

日本薬学会第135年会 27PA-am061

# 新規シリル化試薬を用いたC18固定相 の耐久性評価

Stability evaluation of C18 stationary phase  
bonded with a novel silyl-reagent

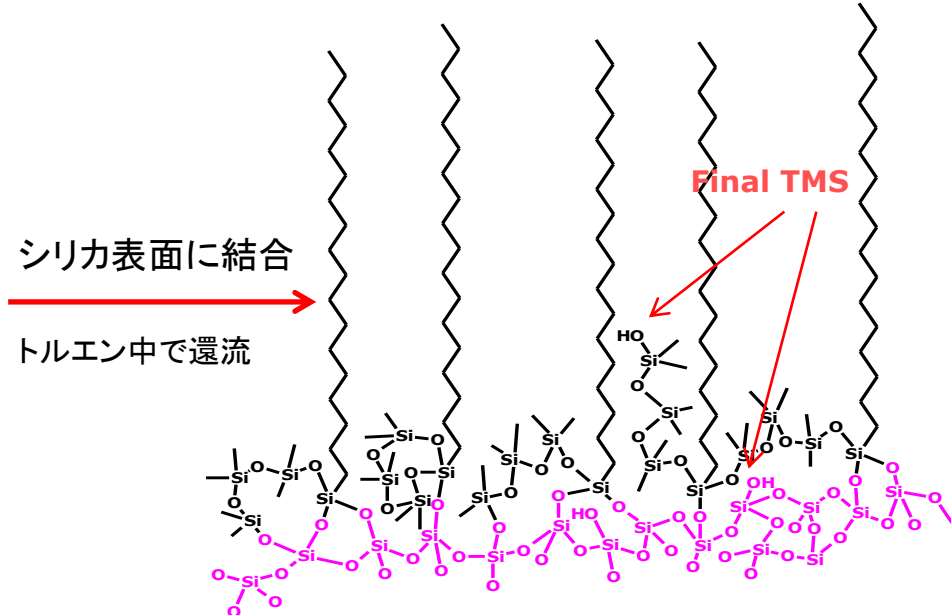
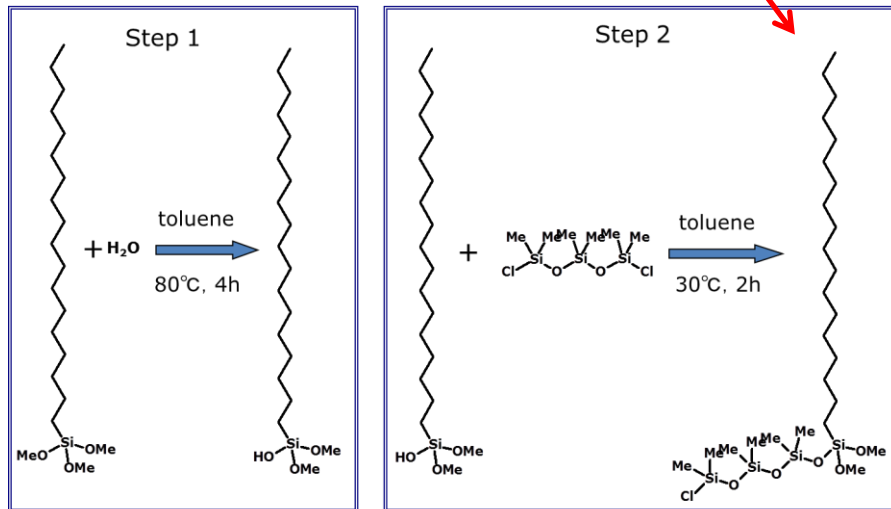
クロマニックテクノロジーズ

