

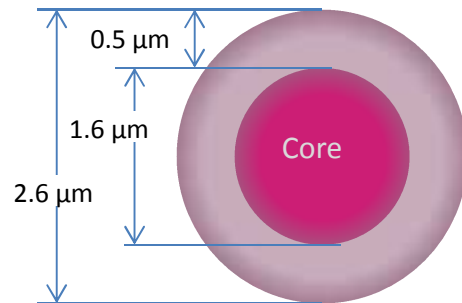
日本薬学会第137年会  
27PB-am063

# 粒子径 $2\mu\text{m}$ 以下のコア シェル型C18および 全多孔性C18の分離評価

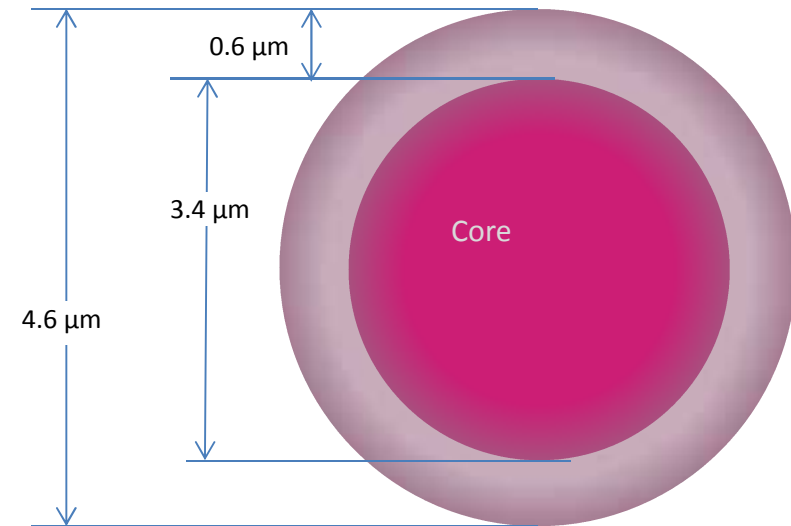
○長江 徳和, 塚本 友康  
クロマニックテクノロジーズ

# コアシェル粒子

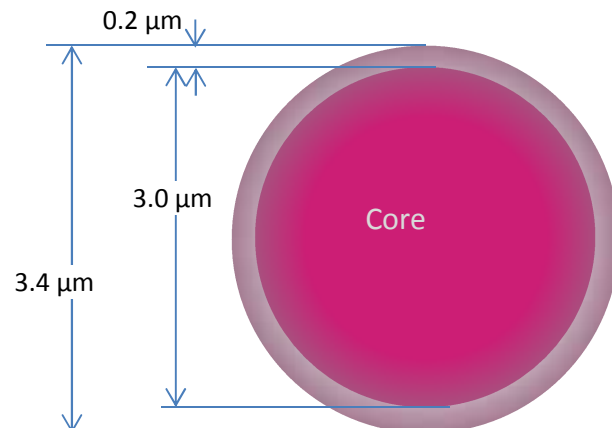
2.6  $\mu\text{m}$



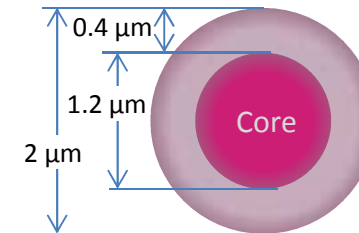
5  $\mu\text{m}$  for routine



3.4  $\mu\text{m}$  for protein



2  $\mu\text{m}$



# 用いたカラム

## コアシェル粒子

SunShell C18 2  $\mu\text{m}$ , 2.1 x 100 mm

Ascentis Express C18 2  $\mu\text{m}$ , 2.1 x 100 mm

Kinetex C18 1.7  $\mu\text{m}$ , 2.1 x 100 mm

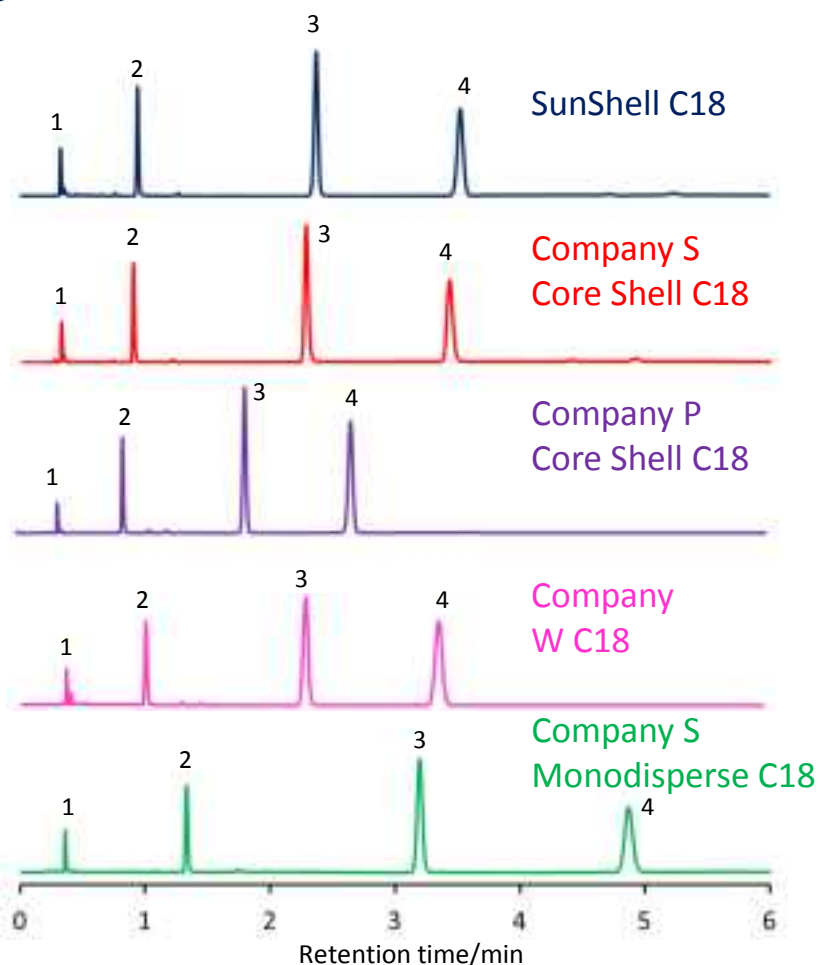
## 全多孔性粒子

Acquity BEH C18 1.7  $\mu\text{m}$ , 2.1 x 100 mm

Titan C18 1.9  $\mu\text{m}$ , 2.1 x 100 mm

UHPLC: X-LC (日本分光)

# アセトニトリル・水移動相を用いた 段数とカラム圧



Column: SunShell C18, 2  $\mu$ m 100 x 2.1 mm  
