

Ascentis、Ascentis Expressは固定相導入、エンドキャップにこだわったシリーズです

Ascentisは高密度な固定相および、エンドキャップ剤の導入に成功したシリーズです。通常のエンドキャップ剤としては図(Ascentisの新しい導入剤)の様にもトキシ剤が広く使われています。しかし、疎水性移動相中での合成において、親水性のメタノールが中間物質として生成されるため、導入そのものを阻害してしまいます。結果、理論値の半分程度の固定相、トリメチルシラン剤(TMS、エンドキャップ剤)しか導入が出来ませんでした。Supelcoでは、Ascentisシリーズより特殊な導入開始剤を新たに開発し、中間生成物も疎水性で、簡単に洗い流せるものを使用しました。

結果、下図の様に残存したシラノールの影響を受けやすい中性付近での移動相において、塩基性化合物を分離した例では、殆どテーリングを起していない事がわかります。ODS、逆相カラムとは本来、疎水性のみで相互作用すべき存在だとSupelcoは考えております。

また、最大の固定相導入は、最大の疎水性保持をもたらします。これは多くの未知化合物が存在した場合に、容易な保持を可能とし、さらにLC-MSでは、有機溶媒リッチな条件で感度良く分析できる事を意味します。

Ascentisの新しい導入剤

TMS-Cl \rightleftharpoons HCl 固定相を攻撃します。

TMS-NH-TMS \rightleftharpoons NH₃ シリカゲル基材を攻撃します。

TMS-OMe \rightleftharpoons MeOH 合成そのものを阻害

Supelco Silane \rightarrow より反応性の高いシラン
残存物はより不活性な化合物

As = 1.00 ± 0.10以内!

三環系抗うつ剤の分離

Column : Ascentis C18, (581324-U) 15 cm x 4.6 mm I.D., 5 μm	1. Desmethyl doxepin pK _a =9.75
MP : 30:70, 25 mM NH ₄ H ₂ PO ₄ , pH 7.0	2. Protriptyline pK _a =8.2
: CH ₃ OH	3. Desipramine pK _a =10.4
FR : 1.5 mL/min	4. Nortriptyline pK _a =9.7
temp. : 35 °C	5. Doxepin pK _a =8.96
det. : UV at 254 nm	6. Imipramine pK _a =9.4
	7. Amitriptyline pK _a =9.4
	8. Trimipramine pK _a =7.72

Ascentis Expressで高理論段!

<p>Column : 10 cm x 2.1mm I.D.</p> <p>MP : A) 100 mM NH₄Ac, pH 7.0</p> <p>: B) Water, C) CH₃OH</p> <p>FR : 0.3 mL/min</p> <p>temp. : 55 °C</p> <p>det. : UV at 250 nm</p>	<p>1. Uracil</p> <p>2. Nordoxepin</p> <p>3. Desipramine</p> <p>4. Nortriptyline</p> <p>5. Doxepin</p> <p>6. Norclomipramine</p> <p>7. Imipramine</p> <p>8. Amitriptyline</p> <p>9. Clomipramine</p>	<p>Ascentis Express C18, 2.7μm</p> <p>MP: A:B:C=10:28:62</p> <p>Pres.: 2990psi</p> <p>Peak 8 : N = 11,530</p> <p>Peak 9 : N = 13,160</p>	<p>Ascentis C18, 3.0μm</p> <p>MP: A:B:C=10:25:65</p> <p>Pres.: 1750psi</p> <p>Peak 8 : N = 7,790</p> <p>Peak 9 : N = 8,290</p>
---	---	--	--

シグマ アルドリッチ ジャパン株式会社 アナリティカル事業部

〒140-0002 東京都品川区東品川2-2-24 天王洲セントラルタワー4F
TEL.03-5796-7350 / FAX.03-5796-7355

〒532-0004 大阪市淀川区西宮原2-7-38 新大阪西浦ビル
TEL.06-6397-5963 / FAX.06-6397-4649

E-mail: sialjpsp@sial.com