長江徳和, 塚本友康

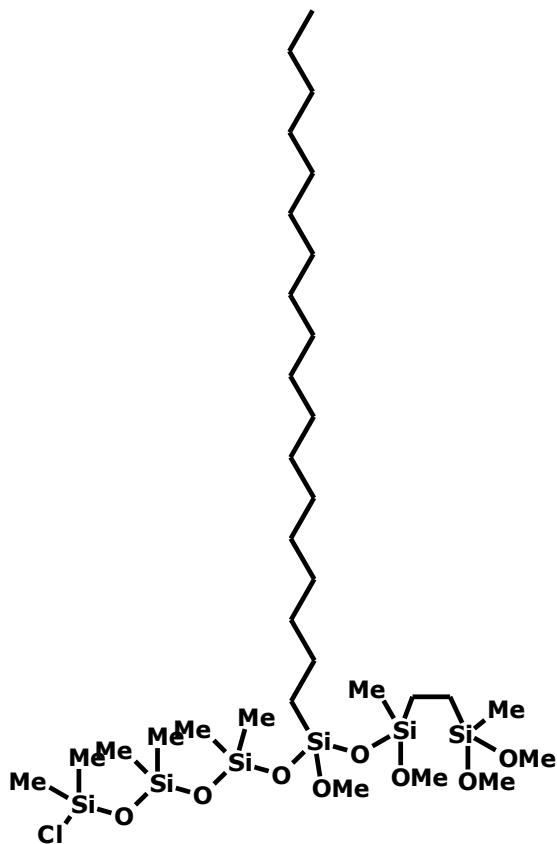
# 従来の技術

## サニエスト結合(エンドキャッピング)技術

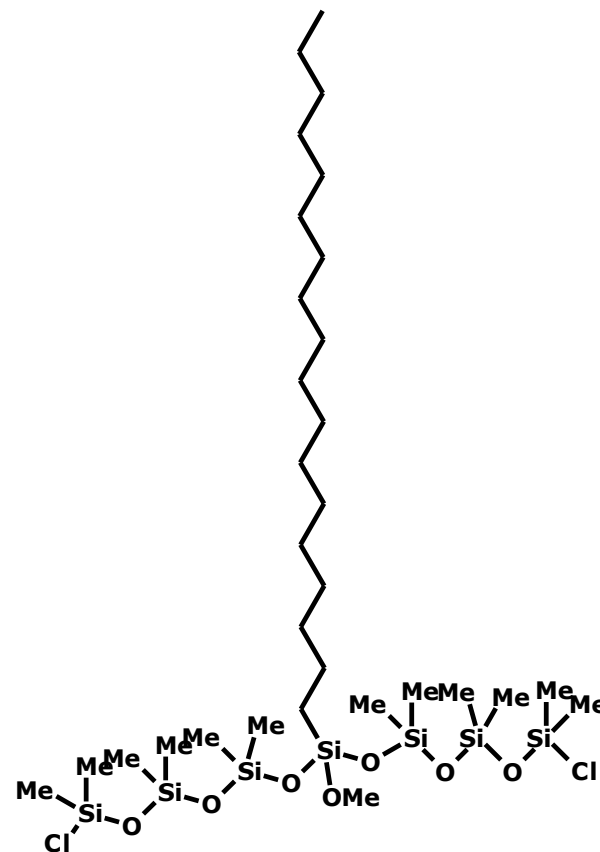
Hexamethyloctadecyltetrasilane (C18 reagent A)の合成