 Company S Core Shell C18, 2  $\mu$ m 100 x 2.1 mm  
 Company P Core Shell C18, 1.7  $\mu$ m 100 x 2.1 mm  
 Company W C18, 1.7  $\mu$ m 100 x 2.1 mm  
 Company S Monodisperse C18, 1.9  $\mu$ m 100 x 2.1 mm

Mobile phase: CH<sub>3</sub>CN/H<sub>2</sub>O=60/40  
 Flow rate: 0.5 mL/min  
 Temperature: 40 °C  
 Sample: 1 = Uracil, 2 = Ethylbenzoate, 3 = Acenaphthene,  
 4 = Butylbenzene

	Acenaphthene		Pressure (MPa)	Theoretical plate /pressure (MPa <sup>-1</sup> )
	Theoretical plate	Tailing factor		
SunShell C18	29,721	1.04	48.5	613
Company S Core Shell C18	25,533	1.19	53.5	477
Company P Core Shell C18	24,700	0.97	53.8	458
Company W C18	14,511	1.01	54.1	269
Company S Monodisperse C18	26,592	1.05	43.9	605

# 摩擦熱

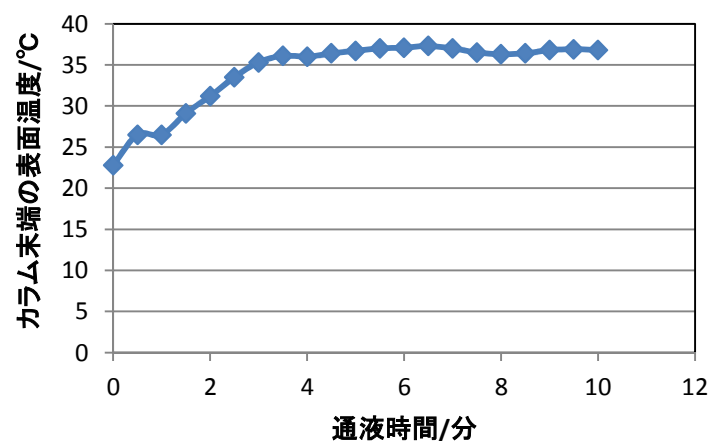
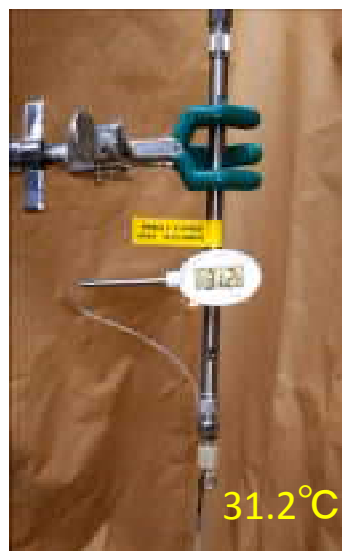
通液開始

