

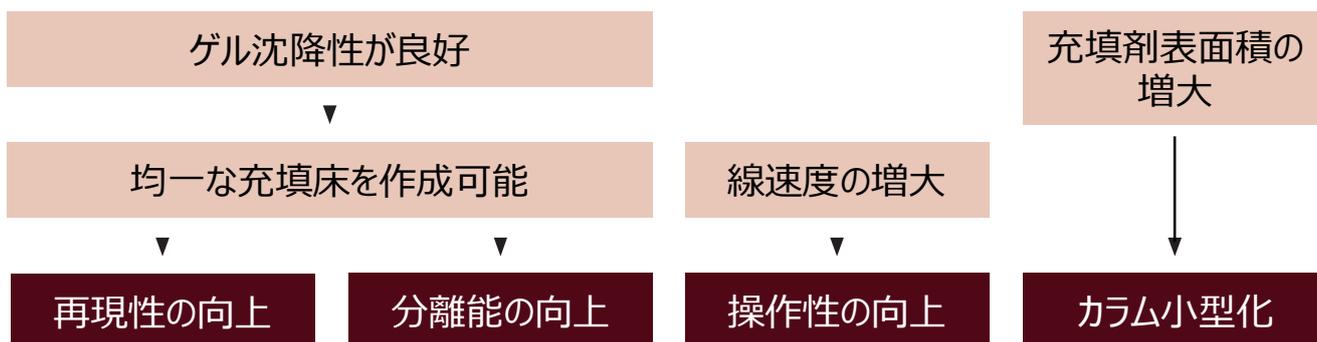
# クロマトグラフィー用球状シリカゲル

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多用されておりシリカゲルは標準的な充填剤として使用されています。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、ご利用の分離精製法に最も適した充填剤をご選択ください。

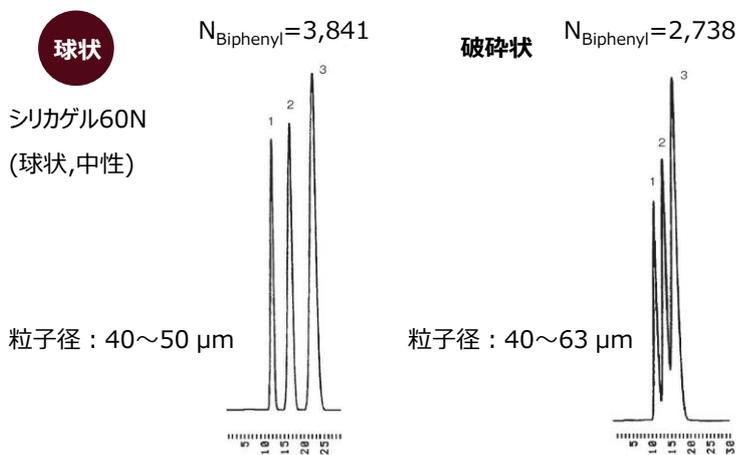
球状充填剤は破砕状と比較しゲル沈降性に優れることから、均一な充填床を作成することが可能です。近年ではラボスケールの精製から工業スケールのプラントまで、幅広く利用されています。

## 球状充填剤の利点 -破砕状充填剤との比較-



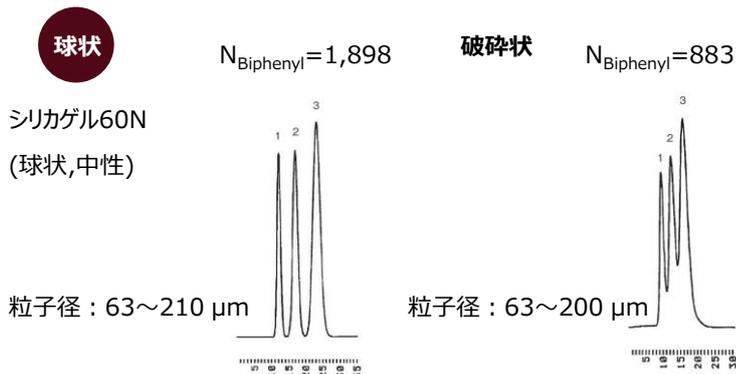
## 球状充填剤の利点 -破砕状充填剤との比較-

### フラッシュクロマトグラフィー用



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



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

# 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<sub>2</sub>)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<sub>2</sub>)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。

