クロマトグラフィー用球状シリカゲル

Spherical Silica Gel for Chromatography

医薬品原薬･高付加価値有機化合物･有機合成産物の精製において、カラムクロマトグラフィーは依然として多用されておりシリカゲルは最も標準的なゲルとして汎用されております。シリカゲル物性にはメーカー間･品目間で微妙な差があり、使用にあたっては試料との相性も重要な要素となります。弊社では、未修飾のシリカゲルに加え、シリカゲルに官能基を化学修飾したタイプもご用意しておりますので、様々な分離精製について最も適したゲルをご選択ください。

球状充填剤は、破砕状と比較しゲル沈降性に優れることから、均一な充填床を作成することが可能です。最近ではラボスケールの精製から工業スケールのプラントまで、広く利用されるようになっております。

球状充填剤の利点　― 破砕状充填剤との比較 ―

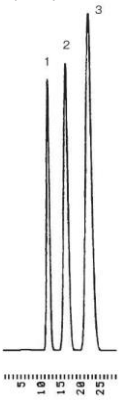
- ゲル沈降性が良好 → 均一な充填床を作成可能 → 再現性の向上
- 均一な充填床を作成可能 → 分離能の向上
- 線速度の増大 → 操作性の向上
- 充填剤表面積の増大 → カラムの小型化

分離能の比較

フラッシュクロマトグラフィー用

球状　$N_{Biphenyl}$=3,841

シリカゲル60N
（球状, 中性）



粒子径：40～50 µm

破砕状　$N_{Biphenyl}$=2,738

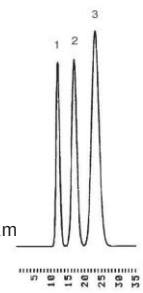
粒子径：40～63 µm

弊社球状シリカゲルの分離性能を、類似の粒度を持った破砕状シリカゲルと比較しました。球状シリカゲルは、より均一な充填床が作成可能であることから、破砕状と比較して分離能・再現性の向上が期待できます。

カラムクロマトグラフィー用

球状　$N_{Biphenyl}$=1,898

シリカゲル60N
（球状, 中性）



粒子径：63～210 µm

破砕状　$N_{Biphenyl}$=883

粒子径：63～200 µm

Column Eluent	: 250-10 mm I.D（. SUS)
Flow Rate	: n-Heptane
Temp.	: 2.5 mL/min
Detection Inj.	: Room Temp.
Vol.	: UV254nm
Sample	: 50 µL
	: 1. Benzene 0.5 mg/mL
	2. Naphthalene 0.05 mg/mL
	3. Biphenyl 0.015 mg/mL

関東化学株式会社

球状シリカゲル

用途に合わせて選択可能

■ シリカゲルのpH

純粋なシリカゲル（SiO_2）は、その表面構造により弱酸性を示すことが広く知られております。しかし、酸性条件下で不安定な物質など試料の性質によっては純粋なシリカゲルが分離に適さない場合があります。弊社では、幅広い化合物の分離にご利用いただけるよう、pH調整品【製品名：シリカゲル60N（球状、中性）】をご用意しております。

■ 化学修飾型シリカゲル

球状シリカゲルシリーズに、アミノプロピル基（NH_2）基、オクタデシルシリル（ODS）基を修飾したタイプをそれぞれ取り揃えておりますので、対象化合物に応じてご選択いただけます。