0:30後

1:30後

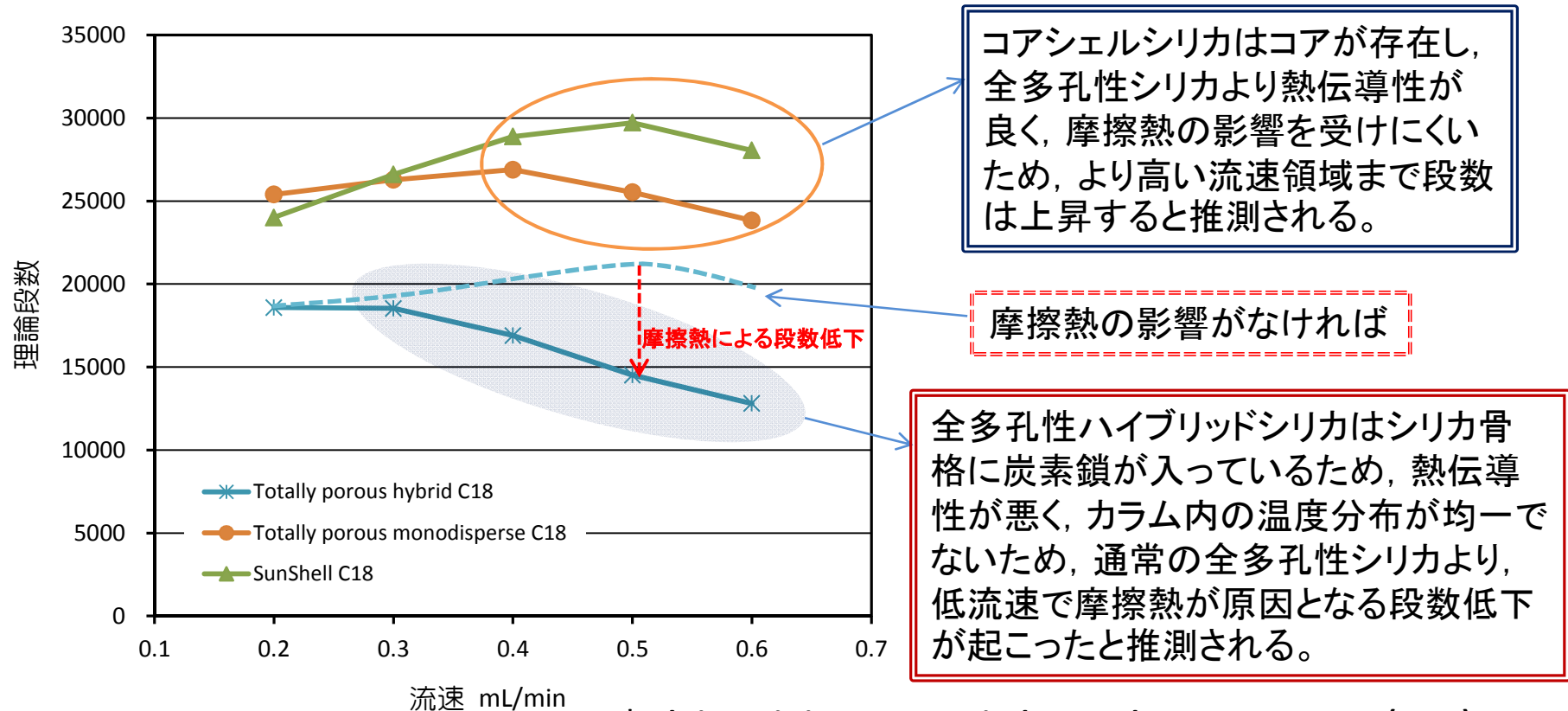
3:00後

5:30後



カラム:コアシェル, 2.6  $\mu\text{m}$  150 x 4.6 mm  
 移動相:メタノール  
 流速:5 mL/min  
 カラム圧:70 MPa  
 室温:23°C