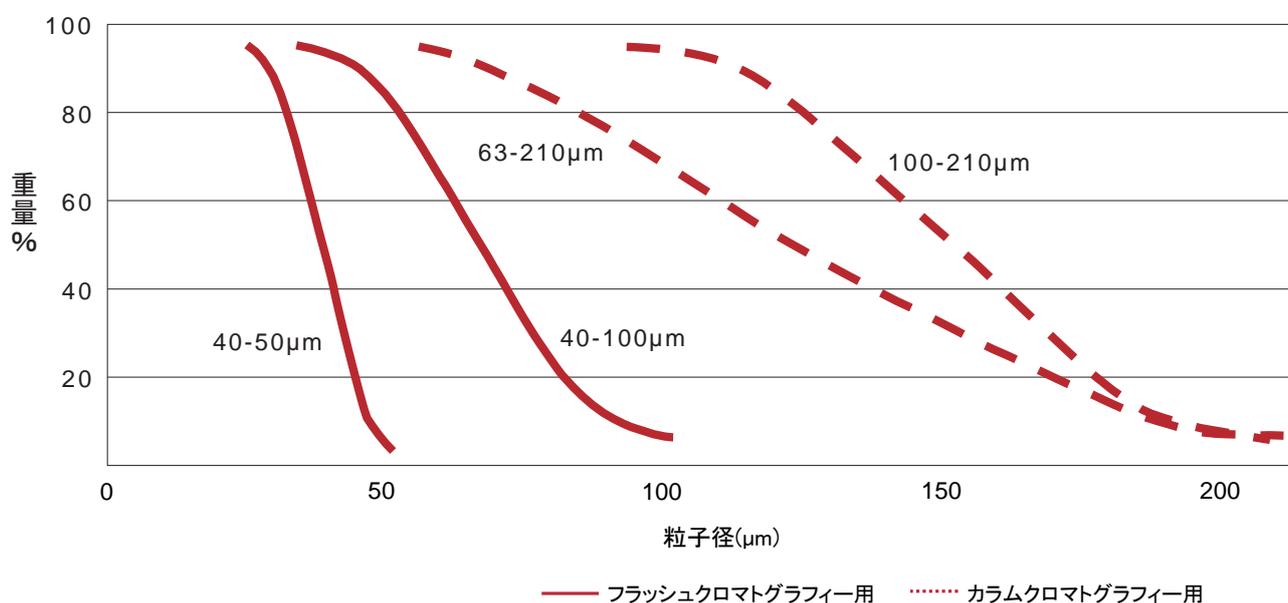
## ■ 超高純度シリカゲル

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

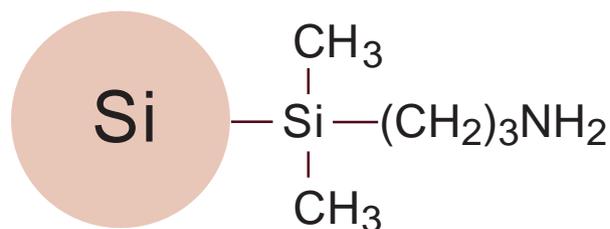
	粒子径	特徴
フラッシュクロマトグラフィー用 (FC用)	40~50μm	高分離タイプのフラッシュクロマト用充填剤です。粒度分布がきわめて狭く、容易に分離能・透過性・均一性に優れた充填床を調製できます。複雑なマトリクス中の目的物の精製や、中圧分取カラム用の充填剤としても適しています。
	40~100μm	標準的なフラッシュクロマト用充填剤です。透過性に優れるため溶離液によっては静水圧下でも利用でき、高分離タイプの小規模オープンカラム用充填剤としても有用です。
カラムクロマトグラフィー用 (CC用)	63~210μm	球状充填剤の扱い易さとコストパフォーマンスの高さを兼ね備えた、低価格のオープン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、高い透過性とあわせて、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