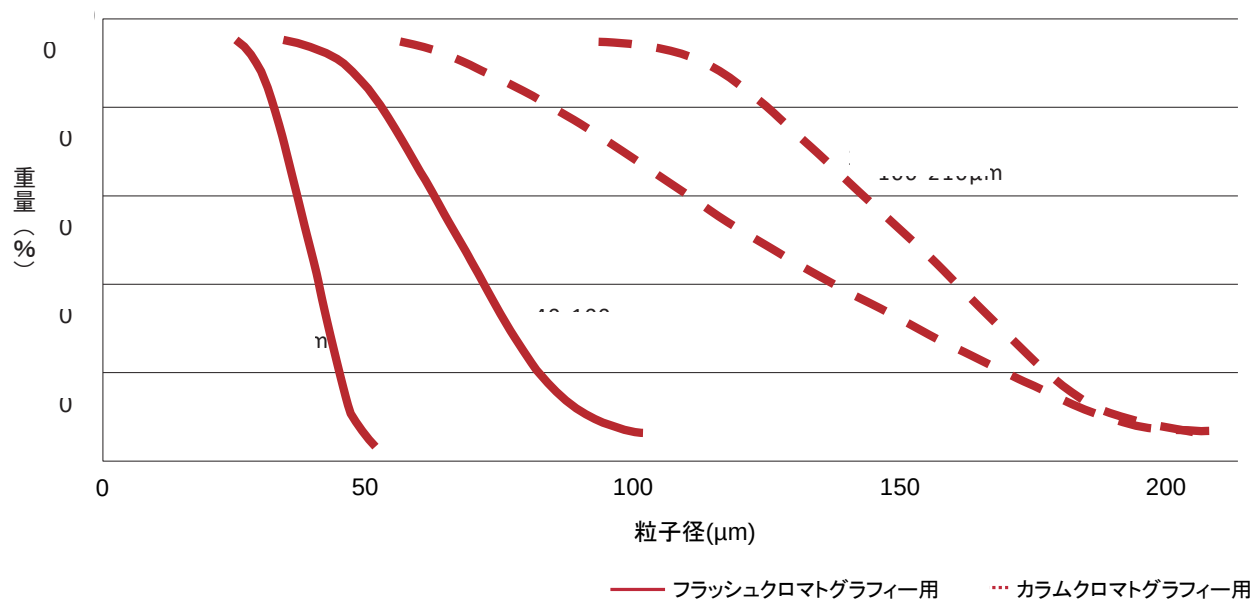
■ 超高純度シリカゲル

既存の球状シリカゲルシリーズと比較し、超高純度で付着微粉や金属不純物を極限まで低減したシリカゲルです。

■ 粒子径

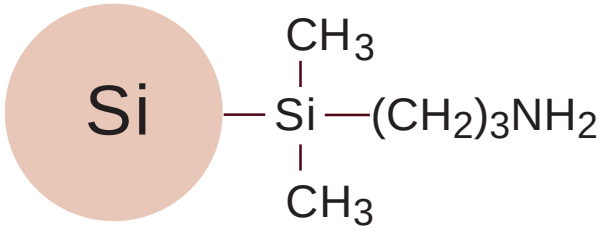
	粒子径	特徴
フラッシュクロマトグラフィー用(FC用)	40～50μm	高分離タイプのフラッシュクロマト用充填剤です。粒度分布がきわめて狭く、容易に分離能・透過性・均一性に優れた充填床を調製できます。複雑なマトリクス中の目的物の精製や、中圧分取カラム用の充填剤としても適しています。
	40～100μm	標準的なフラッシュクロマト用充填剤です。透過性に優れるため溶離液によっては静水圧下でも利用でき、高分離タイプの小規模オープンカラム用充填剤としても有用です。
カラムクロマトグラフィー用(CC用)	63～210μm	球状充填剤の扱い易さとコストパフォーマンスの高さを兼ね備えた、低価格のオープンカラム用充填剤です。粗精製用としても気軽に利用でき、また大規模な分取作業では精製コストの削減に大きく寄与します。
	100～210μm	標準的なオープンカラム用充填剤です。球状であることから、大規模なカラムでも均一な充填床を得ることが出来ます。粒子径が大きくオーバーロードによる大量処理に適しており、高い透過性とあいまって、スループットの増大による生産性向上が期待できます。