# 新規シリル化剤

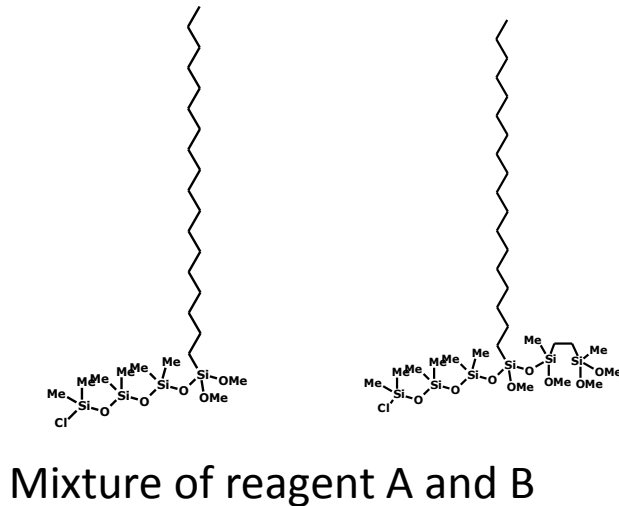


C18 reagent B



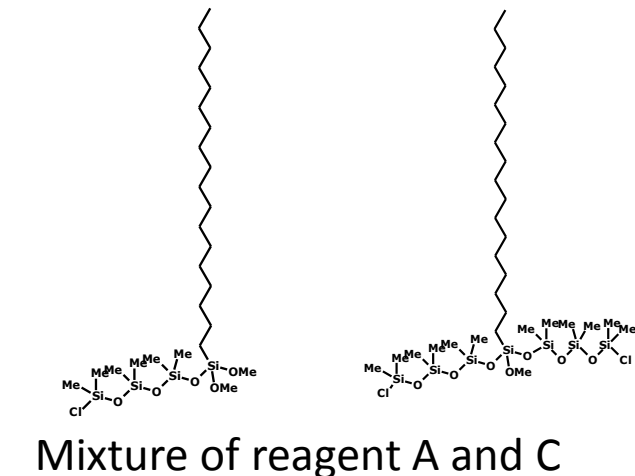
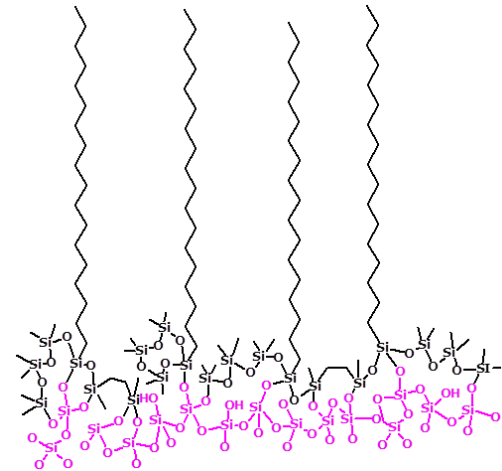
C18 reagent C

# シリカへの結合



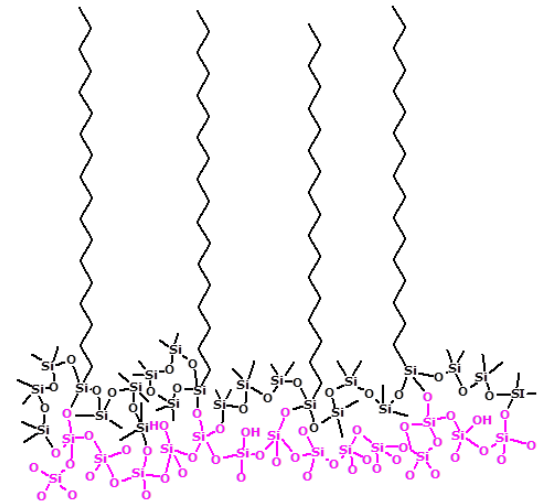
トルエン中で還流

シリカゲル  
3  $\mu\text{m}$ , 340  $\text{m}^2/\text{g}$



トルエン中で還流

シリカゲル  
3  $\mu\text{m}$ , 340  $\text{m}^2/\text{g}$



# 耐アルカリ性評価

	試薬比率	炭素含有量	通液時間	カラムの凹み量	段数(相対値)
従来 C18	A	15.6%	14 時間	1.3 mm	90%
Prototype 501	A:B=2:1	15.8%	34 時間	2.7 mm	83%
Prototype 502	A:B=1:1	16.1%	34 時間	2.2 mm	90%
Prototype 504	A:B=1:2	14.7%	34 時間	4.3 mm	62%
Prototype 505	A:C=2:1	15.7%	34 時間	3.0 mm	85%
Prototype 507	A:C=1:1	16.3%	34 時間	2.0 mm	91%
Prototype 508	A:C=1:2	14.9%	20 時間	3.3 mm	82%

