HPLC column SunBridge Ultra Hybrid Technology クロマニックテクノロシーズ **ChromaNik Technologies Inc** 

# SunBridge

# ハイブリッドを超えたハイブリッド — "Ultra-hybrid" C18

# ■ ハイブリッドシリカと高度不活性シリカ

ハイブリッドカラムとは、シリカゲル骨格(無機)内に所定の割合でエチレン架橋を施した、いわゆるハイブリッドシリカ(有機シリカ)粒子を用いたカラムの事を一般的に指します。アルカリに対する高い耐久性が主な特長と言われています。

但し、アルカリ高耐久カラムの製法は有機シリカを用いる手段だけに限りません。官能基導入後の表面処理(エンドキャッピング)の工夫によっても耐久性を高める事が可能です。例えば当社が2022年に開発した**Prominert**は高度不活性化法の適用によって、ハイブリッドカラムに匹敵する高pH耐久性を有します。

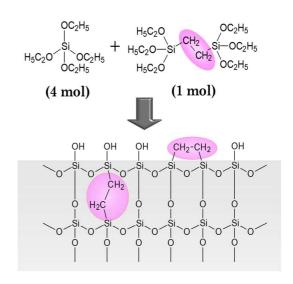
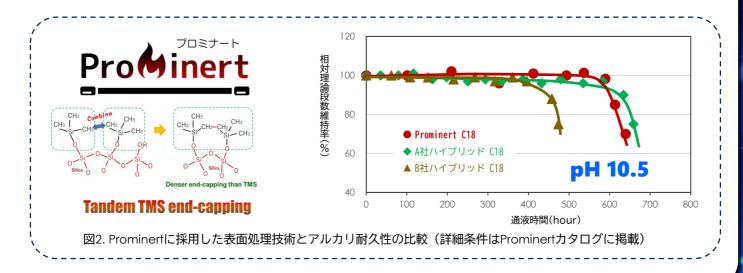


図1. ハイブリッドシリカ表面のイメージ



# ■ ハイブリッドシリカ粒子の2系統

ハイブリッドシリカ粒子は製造工程から大きく2つの系統があると考えられます。1つは、粒子を1から創製した「フルハイブリッド粒子」、もう1つはシリカ表面を改質し部分的に有機化した「パーシャルハイブリッド粒子」です。Prominertの比較例であげたA社・B社のハイブリッドはいずれもパーシャルハイブリッド系統のカラムでした。市場に出ている"ハイブリッド"と称されるカラムの殆どは、パーシャルハイブリッドの系統であると目されます。

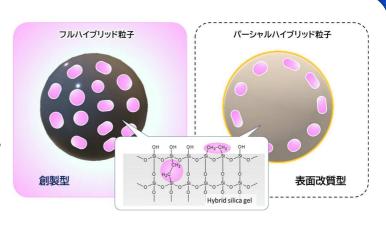
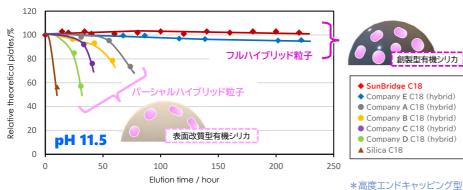


図3. ハイブリッド粒子のイメージ(創製型 or 表面改質型)

## ■ ハイブリッドカラムの高pH / 低pH移動相条件での耐久性比較



#### 耐久性試験条件 (pH 11.5)

Column dimension: 150 x 4.6 mm Mobile phase: Methanol/50 mM potassium phosphate pH 11.5=10/90 Flow rate: 1.0 mL/min Temperature: 40 °C

#### 理論段数測定条件

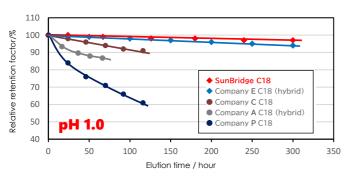
Mobile phase: Acetonitrile/water=70/30

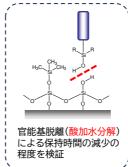
Flow rate: 1.0 mL/min Temperature: 40 °C