球状シリカゲルの粒度分布



シリカゲル60（球状）NH_2, 40～50μm

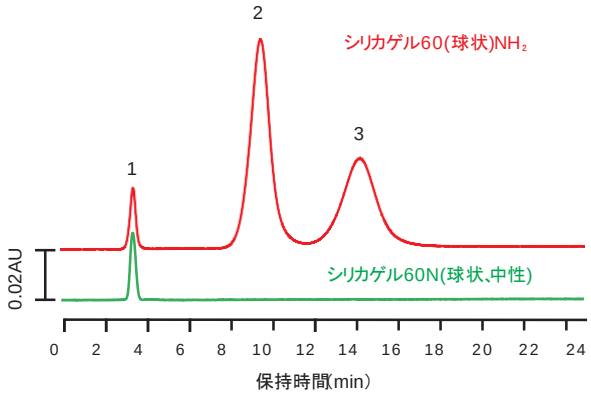
シリカゲル60（球状）NH_2は、球状シリカゲルシリーズにアミノプロピル（NH_2）基を化学修飾したタイプです。NH_2基により、未修飾シリカゲルでは強く吸着する塩基性化合物のテーリング傾向が小さくなります。また、化学修飾タイプですので、逆相系溶離液の数回の使用に際しても比較的安定した分離性能が得られます。未修飾のシリカゲル同様の順相モードによる使用のほか、アセトニトリル/水系溶離液による糖類の分離に多く利用されます。

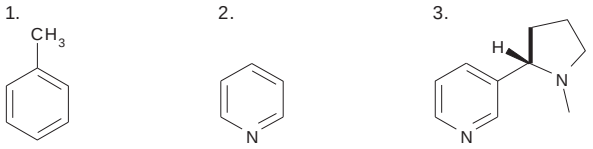


シリカゲル60(球状)NH_2とシリカゲル60N(球状、中性)との比較

■ 塩基性化合物の溶出（その1）

シリカゲル60N(球状、中性)では、中性化合物であるトルエンのみが溶出し、ピリジンとニコチンは溶出しません。

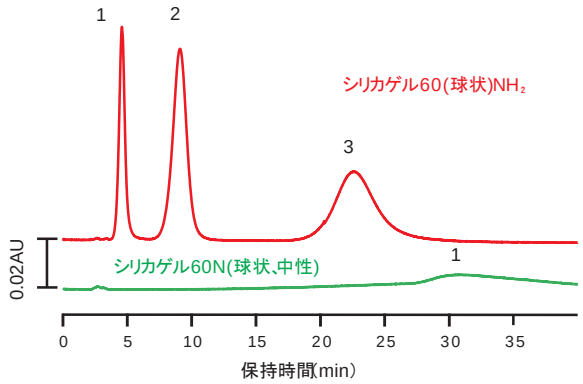


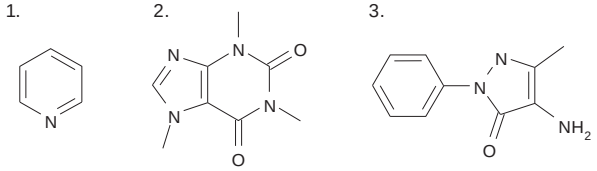


Column	:250-4.6 mm I.D.
Eluent	:Hexane/Ethyl acetate=90/10
Flow Rate	:1.0 mL/min
Temp.	:40℃
Detection	:UV254nm Inj.
Vol.	:10 μL
Sample	:1.Toluene 0.2 mg/mL 2.Pyridine 0.2 mg/mL 3.Nicotine 0.2 mg/mL（in Eluent）

■ 塩基性化合物の溶出（その2）

シリカゲル60N(球状、中性)の場合、ピリジンが著しくテーリングし、カフェインと4-アミノアンチピリンは吸着が強く溶出しません。

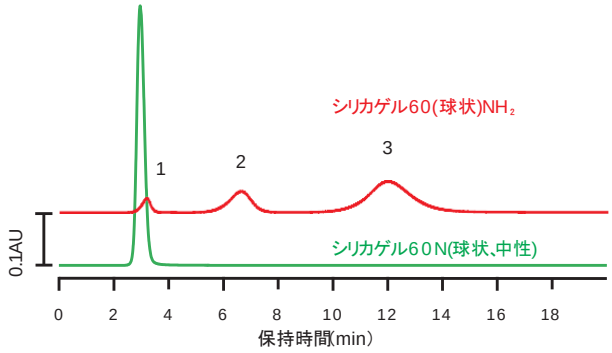




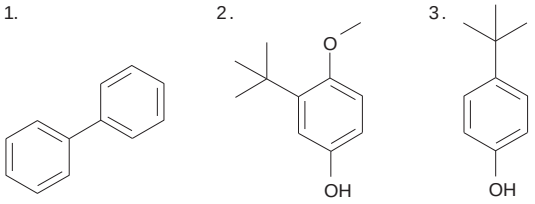
Column	:250-4.6 mm I.D.
Eluent	:Hexane/Ethyl acetate=40/60
Flow Rate	:1.0 mL/min
Temp.	:40℃
Detection	:UV254nm
Inj. Vol.	:10 μL
Sample	:1.Pyridine 0.1 mg/mL 2.Caffeine 0.1 mg/mL 3.4-Aminoantipyrine 0.1 mg/mL（in Eluent）

