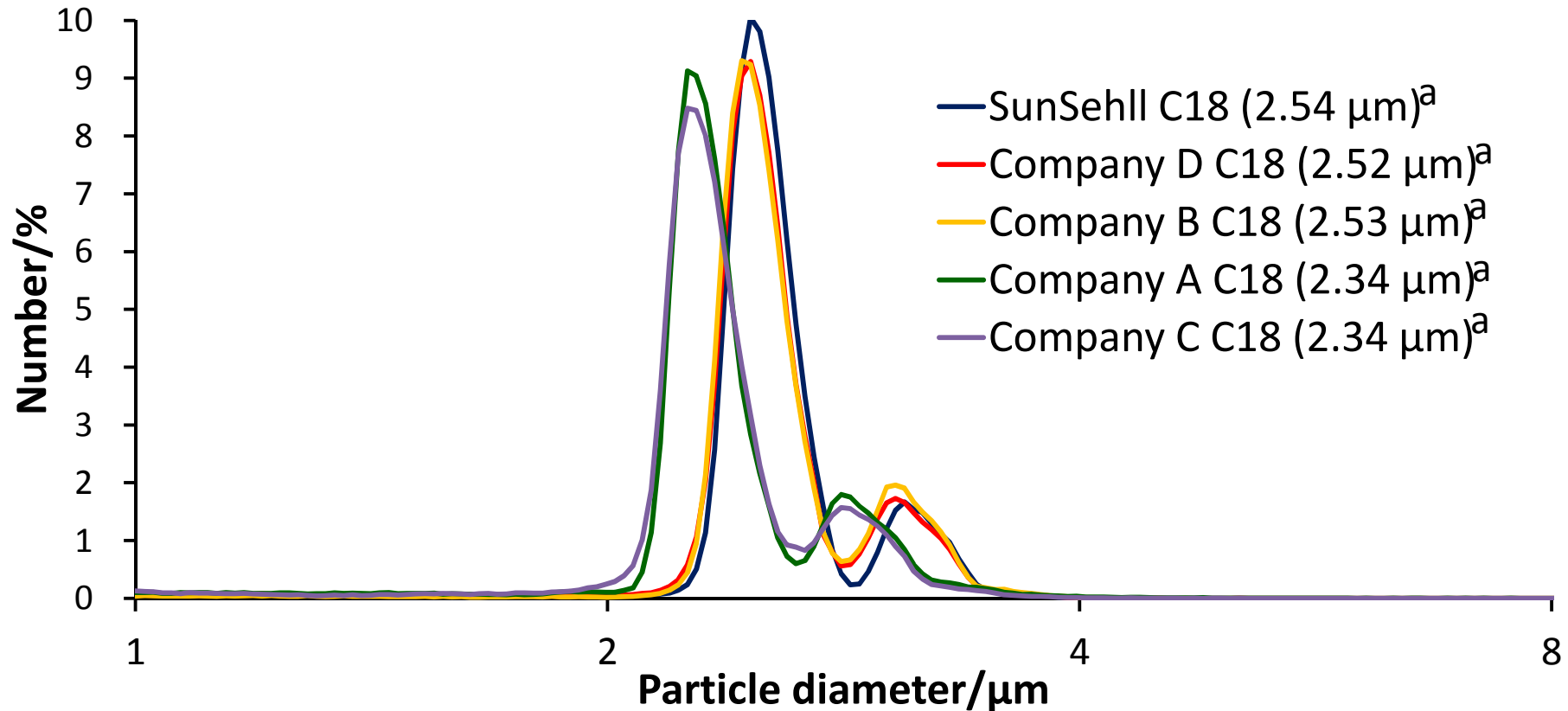
# 粒度分布 I



a. 中位径

\*C18充填剤を600°Cで8時間焼成し、アルキル基を焼き飛ばした後のコアシェル粒子をBeckman Coulter Multisizer 3で測定しました。この測定値はオリジナルのコアシェル粒子の値とは異なります。

# 粒度分布 II



a. 中位径

\*C18充填剤を600°Cで8時間焼成し、アルキル基を焼き飛ばした後のコアシェル粒子をBeckman Coulter Multisizer 3で測定しました。この測定値はオリジナルのコアシェル粒子の値とは異なります。



