

# 2

## 逆相用カラムⅡ

for Liquid Chromatography Develosil®

---

### CONTENTS

1.ODS系 .....	P.023-P.030
1-1/ Develosil® ODS-HG	
Develosil® ODS-UG	
Develosil® ODS-MG	
Develosil® ODS-SR	
1-2/ Develosil® PAHS	

## 1-1 ODS系

# Develosil® ODS-HG

# Develosil® ODS-UG

# Develosil® ODS-MG

# Develosil® ODS-SR

## Develosil® シリーズの2代目、極めてスタンダードなカラム!!

このシリーズは前項のシリーズに比べ基材であるシリカゲルの高純度化・ダブルエンドキャップ処理による残存シラノールが低減された現在のニーズに合ったカラムです。これにより塩基性化合物のピークテーリングが抑えられ、非常に使い勝手の良い仕様になっています。カラム選択においてファーストチョイスとしてお使い下さい。

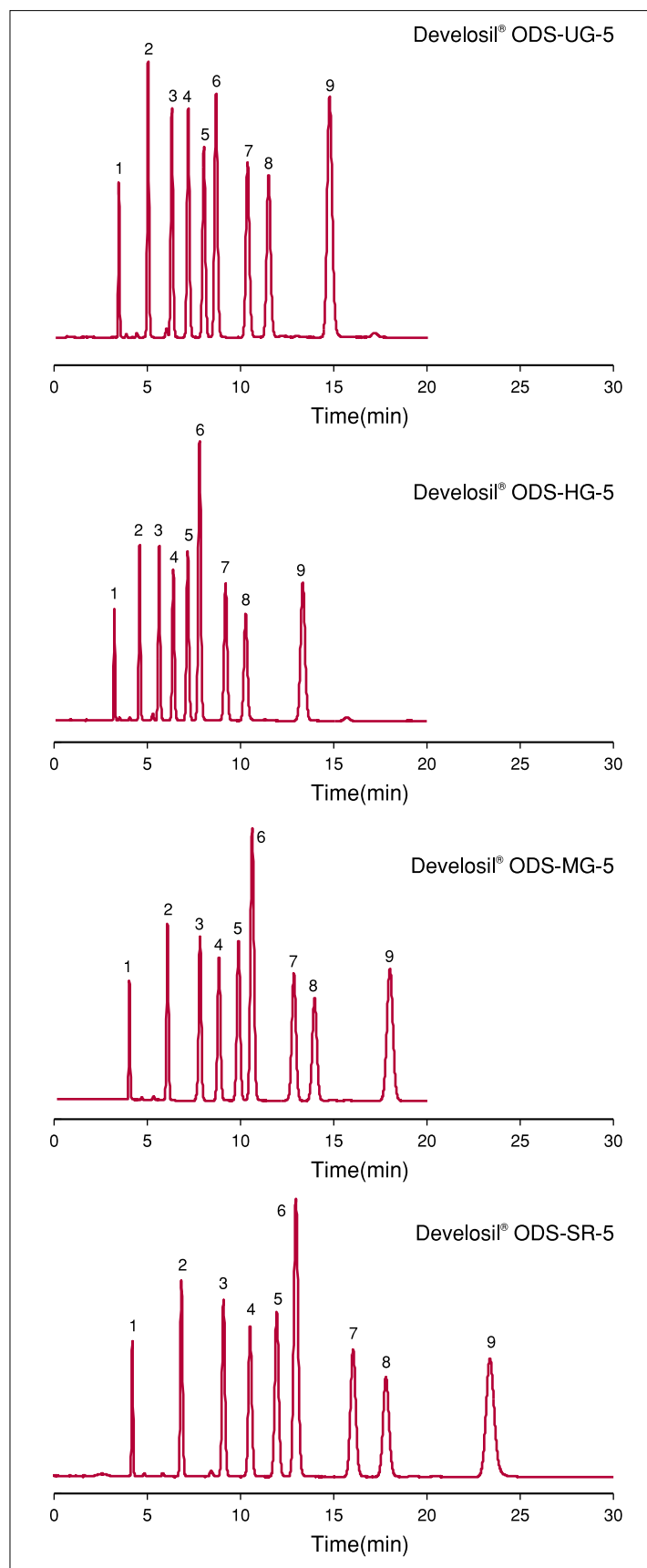
## Develosil® ODS-HG、ODS-UG、ODS-MG、ODS-SRの物性