シリカゲル60（球状）NH_2, 40～50μm

■ 酸性化合物の溶出



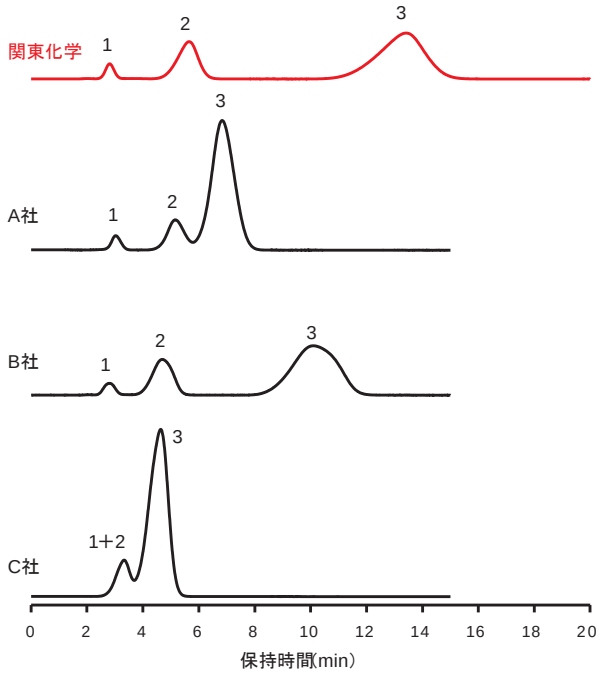
アセトニトリルを溶離液とした場合、シリカゲル60N(球状、中性)では、3成分が分離せず一緒に溶出します。



Column	:250-4.6 mm I.D.
Eluent	:Acetonitrile
Flow Rate	:1.0 mL/min
Temp.	:40℃
Detection	:UV275nm
Inj. Vol.	:10 μL
Sample	:1.Biphenyl 0.03 mg/mL
	2.3-tert-Butyl-4-methoxyphenol 0.4 mg/mL
	3.4-tert-Butylphenol 1.0 mg/mL

シリカゲル60(球状)NH_2と競合品との比較

■ 逆相系Eluent（75%アセトニトリル）における比較評価（n＝2）



分離挙動:Cは分離が不十分です。また、Cの溶出液からは白色固体が回収され、極性溶媒の使用には適さないと判断致します。

保持力の強さ:関東化学(Cica)＞B＞A＞C

	Cica	A社	B社	C社
k'_{Ur}	3.97	1.54	2.75	0.72
$\alpha_{Ni/Ca}$	25.83	7.68	18.99	N.D.
$\alpha_{Ur/Ni}$	3.61	1.67	3.72	3.07
N/m_{Ur}	1262	1280	662	820
S_{Ur}	0.84	1.02	0.98	N.D.

Column	:250-4.6 mm I.D.
Eluent	:Acetonitrile/Water = 75/25
Flow Rate	:1.0 mL/min
Temp.	:40℃
Detection	:UV260nm
Inj. Vol.	:10 μL
Sample	:1.Caffeine 0.02 mg/mL
	2.3-Nitrophenol 0.05 mg/mL
	3.Uracil 0.2 mg/mL

■ 充填剤からの溶出について

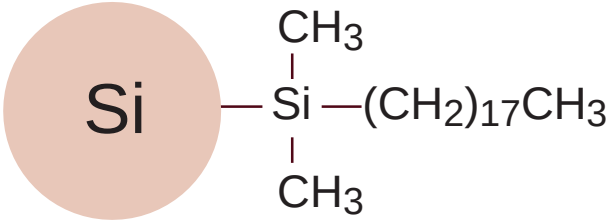
充填剤を一定量の溶媒に懸濁した後、このろ液を濃縮乾固したものを試料として、その重量を量りました。弊社「シリカゲル60(球状)NH_2」は、化学修飾タイプであることから、含浸タイプのものに比べて極性溶媒における溶出物量が低レベルです。