# 物性値

	炭素含有量 Carbon loading (%)	比表面積 Specific surface area <sup>a</sup> (m <sup>2</sup> /g)	細孔容積 Pore volume <sup>a</sup> (mL)	細孔径 Pore diameter <sup>a</sup> (nm)
SunShell C18	7.3 (7) <sup>b</sup>	125 (150) <sup>b</sup>	0.261	8.34 (9) <sup>b</sup>
Company D C18	8.0	133 (150) <sup>b</sup>	0.278	8.20 (9) <sup>b</sup>
Company C C18	8.5 (8) <sup>b</sup>	135 (130) <sup>b</sup>	0.414	12.3 (12) <sup>b</sup>
Company B C18	8.8 (9) <sup>b</sup>	130 (130) <sup>b</sup>	0.273	8.39 (8) <sup>b</sup>
Company A C18	4.9 (12 effective) <sup>b</sup>	102 (200 effective) <sup>b</sup>	0.237	9.25 (10) <sup>b</sup>

a. C18充填剤を600°Cで8時間焼成し、アルキル基を焼き飛ばした後のコアシェル粒子を測定しました。この測定値はオリジナルのコアシェル粒子の値より小さくなります。

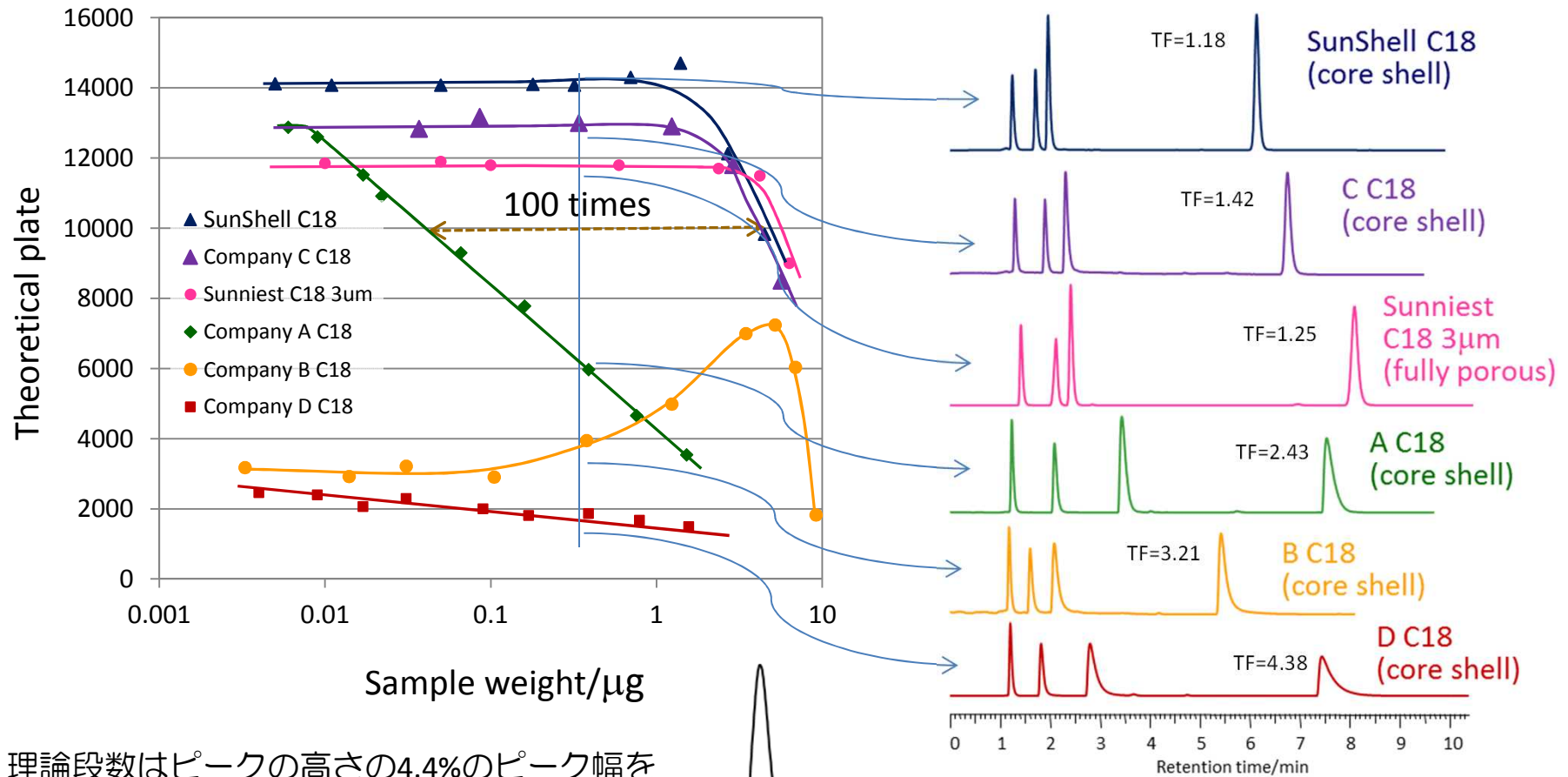
b. カタログに記載されている値

\*全ての測定はクロマニックテクノロジーズ社内で行いました。

# アミトリプチリンの負荷量比較 I

Mobile phase: Acetonitrile/**20mM phosphate buffer pH7.0**=(60:40)