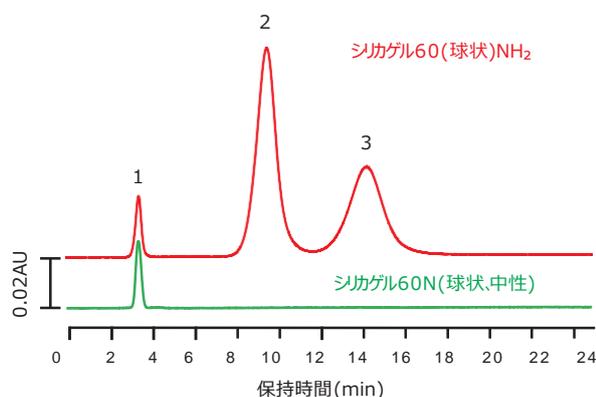
# シカゲル60(球状)NH<sub>2</sub>, 40~50 μm

シカゲル60(球状)NH<sub>2</sub>は球状シカゲルシリーズにアミノプロピル(NH<sub>2</sub>)基を化学修飾したタイプです。NH<sub>2</sub>基により、未修飾シ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。

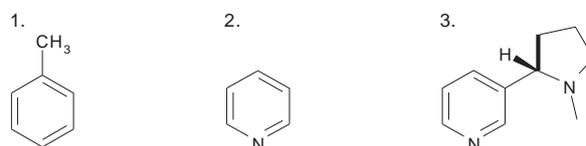


## シカゲル60(球状)NH<sub>2</sub>とシカゲル60N(球状、中性)との比較

### 塩基性化合物の溶出(その1)

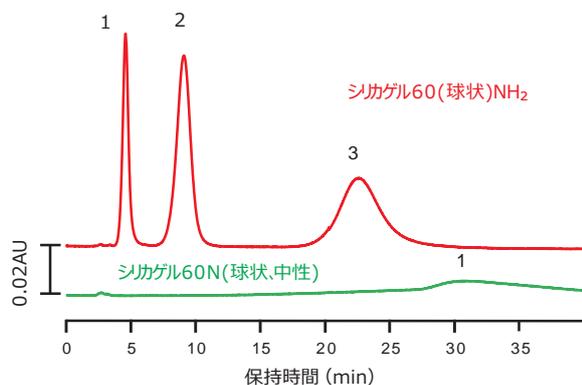


シカゲル60N(球状、中性)では中性化合物であるトルエンのみが溶出し、ピリジンとニコチンは溶出しません。

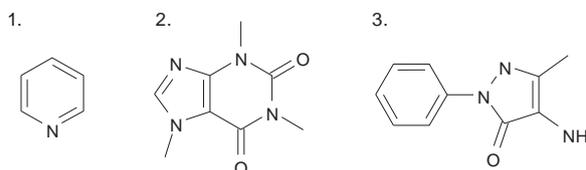


Column	: 250-4.6 mm I.D	
Eluent	: Hexane/Ethyl acetate=90/10	
Flow Rate	: 1.0 mL/min	
Temp.	: 40°C	
Detection Inj.	: UV254nm	
Vol.	: 10 μL	
Sample	1. Toluene	0.2 mg/mL
	2. Pyridine	0.2 mg/mL
	3. Nicotine	0.2 mg/mL (in Eluent)

### 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。



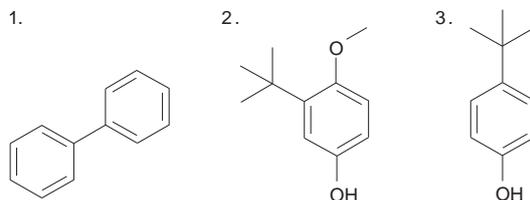
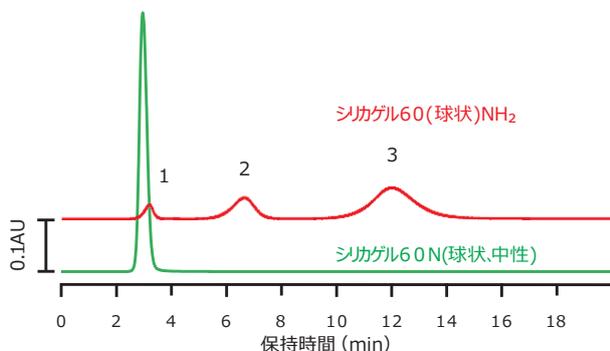
Column	: 250-4.6 mm I.D	
Eluent	: Hexane/Ethyl acetate=40/60	
Flow Rate	: 1.0 mL/min	
Temp.	: 40°C	
Detection Inj.	: UV254nm	
Vol.	: 10 μL	
Sample	1. Pyridine	0.1 mg/mL
	2. Caffeine	0.1 mg/mL
	3. 4-Aminoantipyrine	0.1 mg/mL (in Eluent)