充填剤/試料溶液	溶出物量(mg/g)	
	Cica	C社
10g/100mL 50%アセトニトリル	N.D.	5.6
10g/100mL 2-プロパノール	N.D.	1
20g/600mL 酢酸エチル	<0.2	<0.2

シリカゲル120（球状）RP-18, 40～50μm

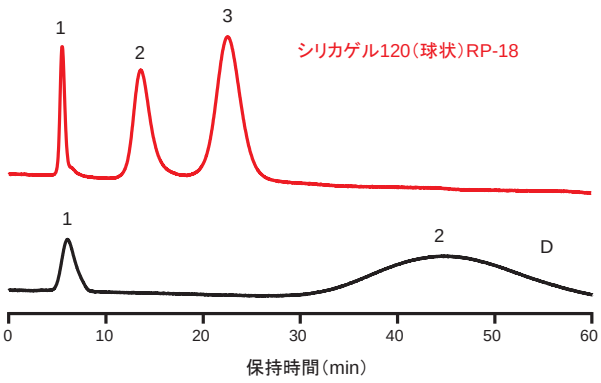
シリカゲル120（球状）RP-18は、球状シリカゲルシリーズに、オクタデシルシリル（ODS）基を化学修飾した逆相タイプの充填剤です。HPLC用充填剤同様のエンドキャッピング処理を行っていることから、残存シラノールによる塩基性化合物の吸着を抑えております。

低分子化合物、医薬品など、一般的に逆相系クロマトグラフィーで分離される酸性、中性、塩基性化合物の分離に適しております。

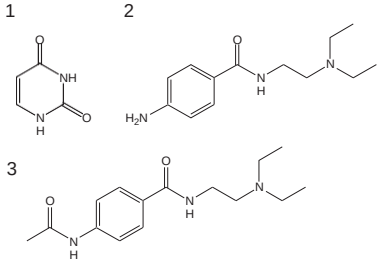


シリカゲル120（球状）RP-18と競合品との比較

■ 塩基性化合物の溶出 (その1)

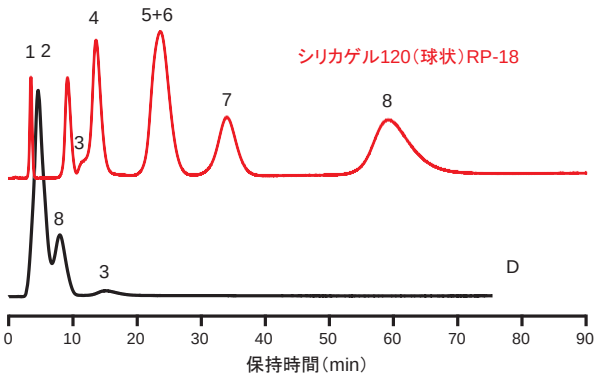


Dの場合、塩基性化合物である、プロカインアミドとアセチルプロカインアミドが強く保持され、溶出に時間がかかります。

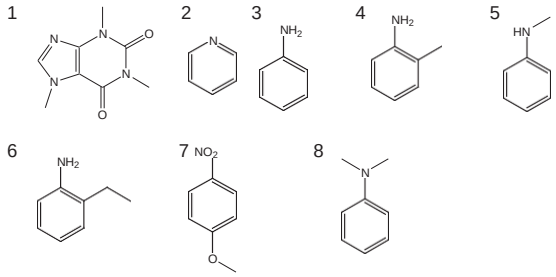


column size : 250-4.6 mm I.D.
Eluent : Methanol/20mM-K_2HPO_4-KH_2PO_4 buffer(pH7.6)＝40/60
Flow rate : 0.5 mL/min
Temp. : 40℃
Detection : UV254nm
Inj. Vol. : 5 μL
Sample : 1. Uracil
2. Procainamide
3. Acetylprocainamide

■ 塩基性化合物の溶出 (その2)