# 摩擦熱による理論段数低下\*



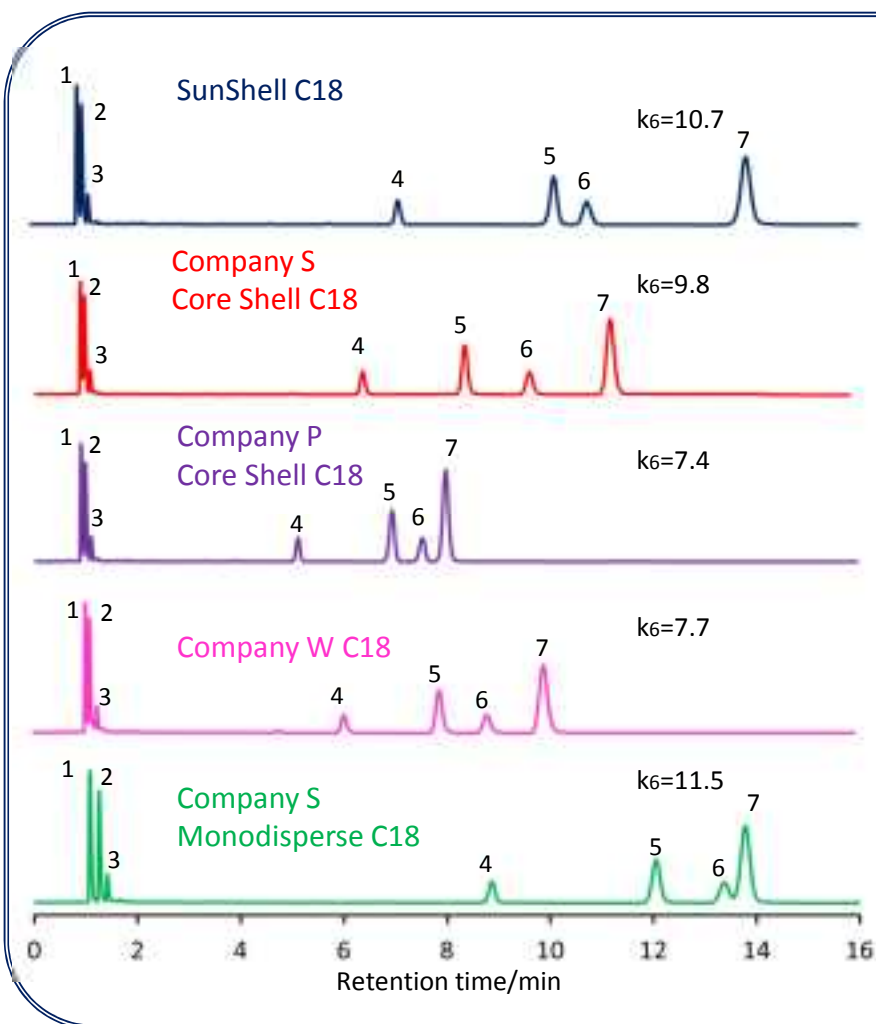
Column: 100 x 2.1 mm  
 Mobile phase: CH<sub>3</sub>CN/H<sub>2</sub>O=60/40  
 Temperature: 40 °C  
 Sample: Acenaphthene,

\*Fabrice Gritti, Georges Guiochon, J. Chromatogr. A 1217 (2010) 5069.

A part of abstract

This unexpected result is accounted for by the three times smaller heat conductivity of the BEH bed (BEH 0.25 W/m/K) than that of the Kinetex bed (Kinetex 0.75 W/m/K).