カラム名	結合基	炭素含有量	エンドキャップ	比表面積	細孔径	細孔容積	使用pH範囲
ODS-UG	オクタデシル基 (モノ)	18%	あり (ダブル)	300m <sup>2</sup> /g	14nm	1.05mg/mL	pH2-10
ODS-HG	オクタデシル基 (トリ)	18%	あり (ダブル)				pH1-9
ODS-MG	オクタデシル基 (ジ)	15%	あり (ダブル)	400m <sup>2</sup> /g	10nm	1.15mg/mL	pH2.5-7
ODS-SR	オクタデシル基 (ジ)	18%	あり (ダブル)	560m <sup>2</sup> /g			

## 配管内径の組合せと理論段数

カラム名	用途
ODS-UG	アルカリ性移動相を用いる場合に使用。クセがなく使いやすいカラム。ODS-HGと並んで標準的な存在。
ODS-HG	酸性移動相を用いる場合に使用。ODS-UGとほぼ同等の分離を示すが、立体認識能はODS-HGの方が高い。
ODS-MG	2反応性型ODS。ODS-UGやHGに比べ保持が強く分離改善のための1本。水組成の多い移動相にも使用できる。
ODS-SR	Develosil® シリーズ史上最大の保持を誇るカラム。保持を稼ぐには最適な1本。分取の負荷量増大が狙える。

## ■芳香族化合物の分析例



## Conditions:

Column : Develosil® ODS-UG-5  
 Develosil® ODS-HG-5  
 Develosil® ODS-MG-5  
 Develosil® ODS-SR-5

Size : 4.6x150mm

Mobile phase : Acetonitrile/Water=70/30

Flow rate : 1.0ml/min

Temperature : 30°C

Detection : UV254nm

Sample : 1. Benzene (0.31μL/ml)

2. Naphthalene (0.32mg/ml)

3. Biphenyl (0.08mg/ml)

4. Fluorene (0.08mg/ml)

5. Phenanthrene (0.04mg/ml)

6. Anthracene (0.04mg/ml)

7. Fluoranthene (0.16mg/ml)

8. Pyrene (0.16mg/ml)

9. Chrysene (0.16mg/ml)

Injection volume : 2.0μL

9種類の芳香族化合物を同条件にて測定。ODS-UGとHGには時間差はあるもののほぼ同じ分離を示します。ODS-MGやSRはこれらに比べかなり強い保持を得ることができるので、分離改善の手立てになります。

## ■分離の改善について

〈分離の改善を行うには〉

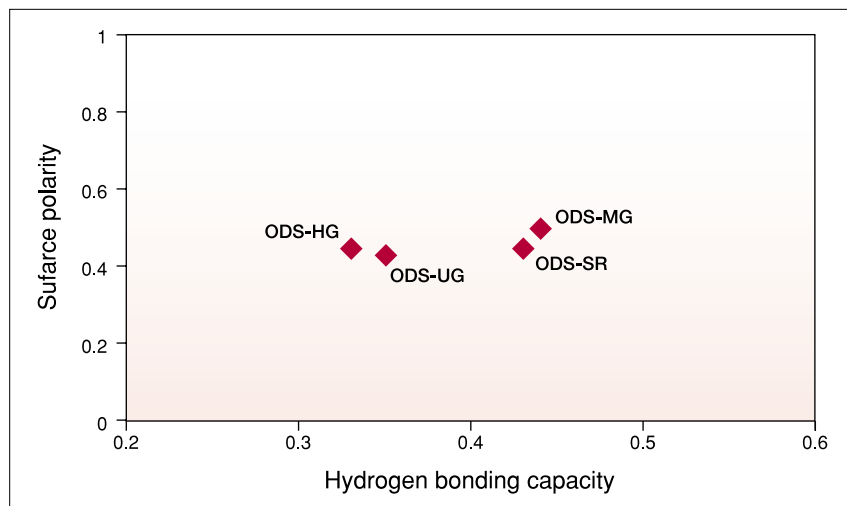
- カラム長さを変える
- 保持の強いカラムに変える
- 粒子径を小さくする
- 組成を変える