Dの場合、ピリジンが著しくテーリングし、その他の化合物は、溶出しません。



column size : 250-4.6 mm I.D.
Eluent : Acetonitrile/Water＝30/70
Flow rate : 1.0 mL/min
Temp. : 40℃
Detection : UV254nm
Inj. Vol. : 10 μL
Sample : 1. Caffeine
2. Aniline
3. Pyridine
4. *o*-Toluidine
5. *N*-Methylaniline
6. *o*-Ethylaniline
7. *p*-Nitroanisole
8. *N,N*-Dimethylaniline

Mightysil Si60, 40～50μm

Mightysil Si60,40～50μmは粒度分布が極めて狭く、分離能・透過性・均一性に優れた充填床を容易に調整できる高分離対応のフラッシュクロマト用充填剤です。既存製品と比較し、より真球状に近い粒子形状シリカゲルでパッキング効率が高く、また中空ゲルの発生が抑えられているため衝撃に強く、同一ゲルによるパッキングを繰り返しても安定して使用することが可能です。

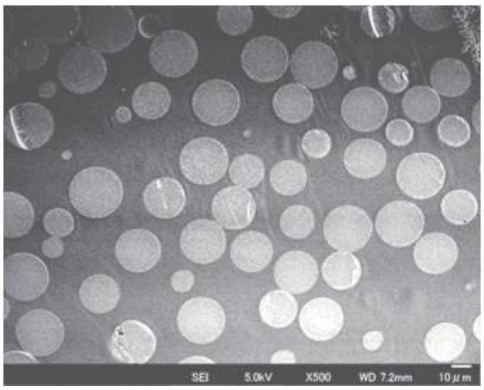
製剤原薬や中間体の単離・精製など、付加価値の高い化合物の分取に最適なシリカゲルです。

特徴

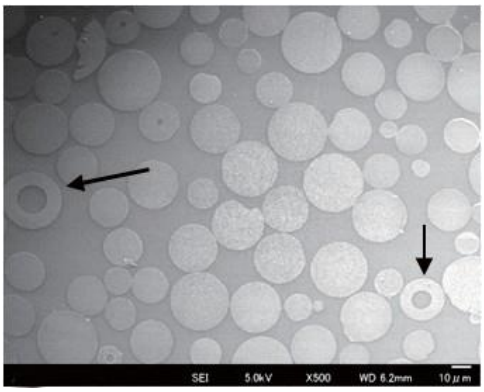
- ■SiO_2純度：99.99%
- ■より真球状に近い粒子形状
- ■中空ゲルの発生の抑制
- ■厳密の粒度コントロール製造
- ■極限まで抑えられた付着微粉
- ■金属不純物の溶出を極限まで低減

SEMによる製品の断面画像

マイティシル Si60



従来品（球状）



従来品（球状）では中空ゲルが発生しており、これが存在すると物理強度が不足し、破損しやすくなります。
マイティシル Si60には中空ゲル が検出されず、同一ゲルによるパッキングを繰り返しても変化が小さく安定して使用が可能です。

従来品との金属規格値比較

		単位	マイティシル Si60 40-50 μm		シリカゲル60（球状） 40-50 μm	
			規格値	成績値(例)	規格値	成績値(例)
ナトリウム	(Na)	ppm	20.0 以下	5.0 以下	100.0 以下	25.0
マグネシウム	(Mg)	ppm	5.0 以下	1.0 以下	50.0 以下	10.0 以下
カルシウム	(Ca)	ppm	15.0 以下	0.3 以下	50.0 以下	10.0 以下
アルミニウム	(Al)	ppm	5.0 以下	1.0 以下	150.0 以下	31.0
チタン	(Ti)	ppm	0.5 以下	0.1	150.0 以下	97.0
鉄	(Fe)	ppm	20.0 以下	5.0 以下	50.0 以下	10.0 以下