# 標準試料の分離

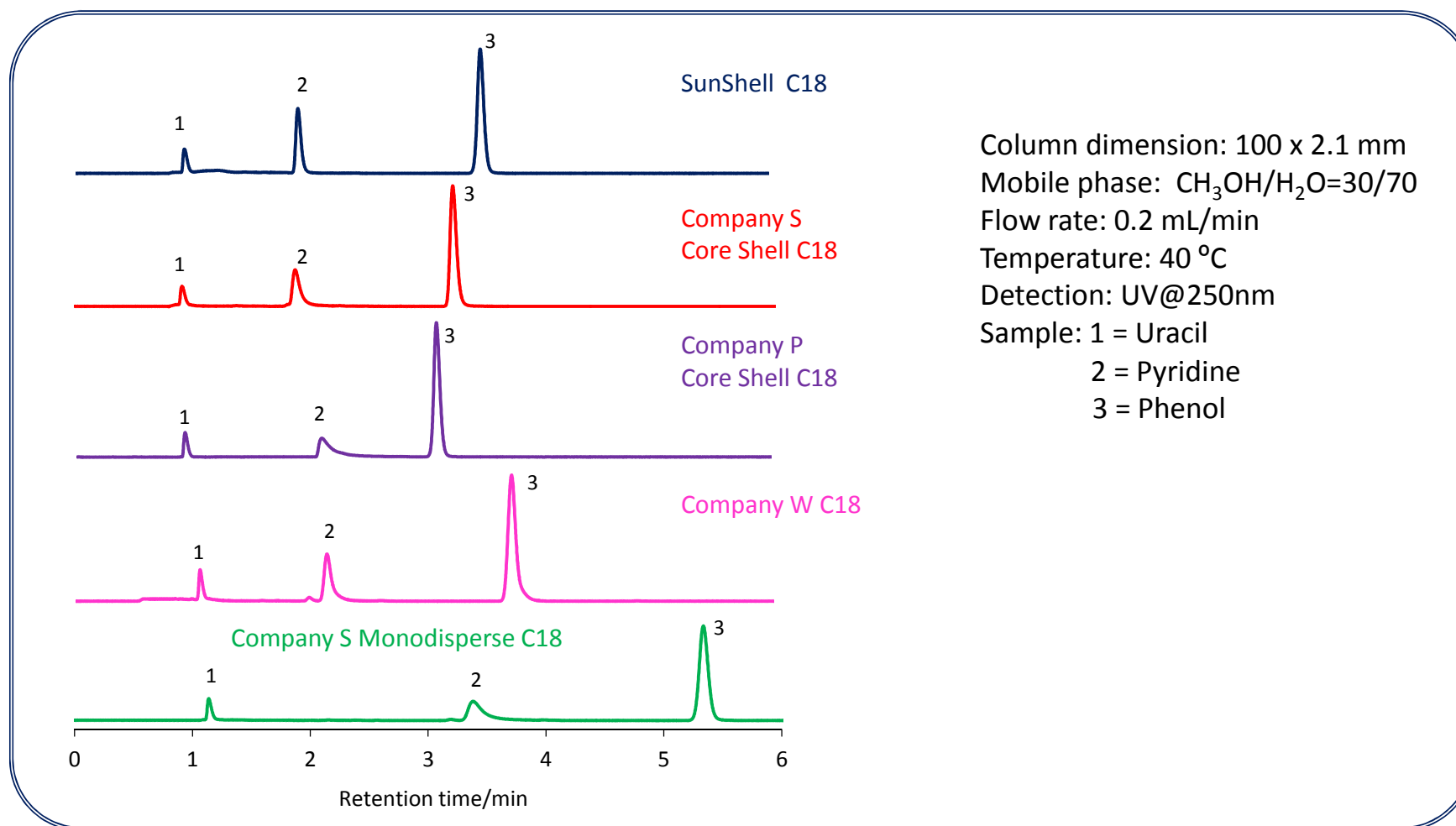


Column: SunShell C18, 2  $\mu$ m 100 x 2.1 mm  
 Company S Core Shell C18, 2  $\mu$ m 100 x 2.1 mm  
 Company P Core Shell C18, 1.7  $\mu$ m 100 x 2.1 mm  
 Company W C18, 1.7  $\mu$ m 100 x 2.1 mm  
 Company S Monodisperse C18, 1.9  $\mu$ m 100 x 2.1 mm

Mobile phase: CH<sub>3</sub>OH/H<sub>2</sub>O=75/25  
 Flow rate: 0.2 mL/min  
 Temperature: 40 °C  
 Sample: 1 = Uracil, 2 = Caffeine, 3 = Phenol, 4 = Butylbenzene  
 5 = o-Terphenyl, 6 = Amylbenzene, 7 = Triphenylene

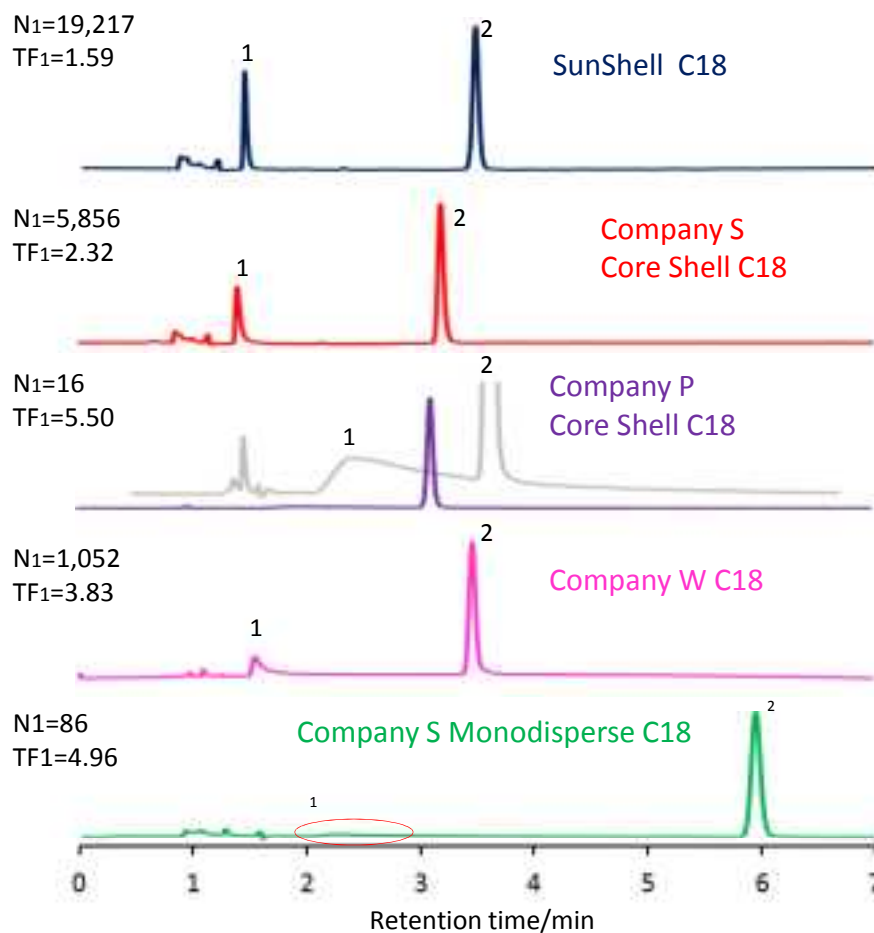
	水素結合性 (Caffeine/Phenol)	疎水性 (Amylbenzene/Butylbenzene)	立体選択性 (Triphenylene/o-Terphenyl)
SunShell C18	0.43	1.59	1.41
Company S Core Shell C18	0.37	1.59	1.38
Company P Core Shell C18	0.45	1.57	1.17
Company W C18	0.35	1.55	1.30
Company S Monodisperse C18	0.53	1.58	1.16