# シリカゲル60(球状)NH<sub>2</sub>, 40~50 μm

## 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

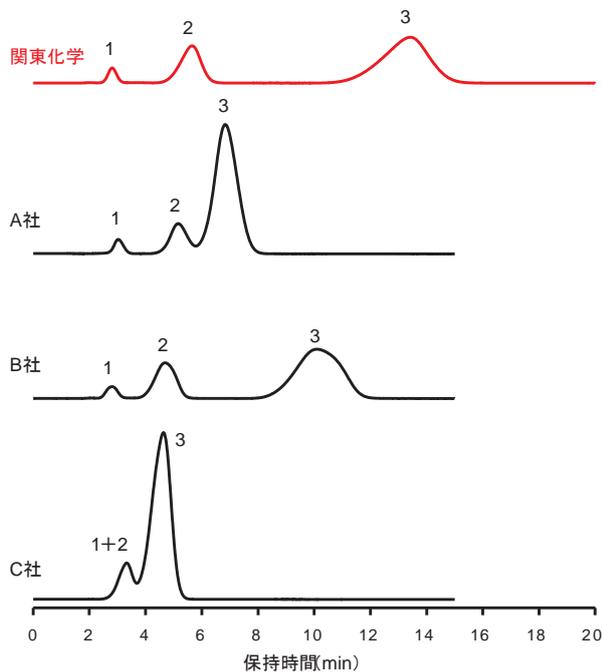
(球状、中性)では、3成分が分離せず同時に溶出します。



Column : 250-4.6 mm I.D  
 Eluent : Acetonitrile  
 Flow Rate : 1.0 mL/min  
 Temp. : 40°C  
 Detection Inj. : UV275nm  
 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<sub>2</sub>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)



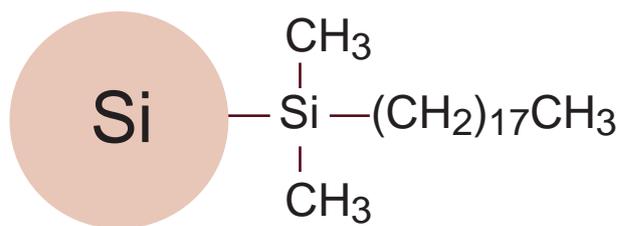
保持力の強さ：関東化学(Cica) > B > A > C

	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°C  
 Detection Inj. : UV260nm  
 Vol. : 10 μL  
 Sample  
 1. Caffeine 0.02 mg/mL  
 2. 3-Nitrophenol 0.05 mg/mL  
 3. Uracil 0.2 mg/mL