Column dimension: 150 x 4.6 mm, Flow rate: 1.0 mL/min, Temp.: 40°C

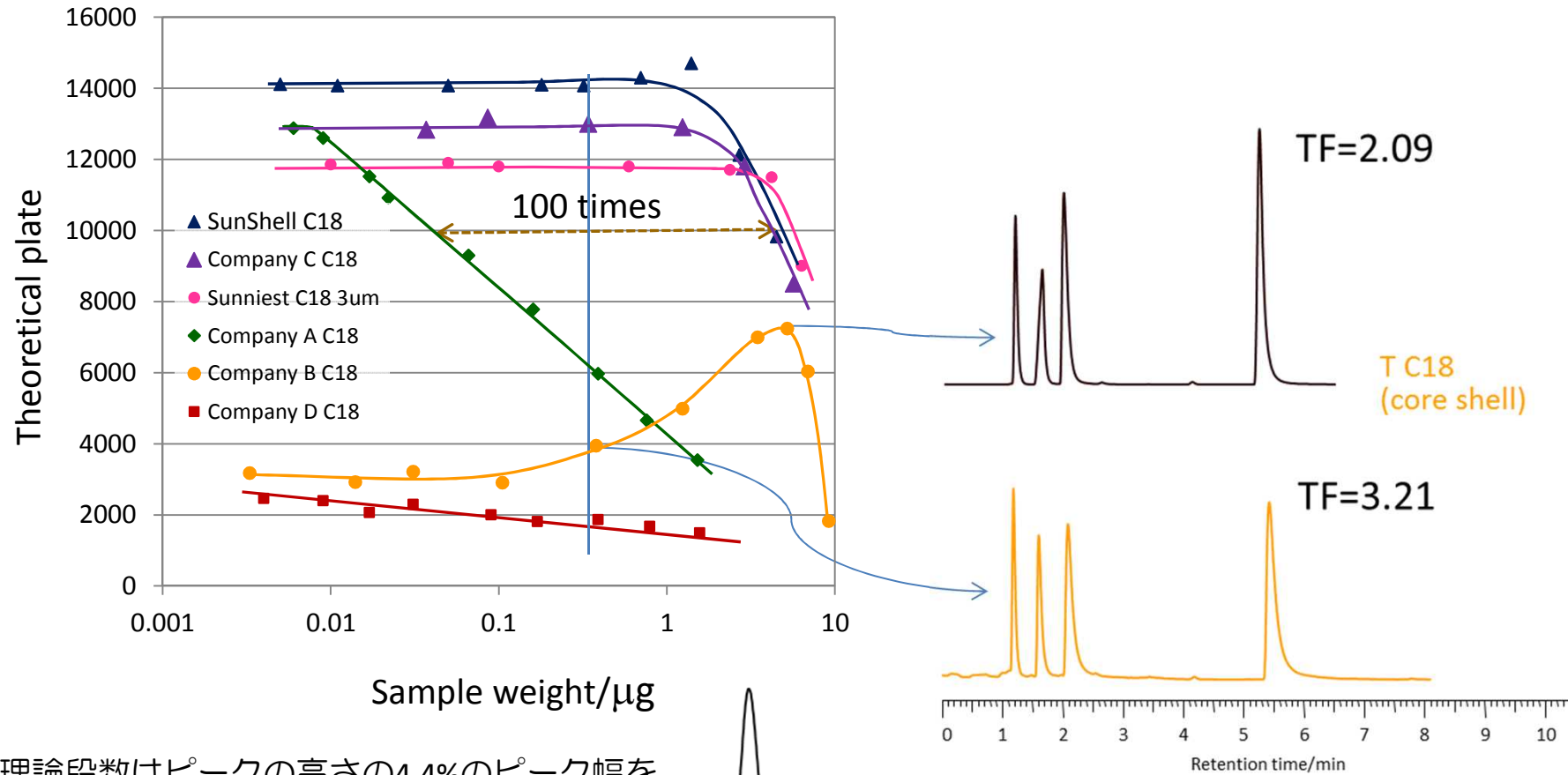


理論段数はピークの高さの4.4%のピーク幅を用いる5シグマ法を用いました。

Sample: 1=Uracil, 2=Propranolol,  
3= Nortriptyline, 4=Amitriptyline

# アミトリプチリンの負荷量比較 I

Mobile phase: Acetonitrile/**20mM phosphate buffer pH7.0**=(60:40)  
Column dimension: 150 x 4.6 mm, Flow rate: 1.0 mL/min, Temp.: 40°C