# ピリジンピーク



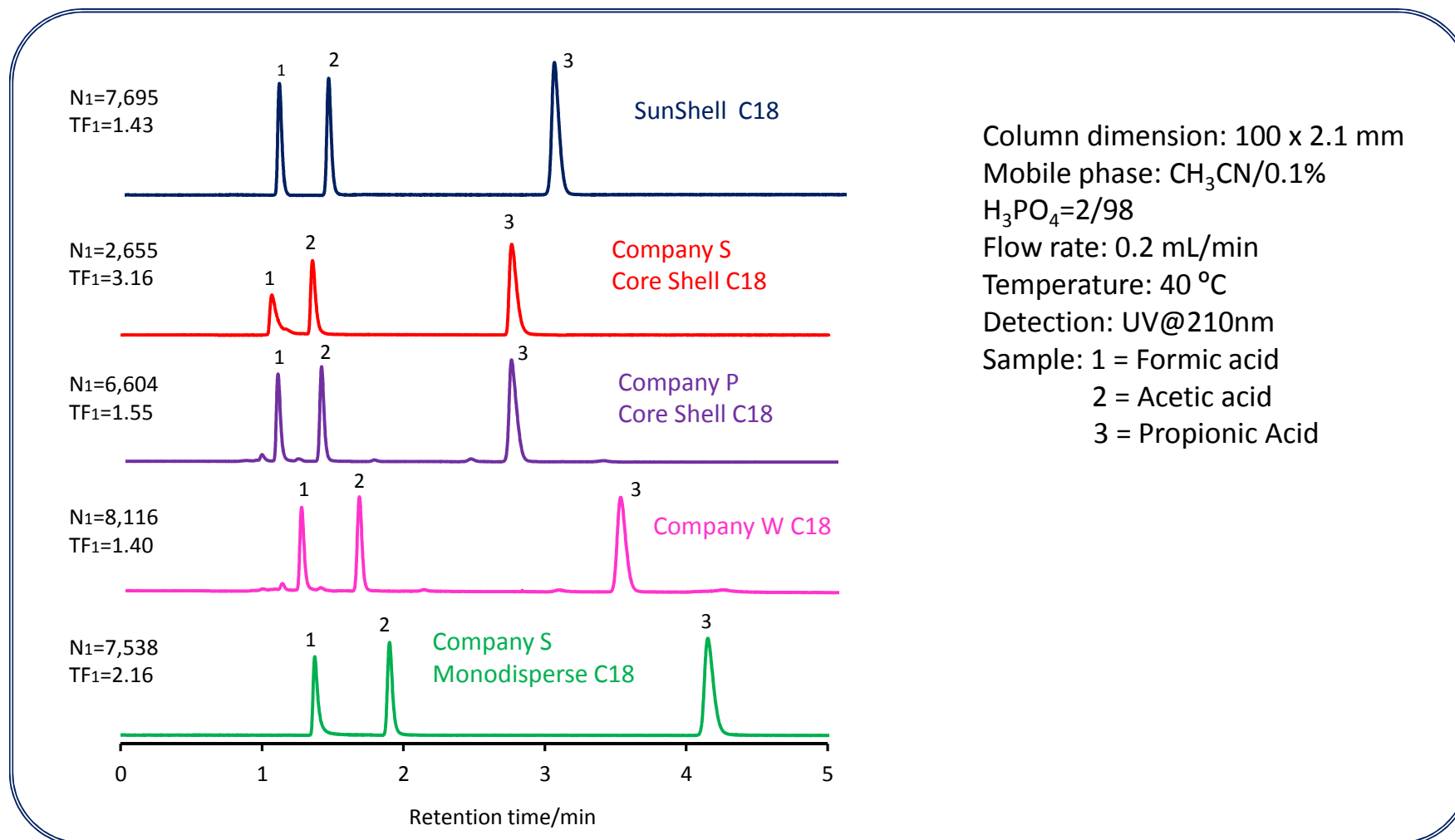


# オキシソルピーク

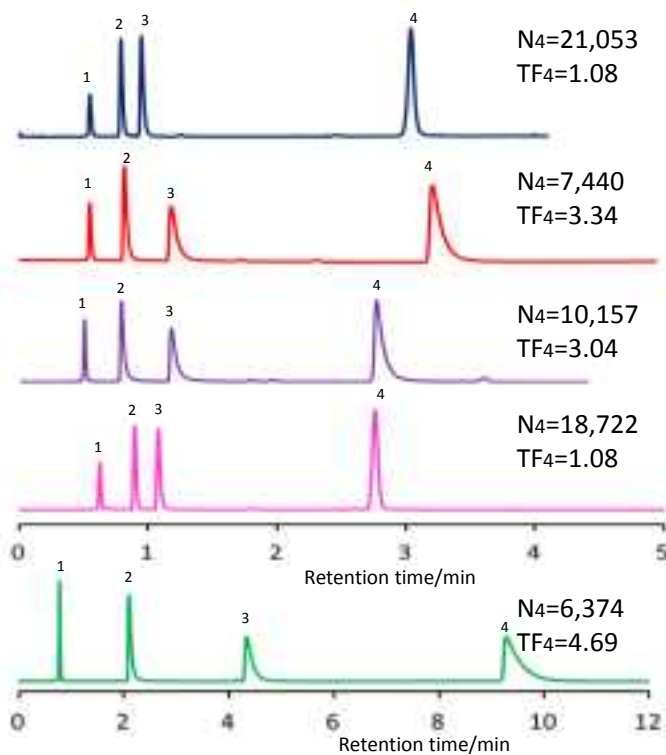


Column dimension: 100 x 2.1 mm  
 Mobile phase: CH<sub>3</sub>CN/20mM  
 H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>=10/90  
 Flow rate: 0.2 mL/min  
 Temperature: 40 °C  
 Detection: UV@250nm  
 Sample: 1 = 8-Quinolinol (Oxine)  
 2 = Caffeine