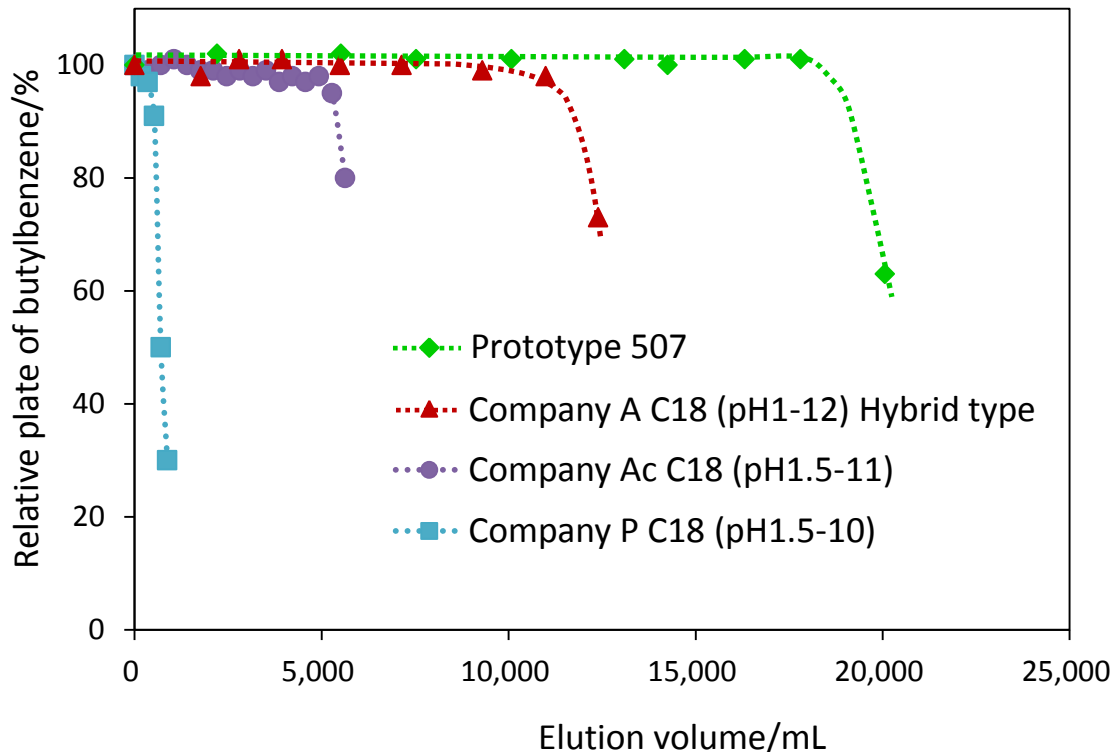
## アルカリ性移動相の通液

Column dimension: 150 x 4.6 mm  
 Mobile phase:  
 CH<sub>3</sub>OH/50mM Phosphate buffer 10 / 90 (pH11.5)  
 Flow rate: 1 mL/min  
 Temperature: 40 °C

## カラム性能の確認(凹み量)

Mobile phase: CH<sub>3</sub>OH/H<sub>2</sub>O=70/30  
 Flow rate: 1 mL/min  
 Temperature: 40 °C  
 Sample: 1 = Butylbenzene

# pH10, 50°Cでの安定性評価



## Durable test condition

Column dimension: 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 dimension: 50 x 2.1 mm