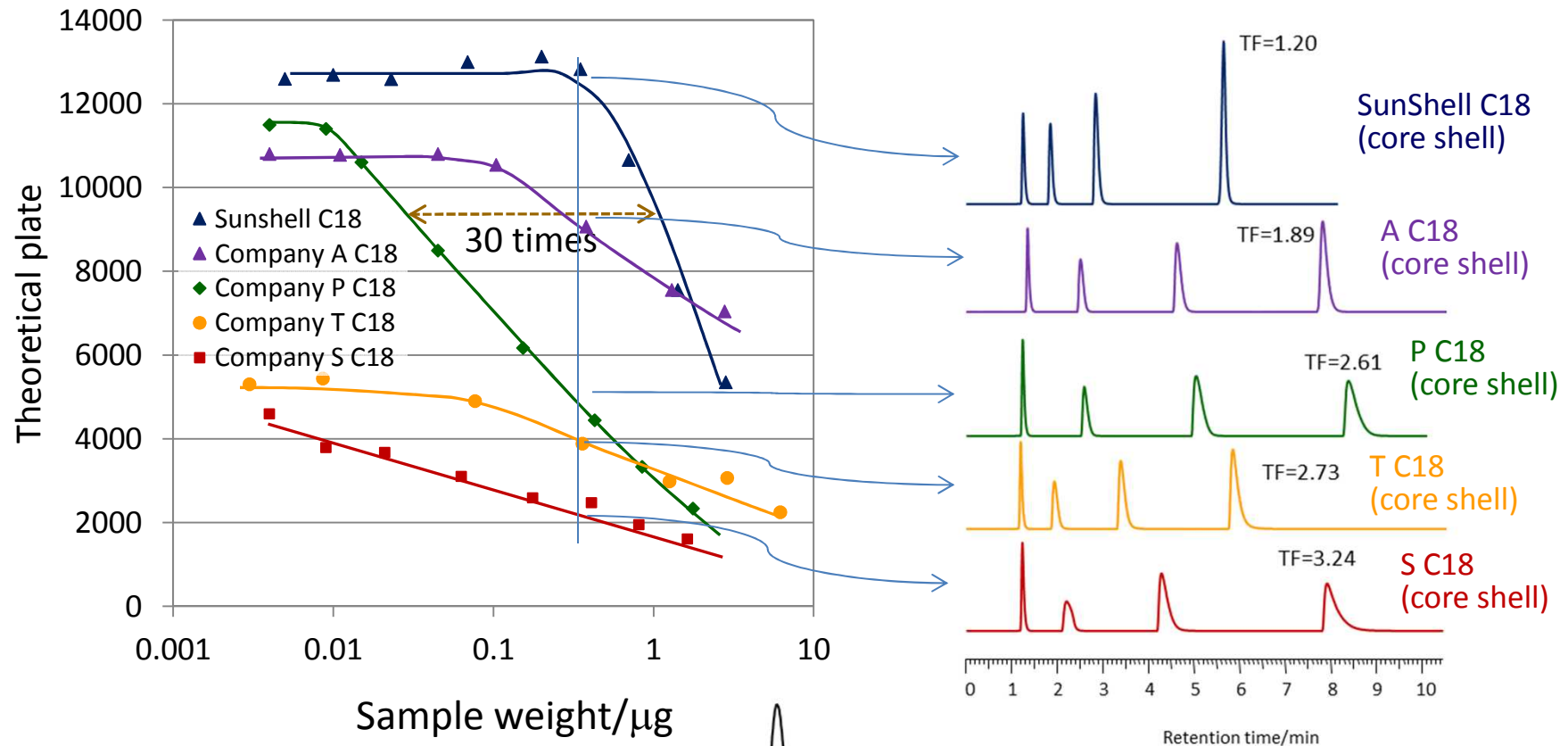
理論段数はピークの高さの4.4%のピーク幅を用いる5シグマ法を用いました。

Sample: 1=Uracil, 2=Propranolol,  
3= Nortriptyline, 4=Amitriptyline

# アミトリプチリンの負荷量比較 II

Mobile phase: Acetonitrile/10mM ammonium acetate pH6.8=(40:60)