# ギ酸ピーク



# アミトリプチリンのピーク



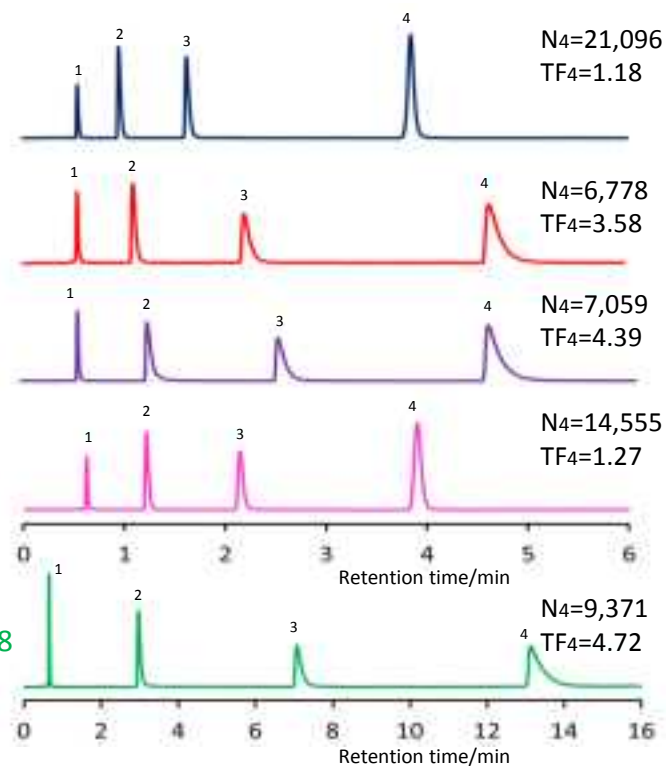
SunShell C18

Company S  
Core Shell C18

Company P  
Core Shell C18

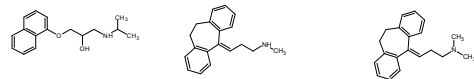
Company W C18

Company S  
Monodisperse C18

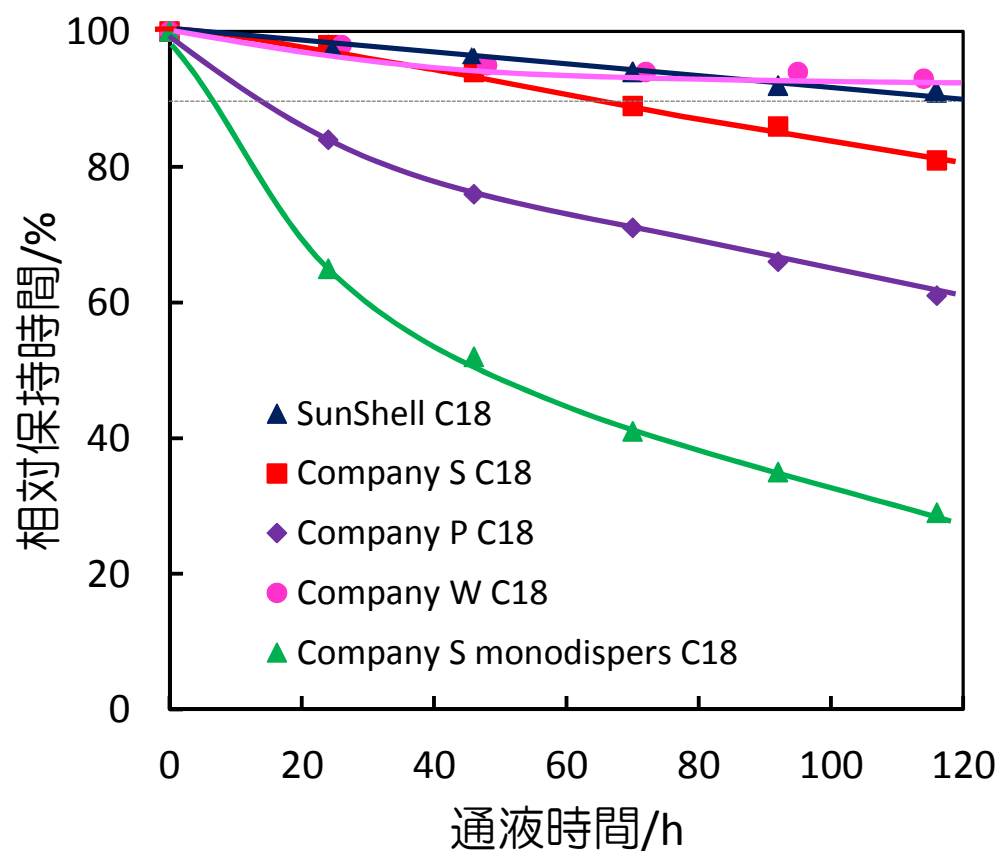


Column dimension: 100 x 2.1 mm  
Mobile phase: CH<sub>3</sub>CN/10mM Ammonium acetate pH 6.8=40/60  
Flow rate: 0.3 mL/min  
Temperature: 40 °C  
Detection: UV@250nm  
Sample: 1 = Uracil, 2 = Propranolol, 3 = Nortriptyline, 4 = Amitriptyline

Column dimension: 100 x 2.1 mm  
Mobile phase: CH<sub>3</sub>CN/20mM Phosphate buffer pH 7.0=60/40  
Flow rate: 0.3 mL/min  
