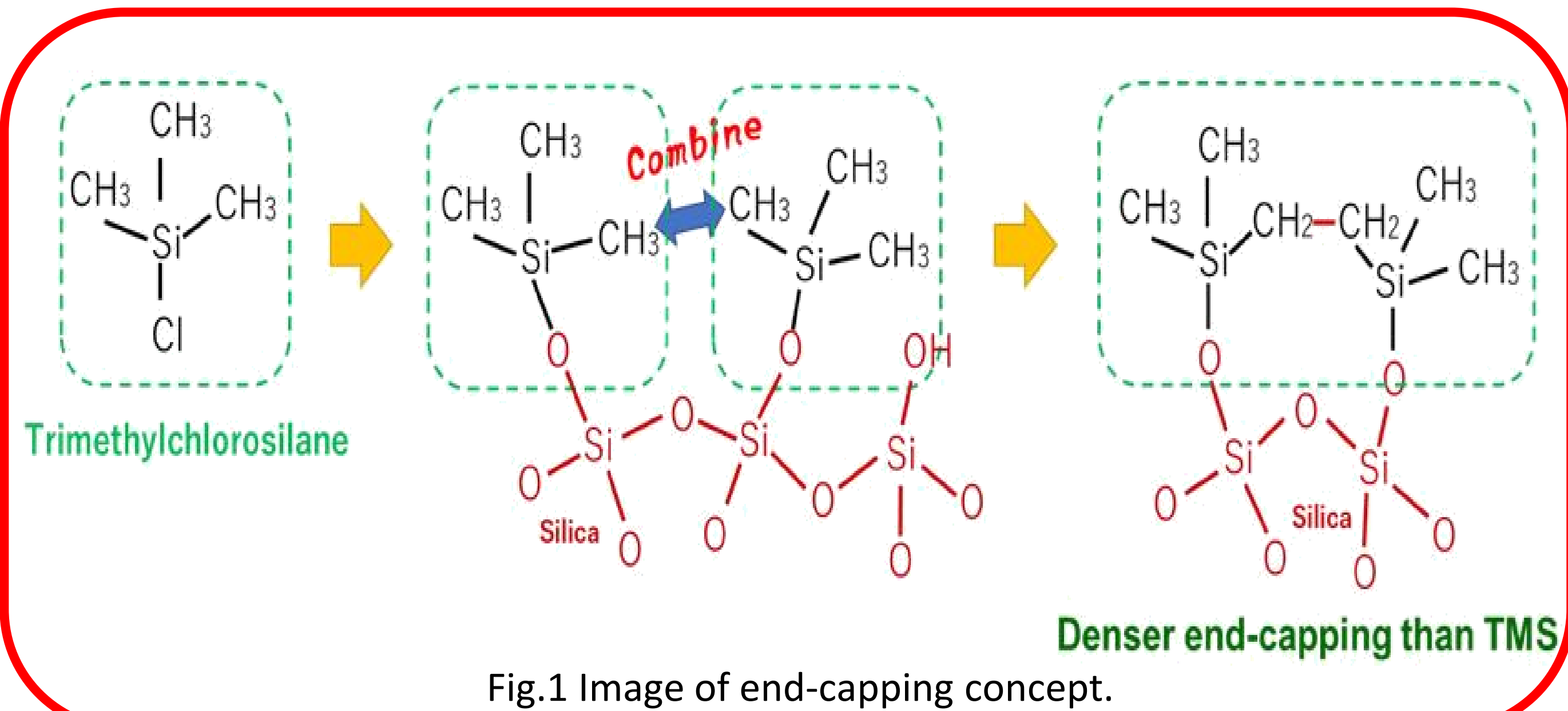
