

耐アルカリ性試験 Alkali durability test

塩基性物質の分析は酸性移動相では保持が得にくく、中性移動相ではピークのテーリングがしばしば見られます。そこでアルカリ性移動相により塩基性物質の解離を抑えて分析するイオン抑制法が有効となります。しかし保持、分離、ピーク形状及び負荷量に至るまで非常に優れた分析が可能となる反面、カラムの耐アルカリ性が気になるところです。そこで今回は耐アルカリ性仕様の様々なカラムブランド（ハイブリッドカラムを含む）について耐アルカリ性試験を行いました。アルカリ性移動相の長時間通液に対する安定性で評価したところ、L-column3 は最も安定した結果が得られました。

キーワード : C18, ODS, オクタデシルシリル化シリカゲル, PCSシリカ, アルカリ性移動相, 耐アルカリ性
Key words : Octadecyl silanized silica gel, Perfect Chemical Stable Silica, Alkaline mobile phase, Chemical stability
Column : L-column3 C18 (USP category: L1)

[Durability test conditions]

Column : C18, 5 μ m
2.0 or 2.1 mm I.D. \times 150 mm L
Flow rate : 0.2 mL/min
System : NEXERA XR (SHIMADZU CORPORATION)

[Analytical conditions]

Mobile phase : CH₃CN/H₂O (60/40)
Flow rate : 0.2 mL/min
Temperature : 40 $^{\circ}$ C
Detection : UV 254 nm
Injection volume: 1 μ L
Sample : Naphthalene (1 g/L)

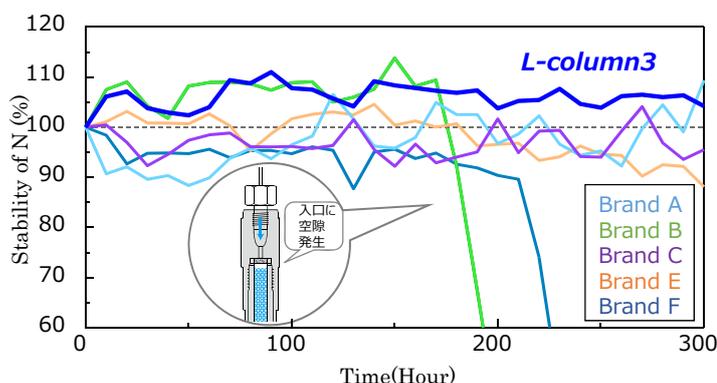


Fig. 1 Durability test (pH 12.2, triethylamine (TEA))

Mobile phase : CH₃OH/54 mM TEA in H₂O (10/90)
Temperature : 50 $^{\circ}$ C

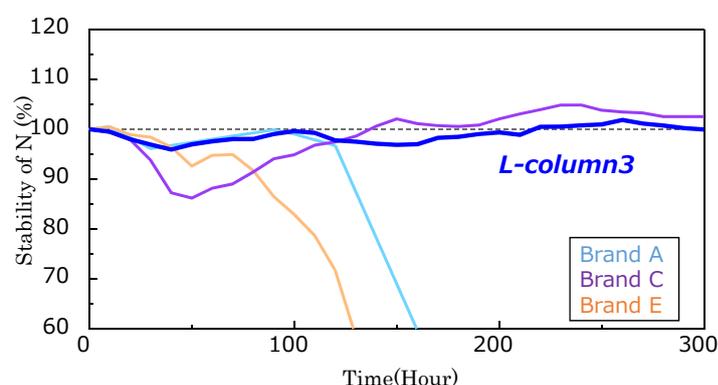


Fig. 2 Durability test (pH 11.5, phosphate buffer)

Mobile phase : CH₃OH/10 mM Phosphate buffer (10/90)
Temperature : 40 $^{\circ}$ C

酸性移動相による劣化では化学結合基の脱離による保持力の低下という現象が認められるのに対し、アルカリ性移動相による劣化では、基材の溶解という現象が認められます。ただし逆相系のカラムでは使用条件にもよりますが基材の溶解は緩やかに進行することが多く、ある時点で急激な理論段数の低下として現れます。



アルカリ性移動相を使用するときの注意

耐アルカリ性のカラムはアルカリ性移動相に対する耐久性を高めたカラムですが、適切な使い方であれば十分な耐久性を維持しません。より長くカラムを使用して頂くためにも下記の知見[1]を参考にしてください。

- ・有機系緩衝液（有機酸：ホウ酸、酢酸、クエン酸など）は無機系緩衝液（無機酸：リン酸、炭酸、塩酸など）よりカラムを劣化させにくい。*
- ・緩衝液の陽イオンの種類は下記の順でカラムを劣化させにくい。*
（劣化させにくい）Li⁺ ← Na⁺ ← K⁺ ← NH₄⁺（劣化させやすい）
- ・有機溶媒の比率が高い方がカラムを劣化させにくい。
- ・アセトニトリルとメタノールではアセトニトリルの方が劣化させにくい。*
- ・カラム温度は低い方がカラムを劣化させにくい。*
- ・緩衝液の濃度はうすい方がカラムを劣化させにくい。*

* Jacek Nawrocki *Journal of Chromatography A* **1997**, 779, 29-71.

使用するLCやLC/MSによっては耐アルカリ性の部品に交換する必要がある場合があります。詳しくは機器メーカーにお問い合わせください。カラムをより長くお使い頂くためにもアルカリ性移動相による分析終了後は必ずカラム内の溶媒をアセトニトリル/水など、緩衝液を除いた溶媒に置換してください。

1907 Oba