Temperature: 40 °C  
Detection: UV@250nm  
Sample: 1 = Uracil, 2 = Propranolol, 3 = Nortriptyline, 4 = Amitriptyline



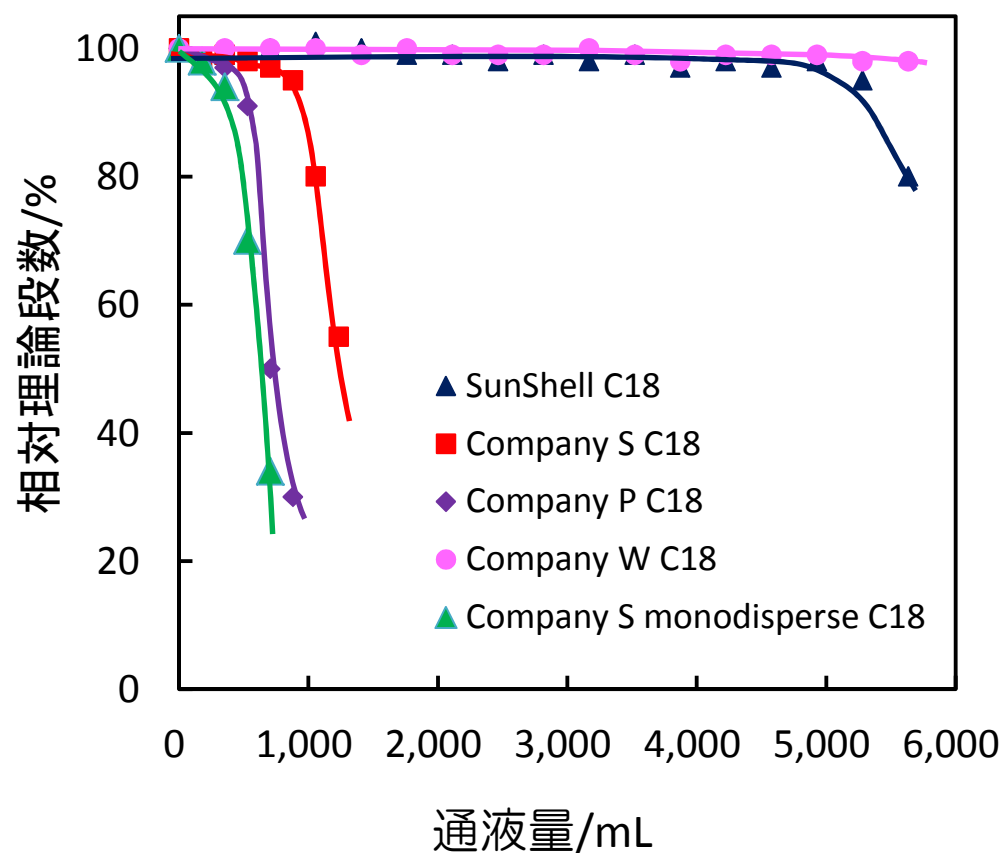
# 酸性条件での耐久性



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

# 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

# まとめ

- ◆ 各カラムの理論段数は大きく異なり、最大2倍の差があり、Company Wは他に比べ低い理論段数であった。また摩擦熱によると考えられる段数低下はハイブリッドシリカが顕著であった。
- ◆ 金属配位性のオキシンピーク形状はカラム間に大きな差があり、Company P およびCompany S Monodisperseは100段以下の段数となり、金属不純物の影響が非常に高いことが確認された。
- ◆ 酸性化合物のギ酸ピークはCompany S Core Shellのみひどくテーリングした。
- ◆ 塩基性化合物のアミトリプチリンピークはSunShell とCompany Wがテーリングが少なかったが、他は段数が低くテーリングも大きかった。
- ◆ 耐酸性・耐アルカリ性もカラム間に大きな差が認められた。