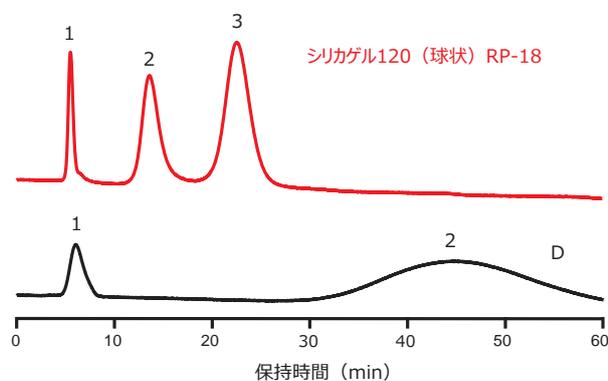
# シリカゲル120(球状)RP-18, 40~50 μm

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。

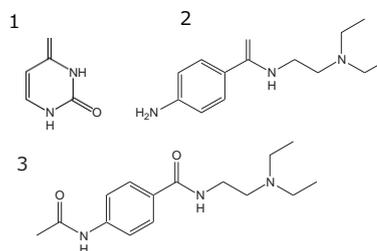


## シリカゲル120(球状)RP-18と競合品との比較

### 塩基性化合物の溶出(その1)

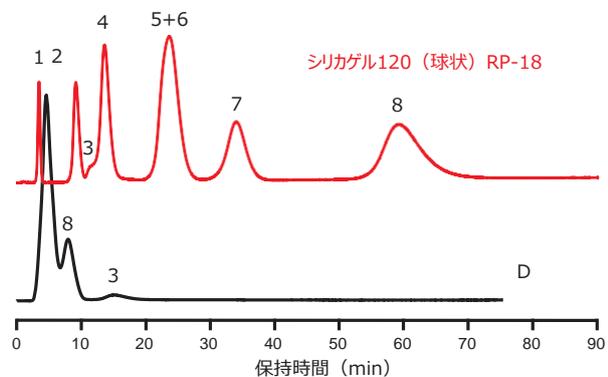


Dの場合、塩基性化合物であるプロカインアミドとアセチルプロカインアミドが強く保持され、溶出に時間がかかります。

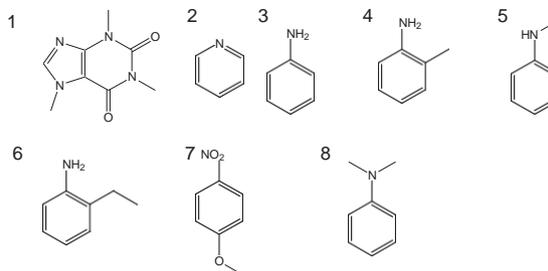


Column : 250-4.6 mm I.D.  
 Eluent : Methanol/20mM K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>-KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> buffer (pH7.6)=40/60  
 Flow Rate : 0.5 mL/min  
 Temp. : 40°C  
 Detection Inj. : UV254nm  
 Vol. : 5 μL  
 Sample : 1. Uracil  
 2. Procainamide  
 3. Acetylprocainamide

### 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 : 250-4.6 mm I.D.  
 Eluent : Acetonitrile/Water=30/70  
 Flow Rate : 1.0 mL/min  
 Temp. : 40°C  
 Detection Inj. : UV254nm  
 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, 40~50 μm

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。

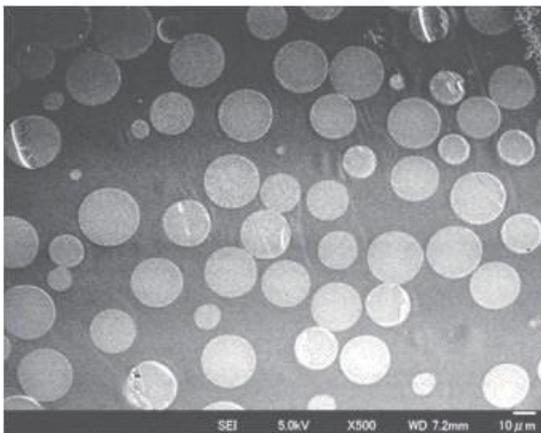
製剤原薬や中間体の単離・精製など、付加価値の高い化合物の分取に最適なシリカゲルです。

## 特長

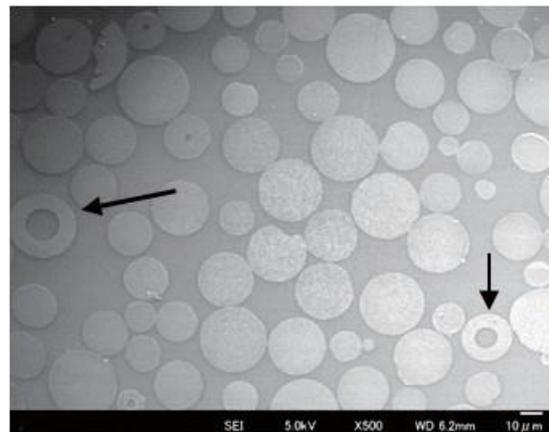
- SiO<sub>2</sub>純度 : 99.99%
- 厳密の粒度コントロール製造
- より真球状に近い粒子形状
- 極限まで抑えられた付着微粉
- 中空ゲルの発生の抑制
- 金属不純物の溶出を極限まで低減