など様々な方法がありますが、試料の溶解性や分析時間など、目的にあったカラムを選択する必要があります。

## カラムを選択する際の手立て

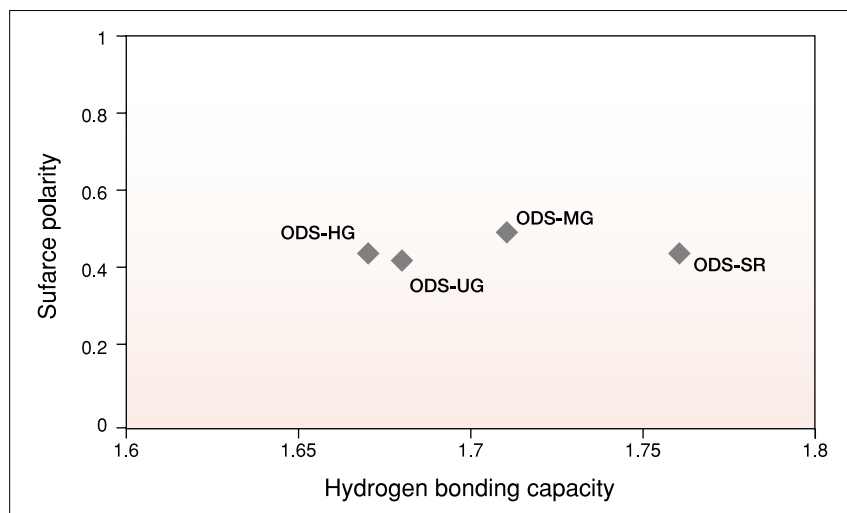
前項でも示した水素結合性・疎水性・表面極性を示したデータです。ODS-UG,HG・ODS-MGやODS-SRには各々異なる性能を持っています。是非、カラム選択の目安にして下さい。

### ■水素結合性



水素結合性は残存シラノールの影響を見るためのパラメータになります。ODS-UGやHGに比べ、ODS-MGやSRは残存シラノールの影響を受ける傾向にありますが、ODS-MGやSRでしかできない分析も多くあります。

### ■疎水性

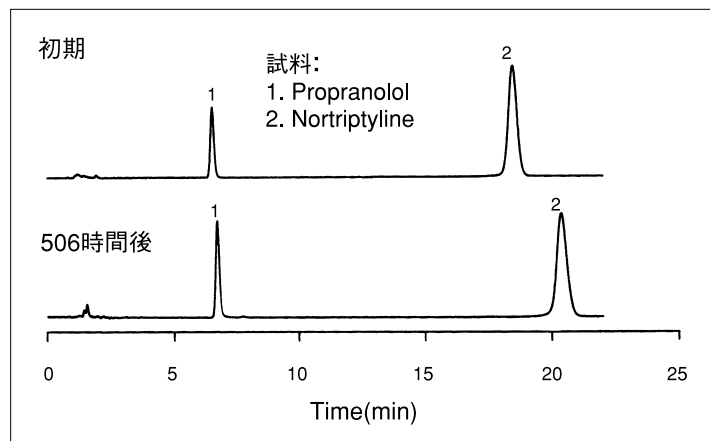


疎水性は炭素含有量に影響されるパラメーターですが、使用する基材物性の影響もあり15%の炭素含有率を持つODS-MGはその表面積の大きさからODS-UGやHGよりも高い疎水性を示します。

## カラム耐久性

新たなエンドキャップ法が採用されているODS-UG, HG, MG, SRは液性の耐久にも優れたカラムとなっています。

### ■ Develosil® ODS-UGのアルカリ耐久性



Conditions;

Column : Develosil® ODS-UG-5 (4.6x150mm)  
+ガードカラム (4.0x20mm)