Sample: 1 = Uracil, 2 = Butylbenzene

\*高度エンドキャッピング型シリカもその形態からパーシャルハイブリッドに分類した。

図4-1. 各種カラムの塩基性条件(pH 11.5)での耐久性比較、縦軸は指標化合物の理論段数維持率(初期値を100%とする)





#### 耐久性試験条件 (pH 1.0)

Column dimension: 50 x 2.1 mm Mobile phase: Acetonitrile/1.0% TFA pH 1=10/90 Flow rate: 0.4 mL/min Temperature: 80 °C

#### 保持時間測定条件

Mobile phase: Acetonitrile/water=70/30

Flow rate: 1.0 mL/min Temperature: 40 °C

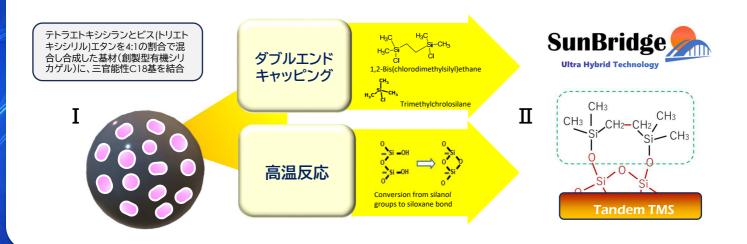
Sample: 1 = Uracil, 2 = Butylbenzene

図4-2. 各種カラムの酸性条件(pH 1)での耐久性比較、縦軸は保持時間維持率(初期の保持時間を100%とする)

SunBridge C18は高pH (11.5)、低pH (1.0)の両条件において、E社Hybrid C18と同等以上の耐久性を示しました。 特に、高pH条件でのE社以外のHybrid C18との耐久性の差は著しく、有機シリカ製法に基づく違いが明白でした。

# ■ Ultra Hybrid Technology概要: I. フルハイブリッド粒子 × II. 高度表面処理

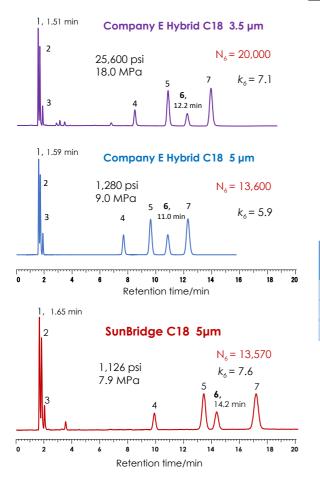
SunBridgeは、究極の耐久性・安定性を有するC18 (ODS)カラムを目指して開発されました。その核となる技術が、 新規フルハイブリッド粒子と高度不活性化法の融合による**Ultra Hybrid Technology**です。このイノベーションに よって、高い基材耐久性のみならず良好なピーク形状も両立可能な新時代品質の全多孔性カラムが誕生しました。





# 本性能・アプリケーション比較 --- v.s. Fully hybrid C18

# 基本性能の比較



#### 水素結合性、疎水性、立体選択性および保持時間の評価

Column: Company E Hybrid C18 3.5 µm, 5 µm, SunBridge C18 5 µm, Column dimensions: 150 x 4.6 mm 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 = Ph 3 = Phenol,

5 = o-Terphenyl, 6 = Amylbenzene,

4 = Butylbenzene,

7 = Triphenylene



(N: 理論段数, k: 保持係数)