## 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

		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 <sub>2</sub>	シリカゲル120(球状)RP-18
		6.0±1.0(酸性)				7.0±0.5(中性)				-	-
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 <sup>2</sup> /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	<a href="#">37562-23</a>
			1 kg	<a href="#">37562-79</a>
			10 kg	<a href="#">37562-84</a>
			25 kg	<a href="#">37562-85</a>
		40-100	100 g	<a href="#">37559-23</a>
			1 kg	<a href="#">37559-79</a>
			10 kg	<a href="#">37559-84</a>
			25 kg	<a href="#">37559-85</a>
	CC用	63-210	100 g	<a href="#">37564-23</a>
			1 kg	<a href="#">37564-79</a>
			10 kg	<a href="#">37564-84</a>
			25 kg	<a href="#">37564-85</a>
		100-210	100 g	<a href="#">37558-23</a>
			1 kg	<a href="#">37558-79</a>
			10 kg	<a href="#">37558-84</a>
			25 kg	<a href="#">37558-85</a>
シリカゲル60N(球状、中性) (pH : 7.0±0.5)	FC用	40-50	100 g	<a href="#">37563-24</a>
			1 kg	<a href="#">37563-79</a>
			10 kg	<a href="#">37563-84</a>
			25 kg	<a href="#">37563-85</a>
		40-100	100 g	<a href="#">37561-23</a>
			1 kg	<a href="#">37561-79</a>
			10 kg	<a href="#">37561-84</a>
			25 kg	<a href="#">37561-85</a>
	CC用	63-210	100 g	<a href="#">37565-23</a>
			1 kg	<a href="#">37565-79</a>
			10 kg	<a href="#">37565-84</a>
			25 kg	<a href="#">37565-85</a>
		100-210	100 g	<a href="#">37560-23</a>
			1 kg	<a href="#">37560-79</a>
			10 kg	<a href="#">37560-84</a>
			25 kg	<a href="#">37560-85</a>
マイティシル Si60	FC用	40-50	1 kg	<a href="#">25509-79</a>
			25 kg	<a href="#">25509-85</a>
シリカゲル60(球状) NH <sub>2</sub>	FC用	40-50	100 g	<a href="#">37567-23</a>
			500 g	<a href="#">37567-08</a>
			1 kg	<a href="#">37567-79</a>
シリカゲル120(球状) RP-18	FC用	40-50	100 g	<a href="#">37568-23</a>
			500 g	<a href="#">37568-08</a>
			1 kg	<a href="#">37568-79</a>

# その他 充填剤

## 製品リスト

製品名	pH	粒子径	メーカー	メーカーコード	包装	製品番号
シカゲル60N (破碎状、中性)	7.0±0.5	40-63μm	-	-	1 kg	<a href="#">37571-79</a>
酸化アルミニウム (活性)	-	90μm	-	-	500 g	<a href="#">01174-08</a>
酸化アルミニウム (活性) (粒状)	-	2-4mm	-	-	500 g	<a href="#">01175-08</a>
アルミナ B 活性度 I (塩基性)	10	63-200μm	MP Bio	2069	500 g	<a href="#">020691-N</a>
アルミナ B 活性度 Super I (塩基性)	10	63-200μm	MP Bio	4568	500 g	<a href="#">045681-N</a>
アルミナ N 活性度 I (中性)	7.4	63-200μm	MP Bio	2084	500 g	<a href="#">020841-N</a>
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	<a href="#">045691-N</a>
Florisil (MgO <sub>2</sub> : SiO <sub>2</sub> = 15 : 85)	-	150-250μm	-	-	500 g	<a href="#">16230-08</a>
	-	75-150μm	-	-	500 g	<a href="#">16231-08</a>

- 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。



〒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>