Mobile phase : acetonitrile/0.05M 塩酸ピロリジン (pH11.5)  
=50/50

Flow rate : 1.0ml/min

Temperature : 30°C

Detection : UV215nm

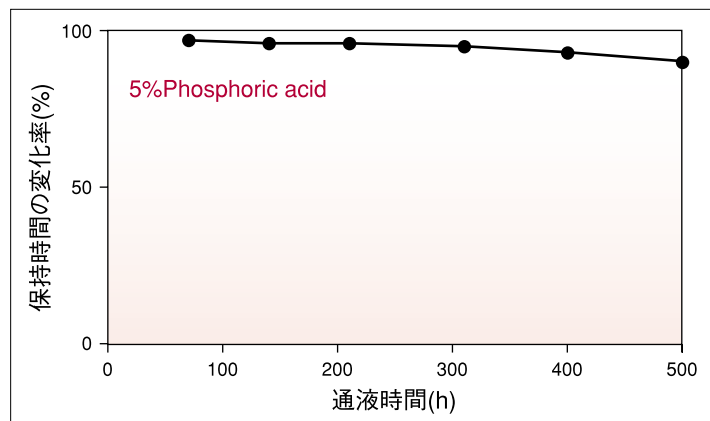
Sample : 1.Propranolol

2.Nortriptyline

Injection volume : 2.0uL

上記条件において506時間後においてもピークの形状は維持されています。劣化の起こりにくい条件を組めば高いpH条件においても十分な耐久性を示します。

### ■ Develosil® HGの酸耐久性



Conditions;

Column : Develosil® ODS-HG-5

Size : 4.6x150mm

Mobile phase : MeOH/5% Phosphoric acid (pH1.1) =70/30  
MeOH/1% TFA (pH1.3) =70/30