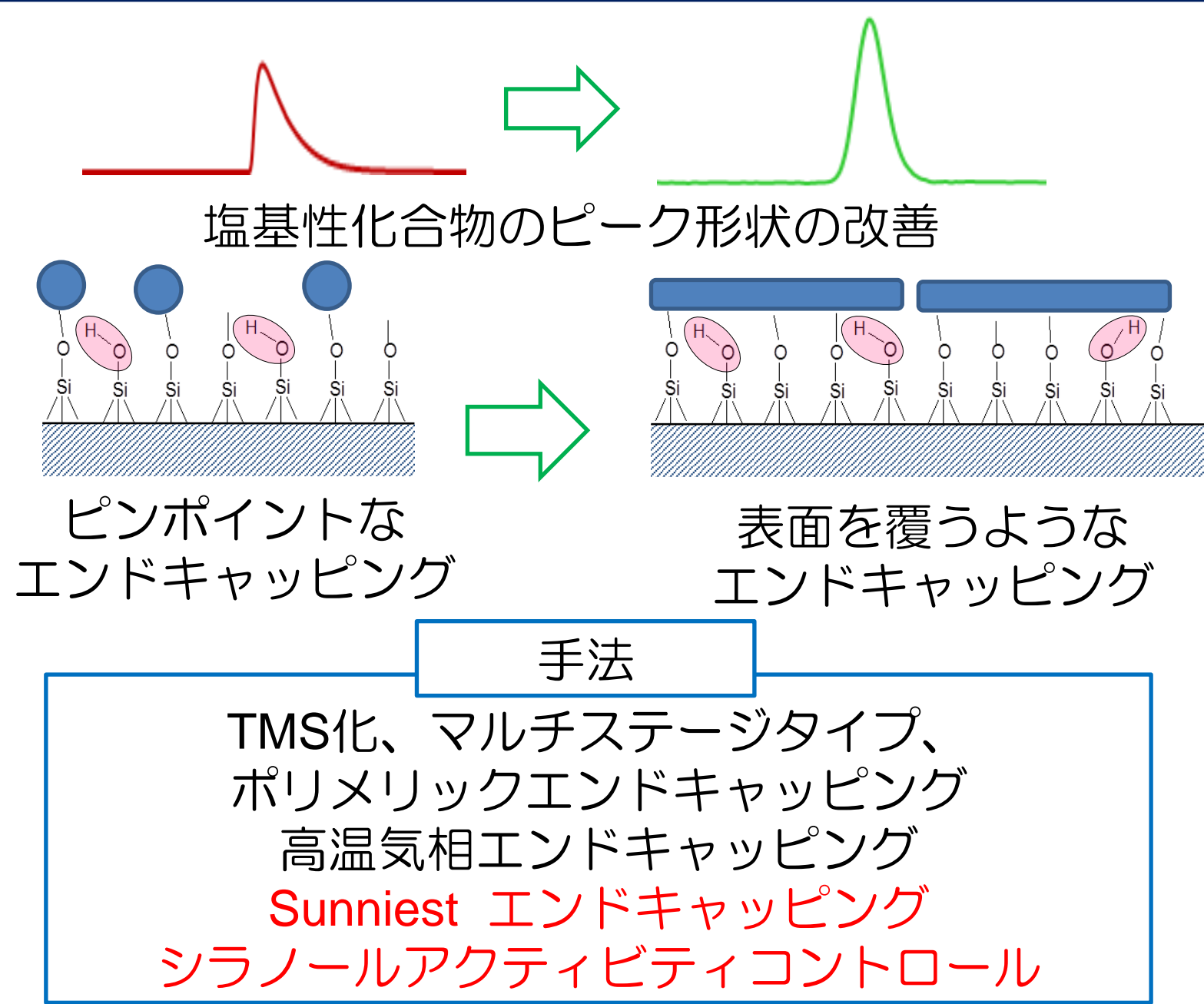