Column dimension: 150 x 4.6 mm, Flow rate: 1.0 mL/min, Temp.: 40°C



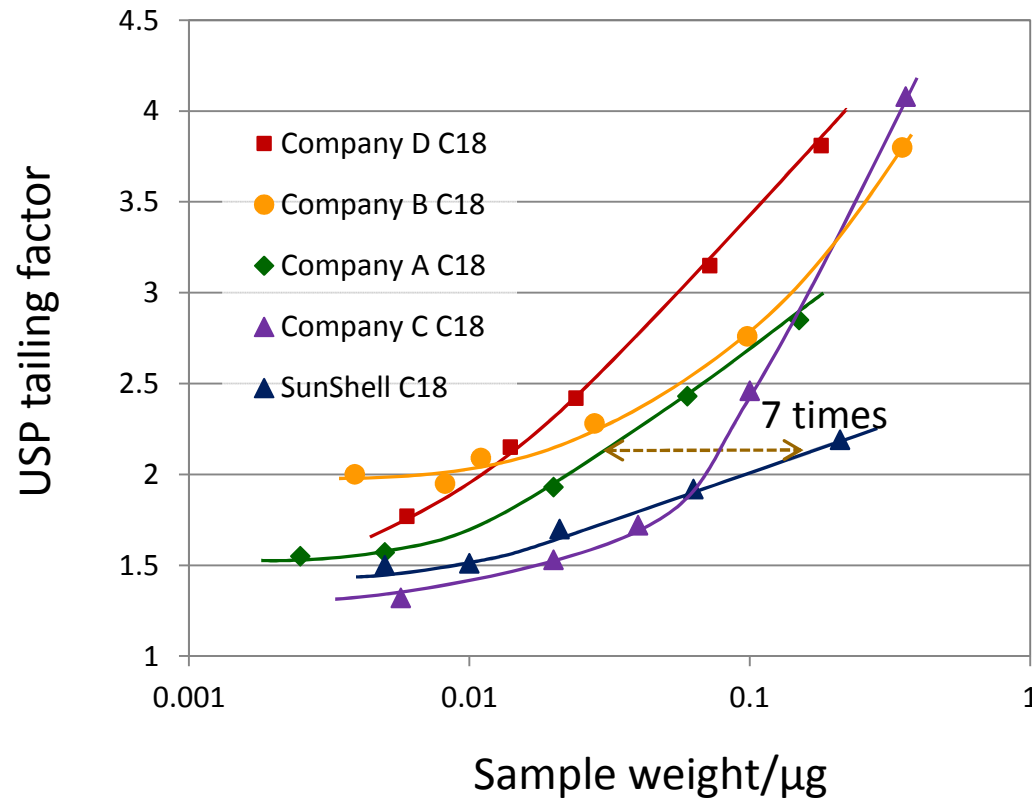
理論段数はピークの高さの4.4%のピーク幅を用いる5シグマ法を用いました。

Sample: 1=Uracil, 2=Propranolol,  
3= Nortriptyline, 4=Amitriptyline

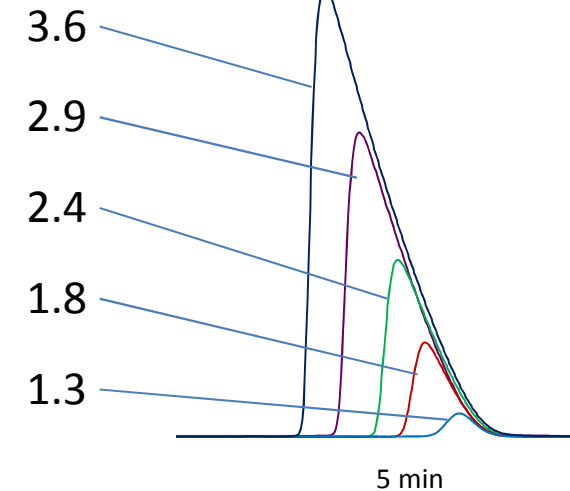