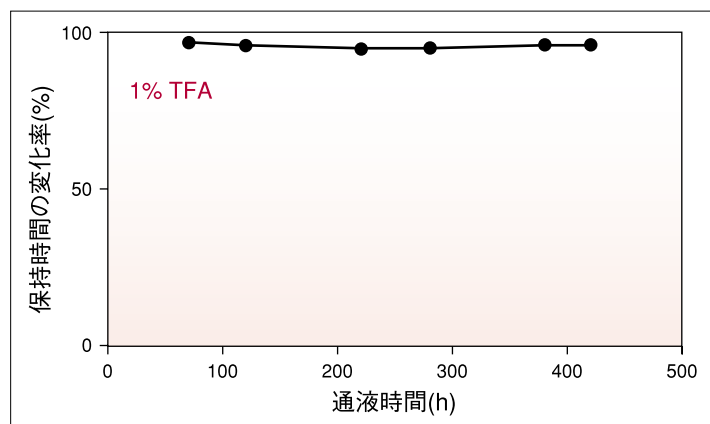
Flow rate : 1.0ml/min

Temperature : 30°C

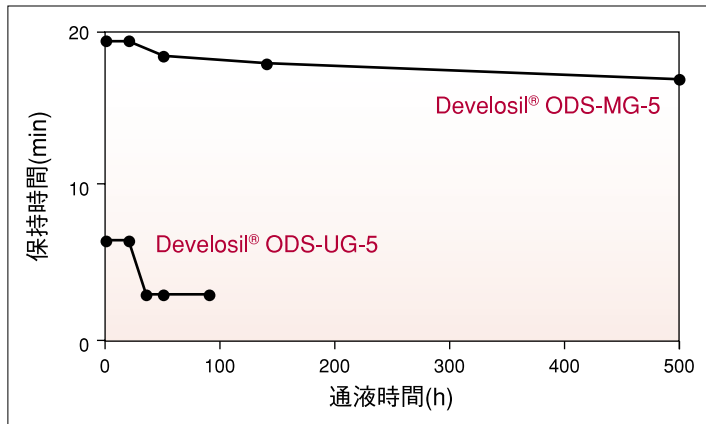
Detection : UV254nm

Sample : Napthalene

上記条件においてリン酸を使用した場合とTFAを使用した場合でも500時間通液後の保持の変化は数%の減少に抑えられ酸性移動相に対しても十分な耐久性を示します。



## ■ Develosil® ODS-MG水の多い移動相における保持の維持

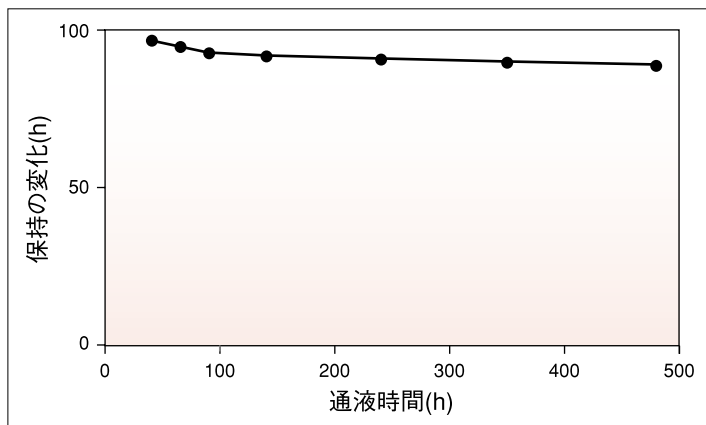


Conditions:

Column	: Develosil® ODS-MG-5
Size	: 4.6x150mm
Mobile phase	: Water
Flow rate	: 1.0ml/min
Temperature	: 40°C
Detection	: UV254nm
Sample	: Thymine

Develosil® ODS-HG,UGやSRでは水系100%もしくは水系の多い移動相では急激に保持が早くなる現象が起こります。ODS-MGは基材表面を制御することにより上記条件においても十分な保持を維持することができます。

## ■ Develosil® ODS-MGの酸耐久性

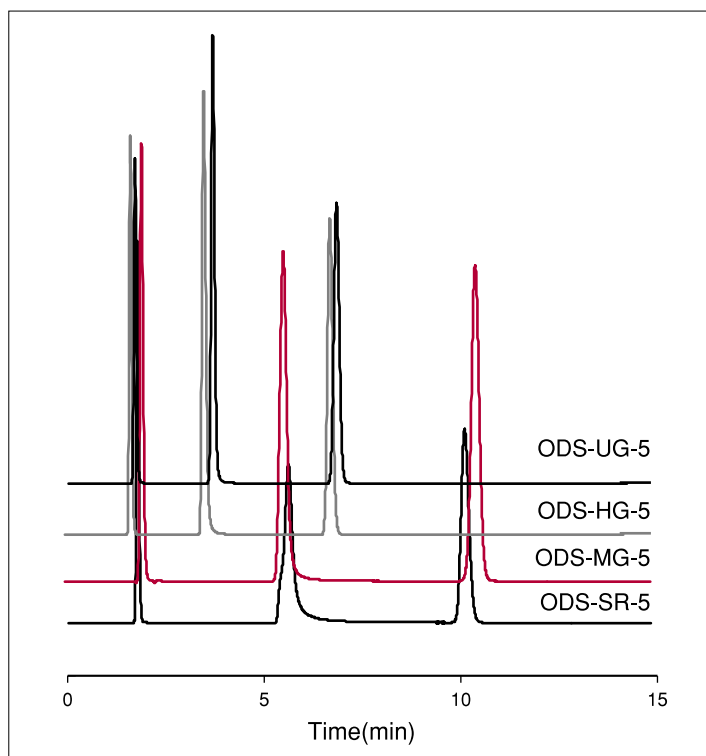


Conditions:

Column	: Develosil® ODS-MG-5
Size	: 4.6x150mm
Mobile phase	: ACN/0.1% Phosphoric acid=2/98
Flow rate	: 1.0ml/min
Temperature	: 40°C
Detection	: UV210nm
Sample	: Propionic acid

上記条件におけるDevelosil® ODS-MGの酸性条件下における耐久性を示します。500時間を経過しても保持は数%の減少のみで高い耐久性を示します。使用pH範囲においては、このODS-MGは高い耐久性を示します。