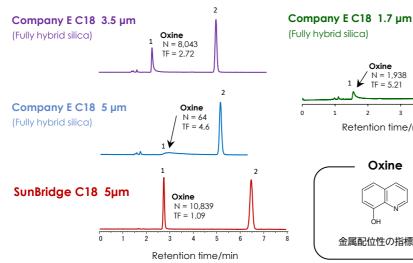
選択性(a), 仕様	水素結合性 (Caffeine/Phenol)	疎水性 (Amylbenzene/ Butylbenzene)	立体選択性 (Triphenylene/ o-Terphenyl)	比表面積 (m²/g)	炭素含有量
E社 Hybrid C18 3.5 µm	0.38	1.54	1.33	185	17.4%
E社 Hybrid C18 5 μm	0.39	1.52	1.33	188	18.0%
SunBridge C18 5µm	0.42	1.54	1.32	190	16.1%

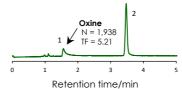
フルハイブリッドシリカの2種のカラム(SunBridge, E社) の基本仕様と選択性の傾向は、比較的類似しています。

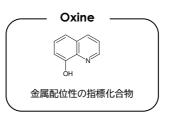
SunBridge C18 5µm は、同じ粒子径のE社C18より低圧 でありながら保持は大きく、理論段数は同等でした。

# ■ 金属配位性化合物の比較

(N: 理論段数, TF: テーリング係数、シンメトリー係数)







Column dimensions:  $150 \times 4.6$  mm for 3.5 and  $5 \mu m$ 100 x 2.1 mm for 1.7 μm Mobile phase: CH<sub>3</sub>CN/20 mM H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>=10/90 Flow rate: 1.0 mL/min for 3.5 and 5  $\mu$ m 0.2 mL/min for 1.7 µm Temperature: 40 °C Detection: UV@250 nm Sample: 1 = 8-Quinolinol (Oxine) 2 = Caffeine

E社C18はいずれの粒子径もオキシンの ピークテーリングが顕著でした。

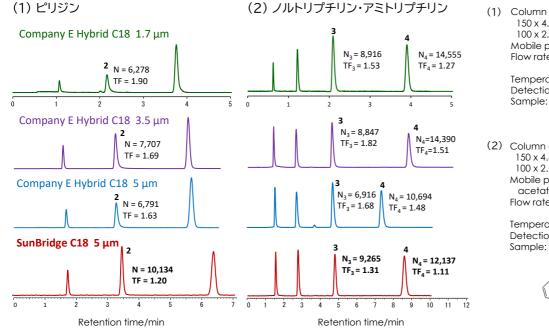
SunBridge C18はオキシンのテーリング が起こらず良好なピークとなりました。



## ■ 塩基性化合物の比較

(N: 理論段数, TF: テーリング係数、シンメトリー係数)

#### SunBridge C18 は残存シラノール基の影響を殆ど受けず、塩基性化合物のピーク形状が(1),(2)共に良好でした。



(1) Column dimensions:

150 x 4.6 mm for 3.5 and 5 µm

100 x 2.1 mm for 1.7 µm

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

Flow rate: 1.0 mL/min for 3.5 and 5 µm

0.2 mL/min for 1.7 µm

Temperature: 40 °C

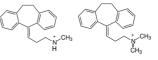
Detection: UV@250 nm

Sample: 1 = Uracil

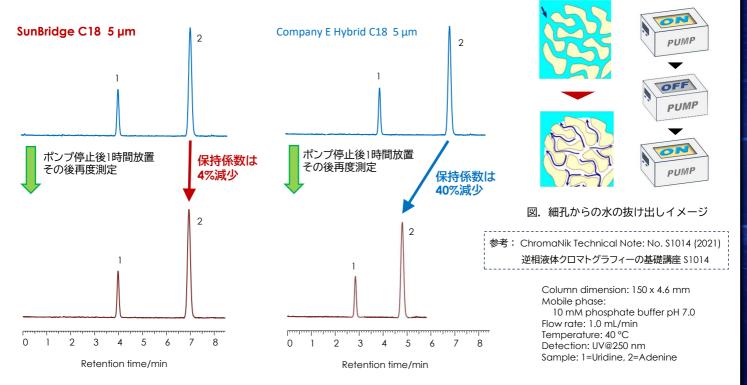
2 = Pyridine

3 = Phenol

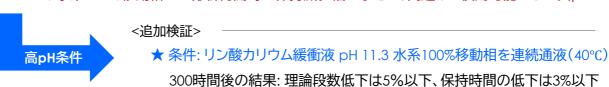
(2) Column dimensions:
150 x 4.6 mm for 3.5 and 5 μm
100 x 2.1 mm for 1.7 μm
Mobile phase: Acetonitrile/10 mM ammonium acetate pH 6.8=40/60
Flow rate: 1.0 mL/min for 3.5 and 5 μm
0.3 mL/min for 1.7 μm
Temperature: 40 °C
Detection: UV@250 nm
Sample: 1= Uracil, 2= Propranolol,
3= Nortriptyline, 4= Amitriptyline



# ■水系100%移動相での保持再現性の比較



SunBridge C18 は水系100%移動相での分析再開時の保持減少幅が小さく、問題なく使用可能でした。(pH 7.0)



pH 11以上の水系100%移動相でも300時間以上の耐久性

# SunBridge

- v.s. Partially hybrid C18, Core-Shell C18, 他

# ■ OPA誘導体化アミノ酸の一斉分離 塩基性移動相(pH 8.2)で3日間静置後、 SunBridge C18 5 µm 100%Bで約10分洗浄し再開時の比較 良好な再現性 (Ultra hybrid silica) 13 Retention time/min 13 Company B C18 3 µm (Partially hybrid silica)

#### **HPLC Condition**

Column: SunBridge (Ultra hybrid silica) C18 5 µm, Company B (Partially hybrid silica) C18 3 µm

Column dimension: 150 x 3.0 mm

Mobile phase: A) 10 mM  $Na_2HPO_4$  with 10 mM  $Na_2B_4O_7$  pH 8.2

B) Acetonitrile / Methanol / Water = 45 / 45 / 10

Flow rate: 0.55 mL/min, Temperature: 40  $^{\circ}$ C

Detection (Fluorescent): Ex. at 350 nm, Em. at 450 nm

Labeling method: In autosampler \* Instrument: Nexera LC-40 (Shimadzu)

Sample: 1 = Aspartate, 2 = Glutamate, 3 = Serine, 4 = Histidine, 5 = Glycine,

6 = Threonine, 7 = Arginine, 8 = Alanine, 9 = Thyrosine, 10 = Cystine,

11 = Valine, 12 = Methionine, 13 = Phenylalanine, 14 = Isoleucine, 15 = Leucine, 16 = Lysine

(Wako Amino Acids Mixture Standard Solution, Type H, 50  $\mu$ M/sample )

(min)	A(%)	B(%)
0	98	2
20	70	30
28.5	45	55
29.5	0	100
38	0	100
39	98	2

30

提供:地方独立行政法人大阪産業技術研究所 大橋先生

B社C18(パーシャルハイブリッド)は、弱塩基性移動相で3日間静置すると再開時に保持変動が起こりました。

Retention time/min

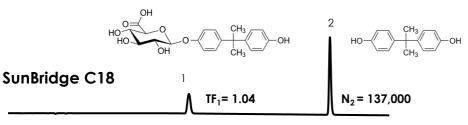
20

Gradient program:

SunBridge C18 は、全く同じ条件で静置後に再開したところ、良好な保持再現性を得ることが出来ました。

### ■ ビスフェノールAとグルクロン酸抱合体の分離

(N: 理論段数, TF: テーリング係数、シンメトリー係数)



2

Gradient program: A(%) B(%) (min) 20 0 80 15 95 18 95 19 20

20

30 80 Column: SunBridge C18 5 µm, 150 x 4.6 mm

Company A(Core-shell silica) 5 µm, 100 x 4.6 mm Company B (Fully porous silica) 5 µm, 150 x 4.6 mm

Mobile phase:

A) 10 mM Ammonium acetate aq. B) Acetonitrile

Gradient program: shown above Flow rate: 1.0 mL/min, Temperature: 40 °C,

Detection: UV@230 nm (PDA)

Sample: 1 = Bisphenol A Glucuronide (BPA-Glc),

2 = Bisphenol A (BPA)

(each 50 µM dissolved in 50% Acetonitrile)

Instrument: Shimadzu Prominence system

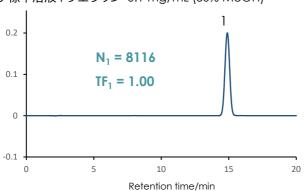
Company A C18 (Core-shell silica) ピーク割れ  $N_2 = 113,000$ Company B C18 (Fully Porus silica)  $N_2 = 79,000$  $TF_1 = 0.77$ 5 10 Retention time/min

A社·B社のC18カラムは、BPA-GLC(#1) のピークが共に不良形状を示しました。 SunBridge C18は、ピーク#1の形状が良

好な上、ピーク#2も高理論段数でした。

#### ■ SunBridge C18による生薬の分析: 日本薬局方 — カッコン(葛根)

○ 標準溶液: プエラリン 0.1 mg/mL (50% MeOH)



(N: 理論段数, TF: エーリング係数、シンメトリー係数)

Photo by PhotoAC

第18改正日本薬局方に基づく試験条件

Column: SunBridge C18  $\,$ 5  $\mu m$  ,  $\,$ 150 x  $\,$ 4.6  $\,$ mm

Mobile phase:

50 mM Sodium Dihydrogen Phosphate aq. / Acetonitrile = 9 / 1

Flow rate: 0.885 mL/min (プエラリンの保持時間: 約15分)

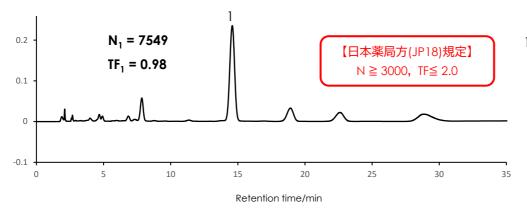
Injection volume: 10 µL, Temperature: 40 °C

Detection: UV@250 nm (PDA)

Instrument: Waters Acquity UPLC H-Class

Sample: 1 = Puerarin

● 試料溶液 : 日局カッコン 0.3 g/100 mL (50% MeOH)



1. Puerarin НО

提供: イスクラ産業株式会社

日本薬局方カッコンの分析にて、理論段数・シンメトリー係数の規定値を十分に満たす結果が得られました。





#### 【仕様】(基材: 創製型エチレン架橋シリカゲル、エンドキャッピング: Tandem TMS end-capping)

固定相	粒子径 *	細孔容積	比表面積	細孔径	炭素含有量	使用pH範囲
SunBridge C18	3 μm, 5 μm	0.8 mL/g	190 m²/g	15 nm	16%	1 - 12

#### 【価格表】

\*3 µmを発売開始しました。(出荷は2025年4月以降) 1.8 µm は2025年秋に上市予定です。

田中田	粒子径	内径 (mm)		2.1 **			3.0		4.6	
固定相		長さ (mm)	標準品型番	標準品価格	PS仕様型番	PS仕様価格	型番	価 格	型番	価 格
		50	JB2941	¥64,000	JB294PS	¥89,000	JB2341	¥64,000	JB2441	¥64,000
	3 µm	100	JB2961	¥69,000	JB296PS	¥94,000	JB2361	¥69,000	JB2461	¥69,000
	*2025年4月 以降に出荷	150	JB2971	¥74,000	JB297PS	¥99,000	JB2371	¥74,000	JB2471	¥74,000
		250	JB2981	¥84,000	_	_	JB2381	¥84,000	JB2481	¥84,000
C18	- 5 μm -	50	JB3941	¥58,000	JB394PS	¥83,000	JB3341	¥58,000	JB3441	¥58,000
		100	JB3961	¥63,000	JB396PS	¥88,000	JB3361	¥63,000	JB3461	¥63,000
	Эрт	150	JB3971	¥68,000	JB397PS	¥93,000	JB3371	¥68,000	JB3471	¥68,000
		250	JB3981	¥78,000	_	_	JB3381	¥78,000	JB3481	¥78,000