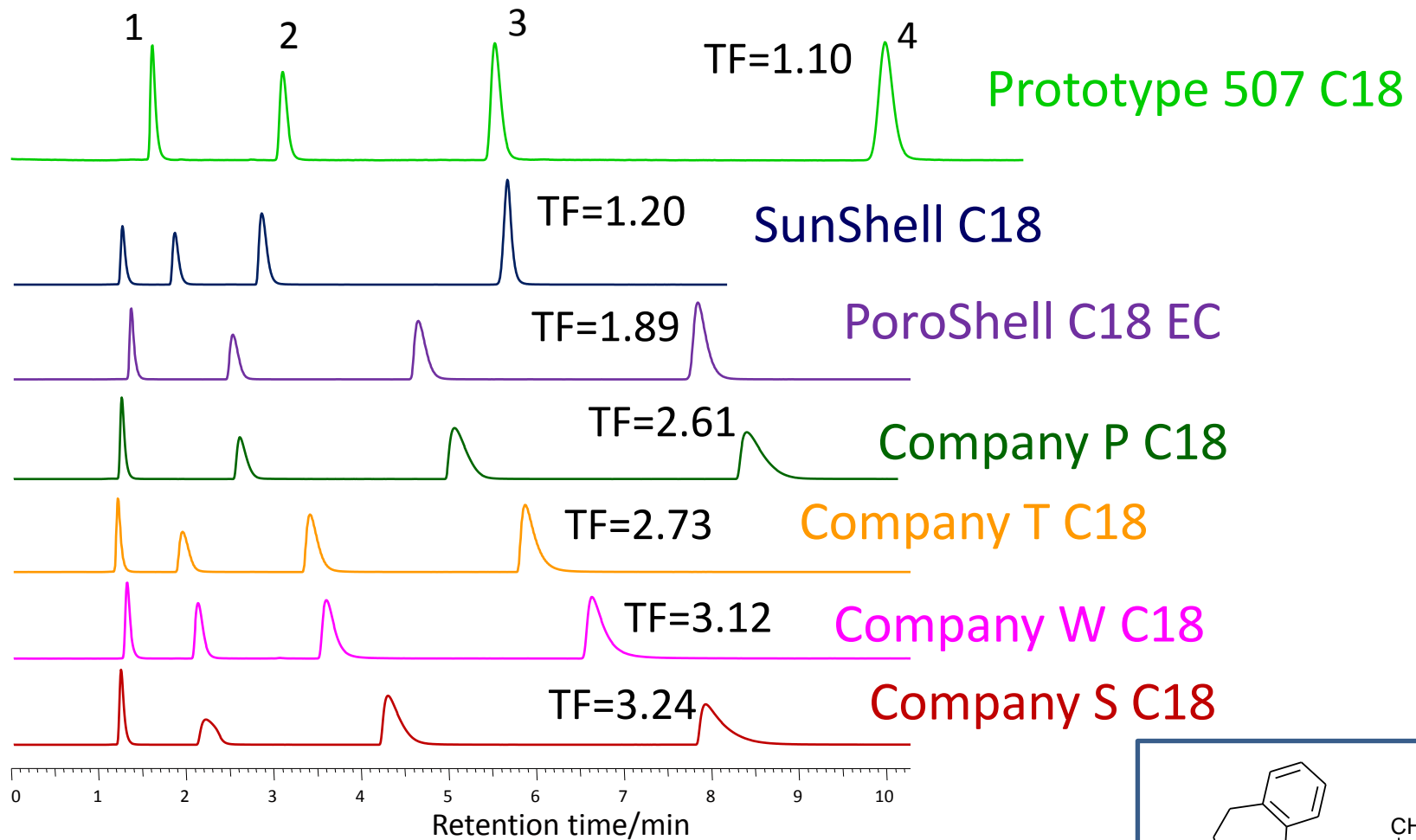
Mobile phase: CH<sub>3</sub>OH/H<sub>2</sub>O=70/30

Flow rate: 0.4 mL/min

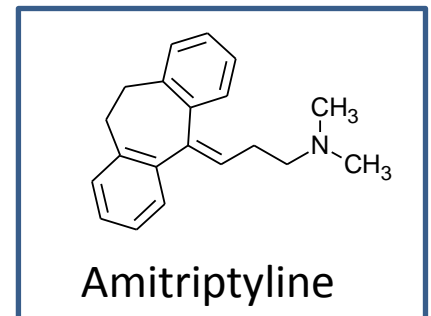
Temperature: 40 °C

Sample: 1 = Butylbenzene

# 塩基性化合物アミトリプチリンの比較



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



# ギ酸ピークの比較