## ■ 分離比較 一塩基性化合物一

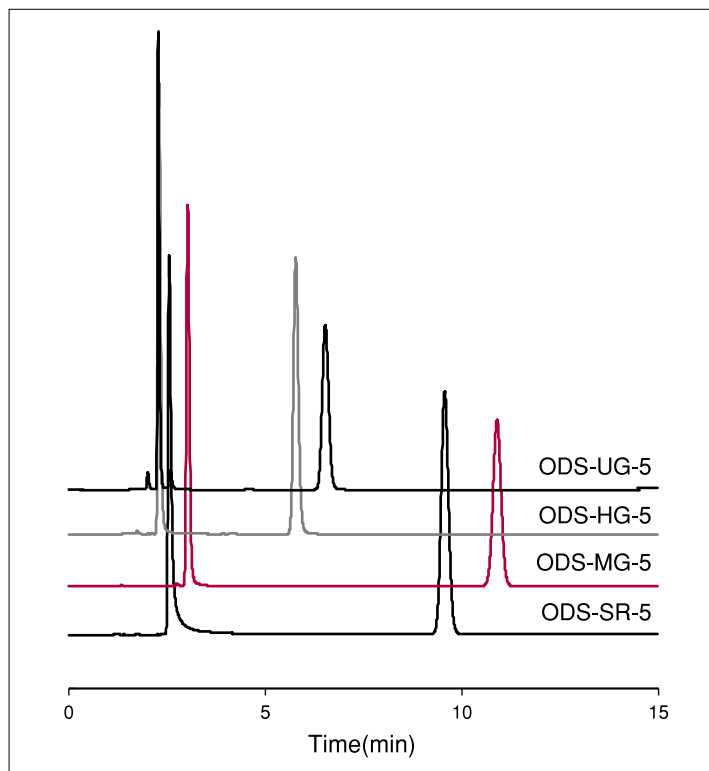


Conditions:

Column	: Develosil® ODS-UG-5 Develosil® ODS-HG-5 Develosil® ODS-MG-5 Develosil® ODS-SR-5
Size	: 4.6x150mm
Mobile phase	: MeOH/Water=30/70
Flow rate	: 1.0ml/min
Temperature	: 40°C
Detection	: UV254nm
Sample	: Uraci, Pyridine, Phenol

ODS-UG,HG,MGは高純度シリカを採用しており、より不純物が少ないのが特徴です。エンドキャップの効果と併せてピリジン(塩基性化合物)の形状もシャープです。また、表面積の高いODS-MGやODS-SRは強い保持を示します。

## ■分離比較 —金属化合物—

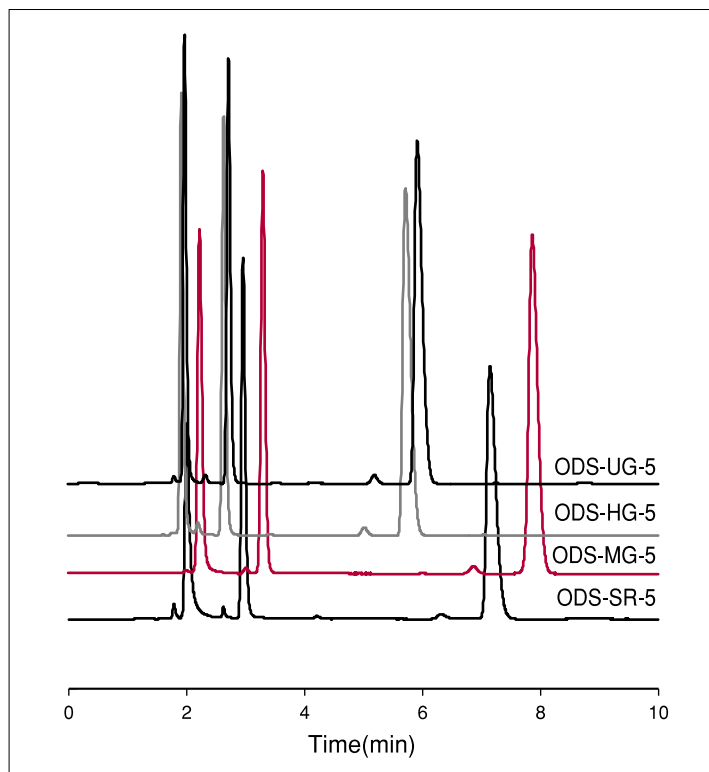


## Conditions;

Column	Develosil® ODS-UG-5
	Develosil® ODS-HG-5
	Develosil® ODS-MG-5
	Develosil® ODS-SR-5
Size	4.6x150mm
Mobile phase	ACN/0.2%Phosphoric acid=10/90
Flow rate	1.0ml/min
Temperature	40°C
Detection	UV254nm
Sample	Oxine-copper, Caffeine