球状シリカゲル　規格一覧／製品リスト

製品規格一覧

製品名	マイティシル Si60	シリカゲル60(球状)				シリカゲル60N(球状、中性)				シリカゲル60 (球状)NH_2	シリカゲル120 (球状)RP-18
pH(10% sus.)	5.5±1.5	6.0±1.0(酸性)				7.0±0.5(中性)				-	-
粒子径(μm)	FC用	FC用		CC用		FC用		CC用		FC用	FC用
	40～50	40～50	40～100	63～210	100～210	40～50	40～100	63～210	100～210	40～50	40～50
比表面積(m^2/g)	650±50	730±50				680±50				730±50	360±30
細孔直径(nm)	6.3±1.5	6.4±1.0				5.4±1.0				6.4±1.0	12.5±2.0
細孔容積mL/g)	1.00±0.15	1.15±0.10				0.90±0.10				1.15±0.10	1.10±0.10
かさ密度(g/mL)	-	0.40±0.05				0.50±0.05				-	-
含水率(%)	10.0以下	15.0以下				15.0以下				10.0以下	-
Cl (ppm)	-	100以下				100以下				-	-
Na(ppm)	20以下	100以下				100以下				-	-
Mg(ppm)	5以下	50以下				50以下				-	-
Ca(ppm)	15以下	50以下				500以下				-	-
Al(ppm)	5以下	150以下				150以下				-	-
Ti(ppm)	0.5以下	150以下				150以下				-	-
Fe(ppm)	20以下	50以下				50以下				-	-
C%	-	-				-				9.5±1.5	18.5±2.0
N%	-	-				-				3.0±1.0	-

製品リスト

製品名	規格	粒子径(μm)	包装	製品番号
シリカゲル60(球状) (pH:6.0±1.0)	FC用	40-50	100 g	37562-23
			1 kg	37562-79
			10 kg	37562-84
			25 kg	37562-85
		40-100	100 g	37559-23
			1 kg	37559-79
			10 kg	37559-84
			25 kg	37559-85
	CC用	63-210	100 g	37564-23
			1 kg	37564-79
			10 kg	37564-84
			25 kg	37564-85
		100-210	100 g	37558-23
			1 kg	37558-79
			10 kg	37558-84
			25 kg	37558-85
シリカゲル60N(球状、中性) (pH:7.0±0.5)	FC用	40-50	100 g	37563-24
			1 kg	37563-79
			10 kg	37563-84
			25 kg	37563-85
		40-100	100 g	37561-23
			1 kg	37561-79
			10 kg	37561-84
			25 kg	37561-85
	CC用	63-210	100 g	37565-23
			1 kg	37565-79
			10 kg	37565-84
			25 kg	37565-85
		100-210	100 g	37560-23
			1 kg	37560-79
			10 kg	37560-84
			25 kg	37560-85
マイティシル Si60	FC用	40-50	1 kg	25509-79
			25 kg	25509-85
シリカゲル60(球状) NH_2	FC用	40-50	100 g	37567-23
			500 g	37567-08
			1 kg	37567-79
シリカゲル120(球状) RP-18	FC用	40-50	100 g	37568-23
			500 g	37568-08
			1 kg	37568-79

その他の充填剤

製品名	pH	粒子径	メーカー	メーカー コード	包装	製品番号
シリカゲル60N（破砕状、中性）	7.0±0.5	40-63µm	-	-	1 kg	37571-79
		63-200µm	-	-	1 kg	37572-79
酸化アルミニウム（活性）	-	90µm	-	-	500 g	01174-08
酸化アルミニウム（活性）（粒状）	-	2-4mm	-	-	500 g	01175-08
アルミナ B 活性度 I（塩基性）	10	63-200µm	MP Bio	2069	500 g	020691-N
アルミナ B 活性度 Super I（塩基性）	10	63-200µm	MP Bio	4568	500 g	045681-N
アルミナ N 活性度 I（中性）	7.4	63-200µm	MP Bio	2084	500 g	020841-N
アルミナ B 活性度 Super I（塩基性）、ダイオキシン分析用	10	63-200µm	MP Bio	4569	500 g	045691-N
Florisil (MgO_2 : SiO_2 = 15 : 85)	-	150-250µm	-	-	500 g	16230-08
	-	75-150µm	-	-	500 g	16231-08

● 本記載の製品は、試薬 (試験、研究用として用いる化学薬品) としての用途にご利用ください。
● 本記載の製品情報は予告なく変更する場合があります。 最新情報は、弊社ホームページ「Cica-Web」をご確認ください。

関東化学株式会社
試薬事業本部
〒103-0022 東京都中央区日本橋室町 2 丁目 2 番 1 号
TEL : 03-6214-1090
HP : https://www.kanto.co.jp