# アミトリプチリンの負荷量比較 III

Mobile phase: Acetonitrile/**0.1% formic acid**=(30:70)

Column dimension: 150 x 4.6 mm, Flow rate: 1.0 mL/min, Temp.: 40°C

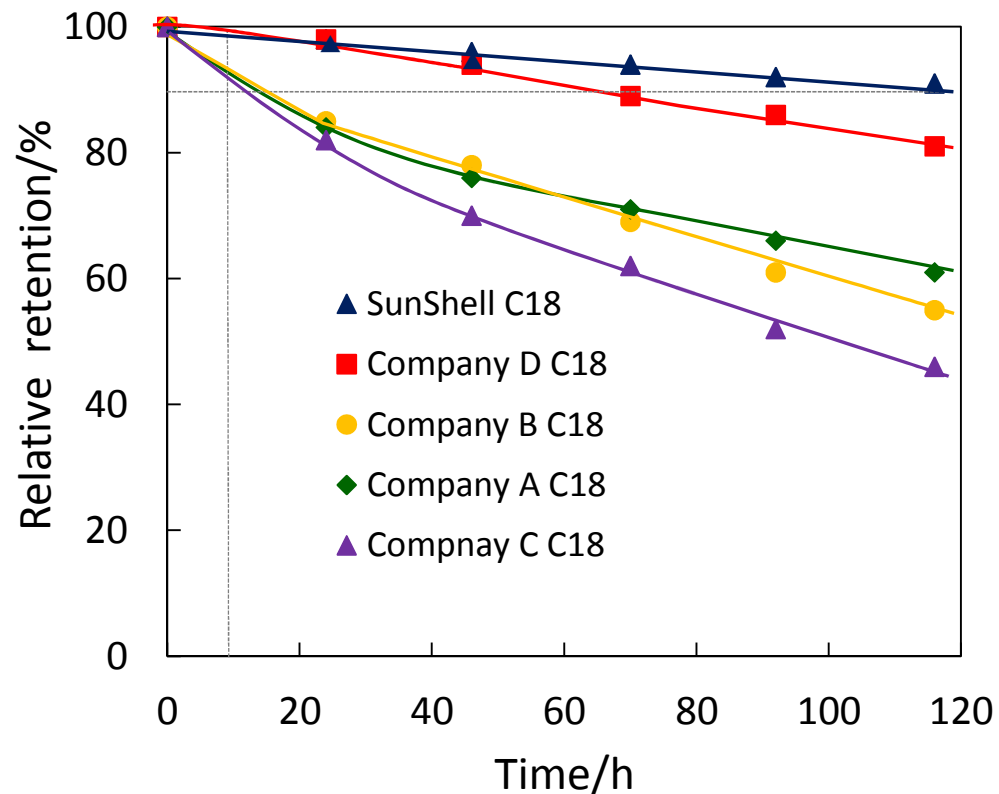


USP tailing factor



アセトニトリル/0.1%ギ酸移動相を用いる様な、酸性でイオン強度の低い条件ではアミトリプチリンの負荷量は極端に低くなり、過負荷量では上図のようにテーリングを示すようになります。