上記の塩基性化合物と同様に金属性化合物もシリカゲル基材の影響を受け、ODS-UG,HG,MGは良好なピーク形状を示します。特にODS-MGは結合密度を他の3種に比べ低い割合にコントロールしています。ODS-UGやHGにおいて分離が不十分の場合、分離改善の手立てとなり、水組成の多い移動相でも十分な再現性を持っているため検討する幅を広げることができます。

## ■分離比較 —酸性化合物—



## Conditions;

Column	Develosil® ODS-UG-5
	Develosil® ODS-HG-5
	Develosil® ODS-MG-5
	Develosil® ODS-SR-5
Size	4.6x150mm
Mobile phase	ACN/0.2%Phosphoric acid=2/98
Flow rate	1.0ml/min
Temperature	40°C
Detection	UV210nm
Sample	Acetic acid, Formic acid, Propionic acid

有機酸の比較においていずれの場合においても良好な形状を示します。ODS-HG,UGを標準とした場合、ODS-MGやODS-SRは保持が強い傾向にあります。このようにODSといっても使用するカラムにおいて結果が大きく異なります。

Develosil® シリーズは数多くのODSを揃えており、目的に合わせたカラムを選択することができます。全て自社にて製造しているメーカーとしての強みといえます。

## 1-2 ODS系

## Develosil® PAHS

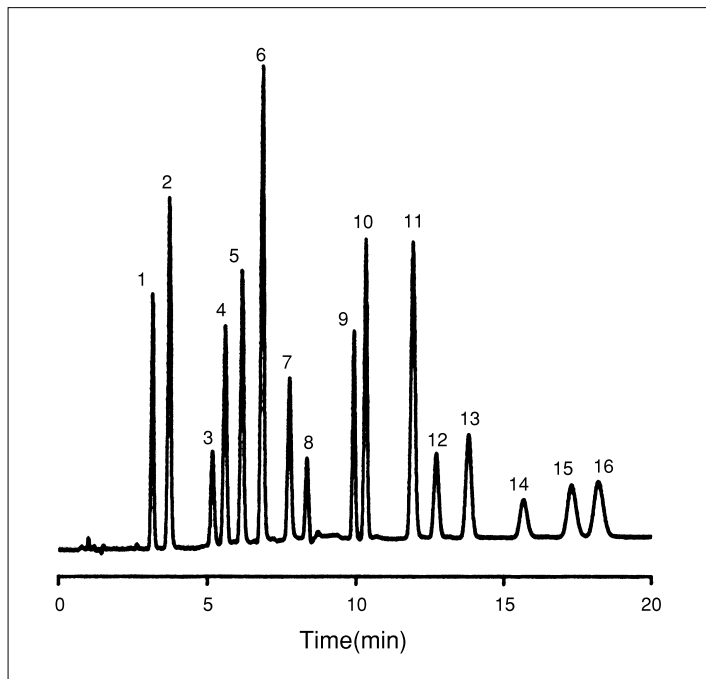
## 高い立体認識能。類似構造の分離にはこれ!!

Develosil® PAHSは多環芳香族炭化水素(PAHS)用に設計されました。その高い炭素含有量はシリーズ内最大の立体認識能を持ちます。化学修飾されているポリメリック型ODSを採用しているのも一つの特徴です。多環芳香族炭化水素に限らず、異性体の分離に威力を発揮します。

## Develosil® PAHSの物性

カラム名	結合基	炭素含有量	エンドキャップ	比表面積	細孔径	細孔容積	使用pH範囲
PAHS	オクタデシル基 (トリ)	23%	なし	350m <sup>2</sup> /g	12nm	1.05mg/mL	pH2-7.5

## ■ 16種類の多環芳香族炭化水素の分離



## Conditions;

Column : Develosil® PAHS-5

Size : 4.6x150mm

Mobile phase : A) Water

B) Methanol

Gradient : B% 0min (80%) → 3.4min (80%)  
8.1min (100)

