

**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)の様にメ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。

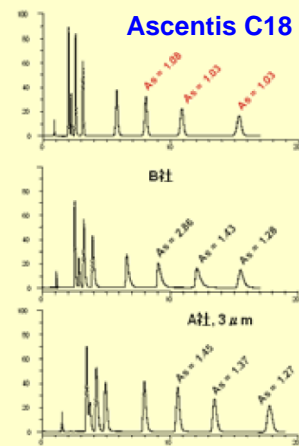
結果、下図の様に残存したシラノールの影響を受けやすい中性付近での移動相において、塩基性化合物を分離した例では、殆どテーリングを起していない事がわかります。ODS、逆相カラムとは本来、疎水性のみで相互作用すべき存在だとSupelcoは考えております。

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  $\implies$  HCl 固定相を攻撃します。
- TMS-NH-TMS  $\implies$  NH<sub>3</sub> シリカゲル基材を攻撃します。
- TMS-OMe  $\implies$  MeOH 合成そのものを阻害
- Supelco Silane  $\implies$  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！！**



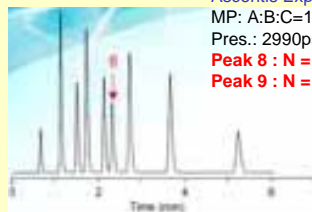
**三環系抗うつ剤の分離**

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

**Ascentis Expressで高理論段！**

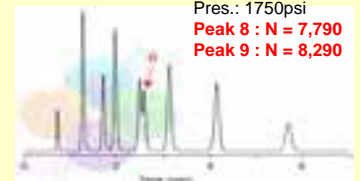
Column : 10 cm x 2.1mm I.D.  
MP : A) 100 mM NH<sub>4</sub>Ac, pH 7.0  
: B) Water, C) CH<sub>3</sub>OH  
FR : 0.3 mL/min  
temp. : 55 °C  
det. : UV at 250 nm

1. Uracil
2. Nordoxepin
3. Desipramine
4. Nortriptyline
5. Doxepin
6. Norclomipramine
7. Imipramine
8. Amitriptyline
9. Clomipramine



Ascentis Express C18, 2.7um  
MP: A:B:C=10:28:62  
Pres.: 2990psi  
**Peak 8 : N = 11,530**  
**Peak 9 : N = 13,160**

Ascentis C18, 3.0um  
MP: A:B:C=10:25:65  
Pres.: 1750psi  
**Peak 8 : N = 7,790**  
**Peak 9 : N = 8,290**



**SIGMA-ALDRICH™**

**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](mailto:sialjpsp@sial.com)