# 酸性条件での耐久性 (加速試験)

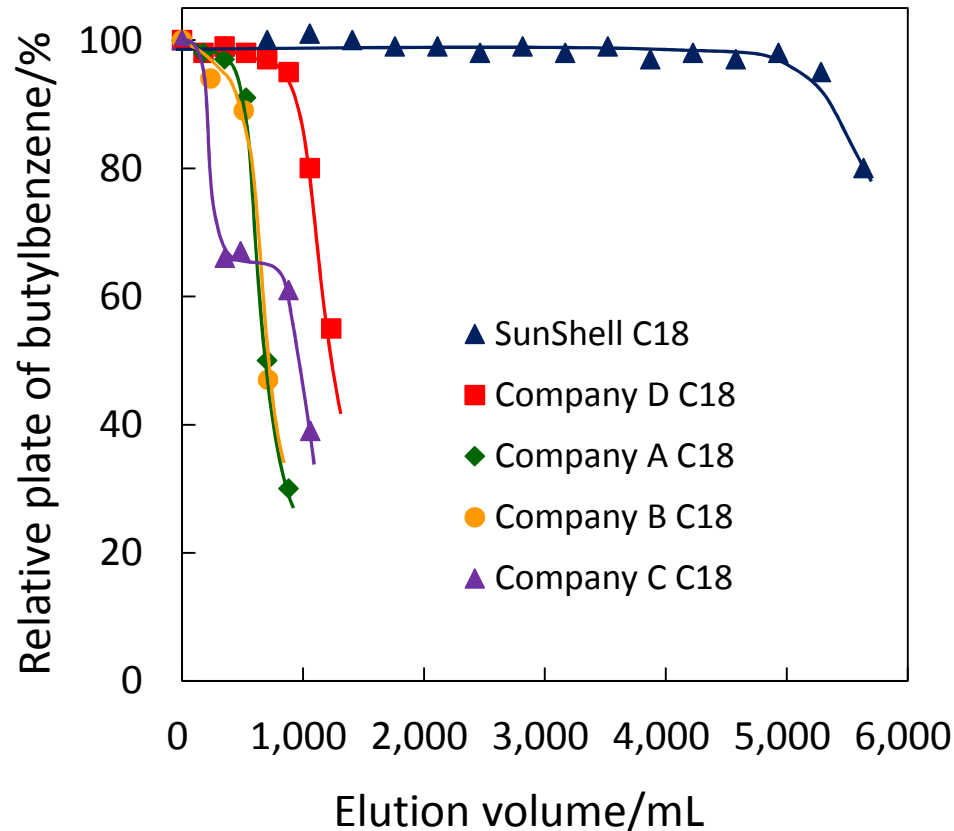


Durable test condition  
 Column size: 50 x 2.1 mm  
 Mobile phase: CH<sub>3</sub>CN/1.0% TFA,  
 pH1=10/90  
 Flow rate: 0.4 mL/min  
 Temperature: 80 °C

Measurement condition  
 Column size: 50 x 2.1 mm  
 Mobile phase: CH<sub>3</sub>CN/H<sub>2</sub>O=60/40  
 Flow rate: 0.4 mL/min  
 Temperature: 40 °C  
 Sample: 1 = Uracil  
 2 = Butylbenzene

加速試験としてpH1で80°Cの条件を用いました。疎水性試料のブチルベンゼンの保持が90%に減少することは、酸よりアルキル基が10%脱離することを意味しており、この10%のアルキル基の脱離でカラム劣化を判断しますとSunshell C18は他社のC18に比べ、2倍から10倍の耐久性を示しました。

# アルカリ性条件での耐久性



## Durable test condition

Column Size: 50 x 2.1 mm

Mobile phase:

CH<sub>3</sub>OH/20mM Sodium borate/10mM NaOH=30/21/49 (pH10)

Flow rate: 0.4 mL/min

Temperature: 50 °C

## Measurement condition

Column Size: 50 x 2.1 mm

Mobile phase: CH<sub>3</sub>OH/H<sub>2</sub>O=70/30

Flow rate: 0.4 mL/min

Temperature: 40 °C

Sample: 1 = Butylbenzene

有機溶媒の濃度が30%と比較的低く、pH 10で50°Cのアルカリ性条件での耐久性を比較しました。アルカリ性条件下ではシリカが溶け出すため、カラムの入口側がへこみ、段数が低下します。Sun Shell C18は他社C18の5倍から10倍の耐久性を示しました。

# 耐久性のまとめ

	酸性条件 pH 1	アルカリ性 pH 10	カタログに記載のpH 範囲
SunShell C18	◎	◎	1.5 - 10
Company D C18	○	○	2 - 9
Company C C18	△	△	2 - 9
Company B C18	△	△	1 - 11
Company A C18	△	△	1.5 - 10