クロマニクテクノロジーズ
○塚本友康, 小山隆次, 長江徳和

緒論

塩基性化合物のテーリングを抑える目的で行われてきたエンドキャッピング手法は多岐にわたる。
特に近年におけるエンドキャッピングは様々な手法が用いられ、シリカ表面を覆うような形の手法も取られている。
一部のエンドキャッピングやハイブリッドタイプはアルカリ性での使用を可能にするが、耐久性が十分でない、中性条件下で塩基性化合物のテーリング等の問題などが指摘されている。



そこでテーリング抑制と耐久性を両立できるFig.1に示した形状となるエンドキャッピング法の開発を行い、その充填剤の評価を行った。

耐久性を高めるためには...

酸での劣化

酸性条件下における劣化はC18やエンドキャッピングの結合部に対する加水分解

↓

C18基やエンドキャップの脱離

クロマトグラムでは保持時間が短くなるなどがみられる

アルカリでの劣化

アルカリ性条件下における劣化はシリカに対する加水分解

↓

シリカの溶解

クロマトグラムではリーディングや理論段数の低下等がみられるカラムを開けるとへこんでいる

酸、アルカリとも加水分解が劣化の要因

↓

耐久性を高めるためには、充填剤表面に水近づき難い条件を作れば良い

より疎水性を高める
エンドキャッピングの選択

反応時間と耐久性

①反応時間の検討

官能基未反応なシリカにエンドキャッピング剤のみで反応

Reaction time	A	2A
Carbon content (%)	4.4	4.4

※2AはAの2倍の時間

エンドキャッピング剤の反応率は一定以上の時間反応させれば十分反応する

②耐アルカリ試験

内径4.6×長さ150 mmのC18カラムを作成し移動相の通液後のへこみ量で評価、さらに既存のカラムと比較

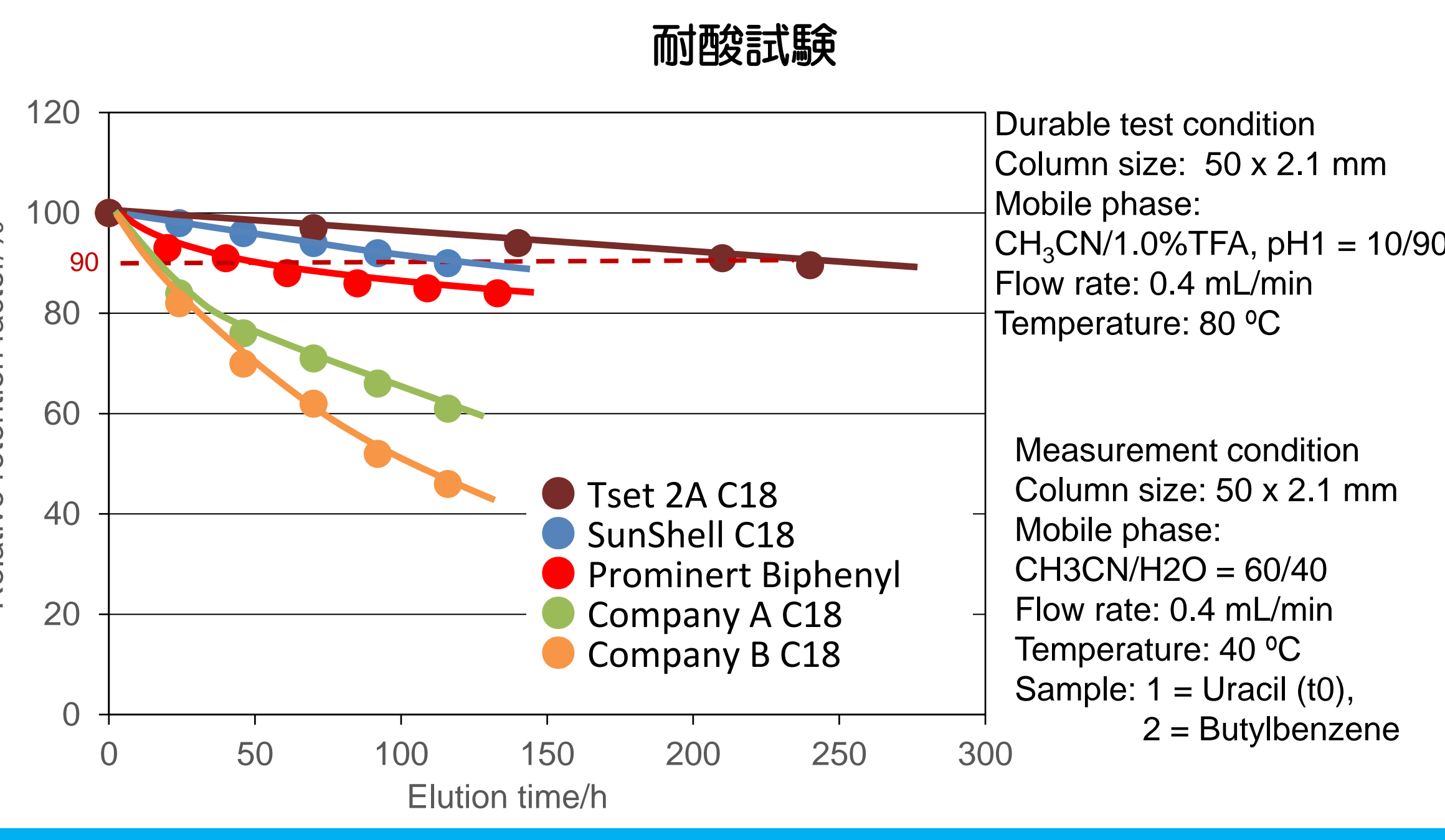
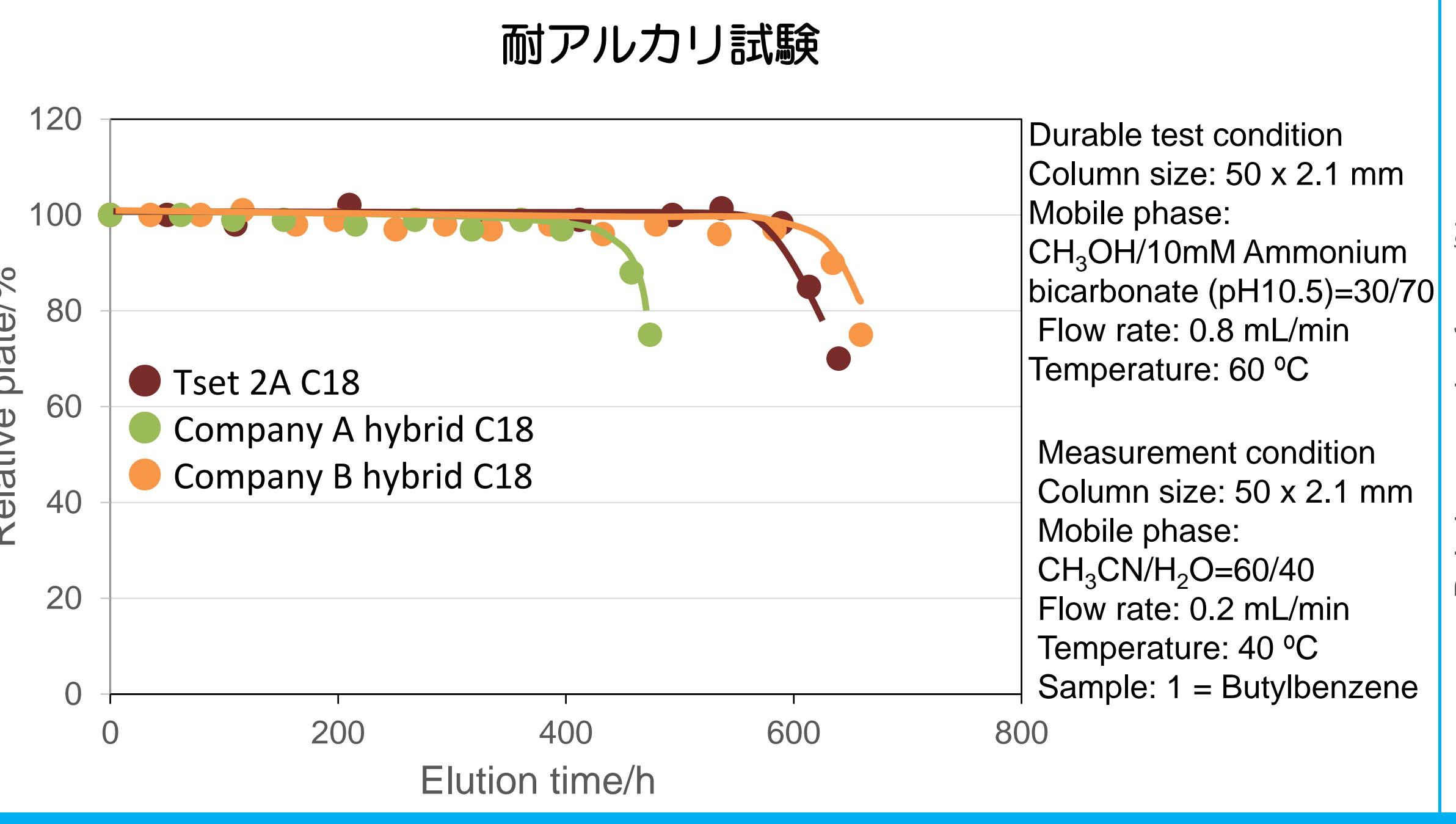
	SunShell	SunArmor	Test A	Test 2A
14h	1.75 mm	0 mm	1.0 mm	0 mm
20h	3.2 mm	0 mm	2.5 mm	0.7 mm