Flow rate : 1.5ml/min

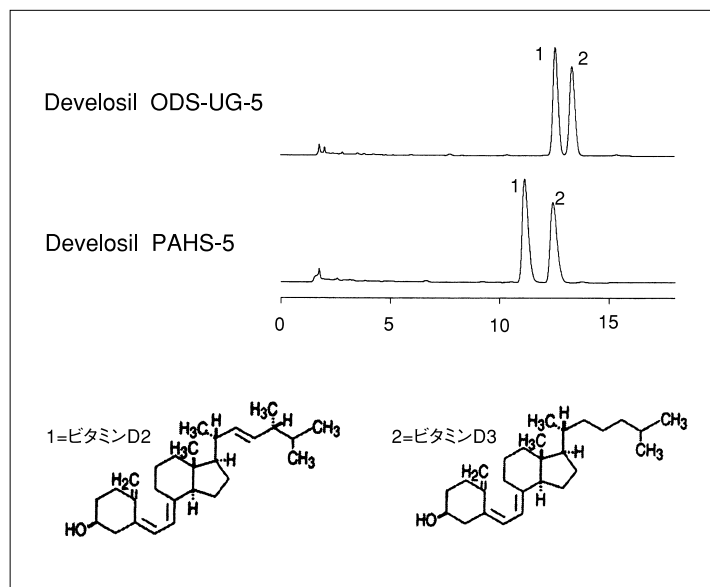
Temperature : 30°C

Detection : UV254nm

Sample : 1.Naphthalene / 2.Acenaphthylene  
3.Acenaphthene / 4.Flourene / 5.Phenanthrene  
6.Anthracene / 7.Fluoranthene / 8.Pyrene  
9.Benzo (a) anthracene / 10.Chrysene  
11.Benzo (b) fluoranthene  
12.Benzo (k) fluoranthene / 13.Benzo (a) pyrene  
14.Dibenzo (a,h) anthracene  
15.Benzo (g,h,i) perylene  
16.Indeno (1,2,3-cd) pyrene



## ■ ビタミンの分離



### Conditions:

Column : Develosil® PAHS-5

Size : 4.6x150mm

Mobile phase : Acetonitrile

Flow rate : 1.0ml/min

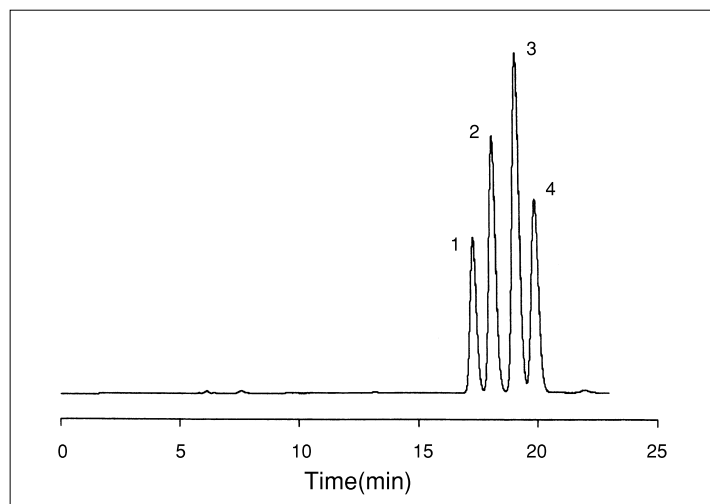
Temperature : 30°C

Detection : UV254nm

Sample : 1.Vitamin D<sub>2</sub> / 2.Vitamin D<sub>3</sub>

ODS-UGにおいても分離は可能。より良い分離を求める場合にはDevelosil® PAHSをお奨めします。複数成分などの分離には最適です。

## ■ キシレンの分離



### Conditions:

Column : Develosil® PAHS-5

Size : 4.6x150mm

Mobile phase : MeOH/Water=75/25

Flow rate : 1.0ml/min

Temperature : 20°C

Detection : UV254nm

Sample : 1.Ethylbenzene / 2.o-Xylene / 3.m-Xylene / 4.p-Xylene