<sup>※</sup> PS仕様はカラム管接液部のステンレス面を有機不活性処理したメタルフリーカラム(**PS inert**)です。 標準品価格 + 25000円がPS仕様価格です。その他のメタルフリーカラムとしては高耐圧PEEK管仕様 (MTF: 標準品価格 + 20,000円)等があります。両者の違いなどの詳細についてはお問合せ下さい。





ガードカラム	製品名	型番	価 格	対応カラム内径
SunGuard Ultra	SunBridge RP ガードカートリッジカラムスターターキット(ホルダー, カートリッジ 2x3 mm, 接続用カプラ 各1個)	JB32CK	¥25,000	2.1 mm
SunGuard Ultra	SunBridge RP 交換用ガードカートリッジ (2x3 mm), 2個入り	JB32CC	¥15,000	2.1 mm
SunGuard	SunBridge C18 ガードカートリッジカラム, セット済み(ホルダー, カートリッジ 4x10 mm, 各1個) 【カプラは付属しません。必要の際にはPCO50KNを選択下さい】	JB3A1H	¥18,000	3.0 - 4.6 mm
SunGuard	SunBridge C18 交換用ガードカートリッジ(4x10 mm), 4個入り		¥24,000	3.0 - 4.6 mm
SunGuard Prep	SunBridge C18 ガードカートリッジカラムスターターキット(ホルダー, カートリッジ10x10 mm, 接続用カプラ【長さを <b>50,100,150mm</b> から選択】各1個, スパナ2本)		¥60,000	10 - 20 mm
SunGuard Prep	SunBridge C18 交換用ガードカートリッジ(4x10 mm), 2個入り		¥28,000	10 - 20 mm
関連部品	接続用カプラ(SUS配管0.13x50 mm 1本, PEEKオシネジ 2個, PEEKフェラル 2個)	PCO50KN	¥5,600	2.1 - 4.6 mm

SunGuard Prepスターターキットの型番指定方法: (カプラ長さ 50 mmの場合:JB371K1s, 100 mmの場合: JB371K2s, 150 mmの場合: JB371K3s) スパナ無しは¥3,000引きの価格となります、型番末尾の「\$」を外してください。(スパナなしスターターキットの型番の例: JB371K1, 価格: ¥57,000円)

### 【その他のサイズ】 分取カラムと特殊カラム(ナノ・ミクロカラム)

田中田	※マタ	内径(mm)	1	0	20		
白疋伯	粒子径	長さ (mm)	型番	価 格	型番	価 格	
C18	C10 F.um	150	JB3771	¥168,000	JB3871	¥360,000	
C16	5 µm	250	JB3781	¥210,000	JB3881	¥450,000	

おいて	131±(11111)	1Ш 1П		
ガラスライニング	0.3 - 0.5	一律 ¥98,000		
PEEKsil	0.075 - 0.15	一律 ¥98,000		
ナノカラム・ミクロカラムは、共に50 mm, 又は150 mmの 長さで製造可能です。(ユニオン接続部の材質はSSです。)				

その他サイズのご要望については、別途お問合せ下さい。

※上記価格には消費税は含まれておりません。上記価格表は2025年4月現在の国内販売価格です。 外観および仕様は改良のため、予告なく変更する場合もございますのでご了承願います。

#### 開発·製造·発売元

株式会社 クロマニックテクノロジーズ

代表取締役社長 長江 徳和

552-0001 大阪府大阪市港区波除6-3-1

TEL: 06-6581-0885 FAX: 06-6581-0890

E-mail: info@chromanik.co.jp URL: https://chromanik.co.jp