試験条件
CH₃OH/50mM Sodium phosphate buffer 10 / 90 (pH11.5)
Flow rate: 1 mL/min, Temperature: 40 °C
※SunArmorは全多孔性、SunShell、Test品はコアシェルカラム

C18を反応した後だと反応に必要な時間が異なる
耐久性を確保するためには、十分な反応時間が必要

比較検討には、Test 2Aを使用

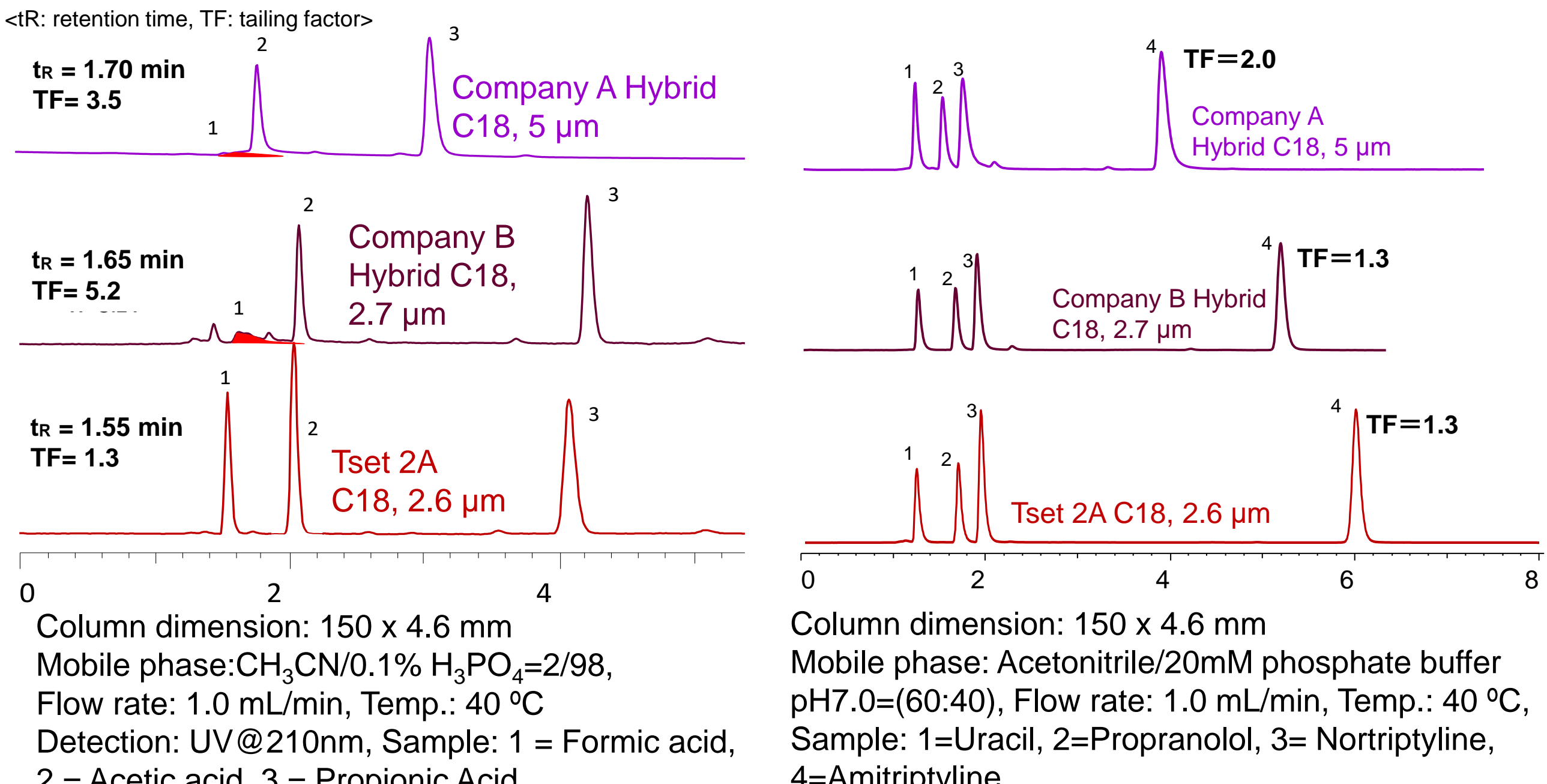
耐久性試験



市販のハイブリッドC18カラムに並ぶ耐アルカリ性
弊社SunShellC18カラムと比べた場合、耐酸性は2倍の耐久性

充填剤表面の疎水性を上げる
エンドキャッピング法は耐酸性、耐アルカリ性を高めるのに有効

酸性、塩基性化合物の分離



- ハイブリッドC18カラムは、ギ酸の吸着し、ピーク形状がブロード
- 作成したカラムでは、良好なピーク形状
- 酸性、塩基性ともに良好なピーク形状が得られたのは作成した充填剤のみ

本法のエンドキャッピングは汎用性と高耐久性を実現可能

まとめ

新たなエンドキャッピングを施したカラムは、酸性・アルカリ性条件ともに優れた耐久性を示した。
弊社既存のC18カラムと比べ、本法で作成したC18カラムは耐酸性は2倍の耐久性を示し、耐アルカリ性においては、ハイブリッドカラムと同等の耐久性を示した。
酸性、塩基性化合物ともにハイブリッドカラムと比べ良好なピーク形状を示した。
本法のエンドキャッピングを用いることで優れた耐酸、耐アルカリ性を達成するだけでなく、汎用性も実現できることが示された。