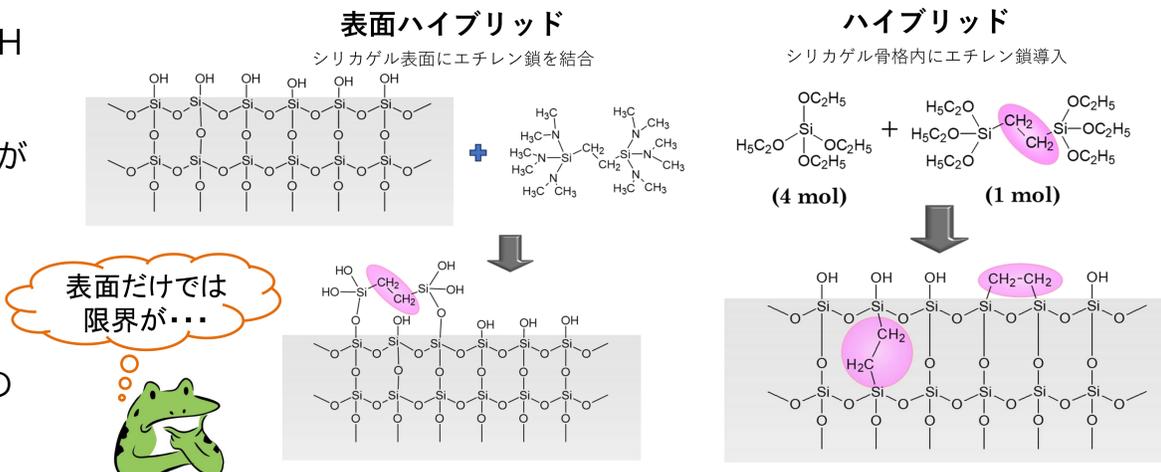


# ハイブリッドシリカを用いた高耐久性充填剤の開発とその性能評価

クロマニクテクノロジーズ  
 ○塚本友康, 小山隆次, 長江徳和

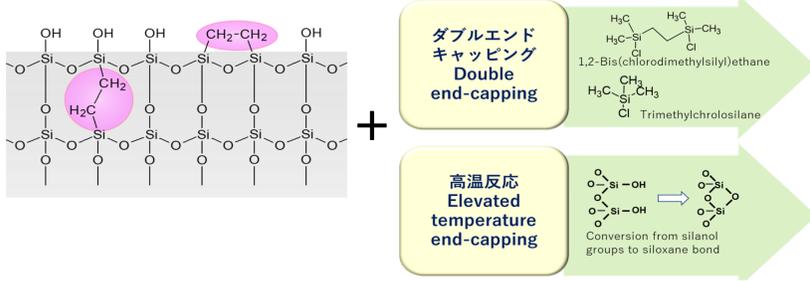
## 緒論

- 近年の分析種の多様化にともない、今までは行われなかったpH領域の条件でLC分析が行われるようになってきている。
- カラムの価格上昇や上記の理由から、より耐久性の高いカラムが求められるようになってきた。
- 過去に行われてきたコーティング等によるシリカ基材表面のみの改質手段では、十分な耐アルカリ性の実現は難しい。
- そこで、ハイブリッドシリカを基材としたカラム開発を行い、その耐久性など性能を評価した。



## 新規ハイブリッド充填剤

### ハイブリッドシリカ

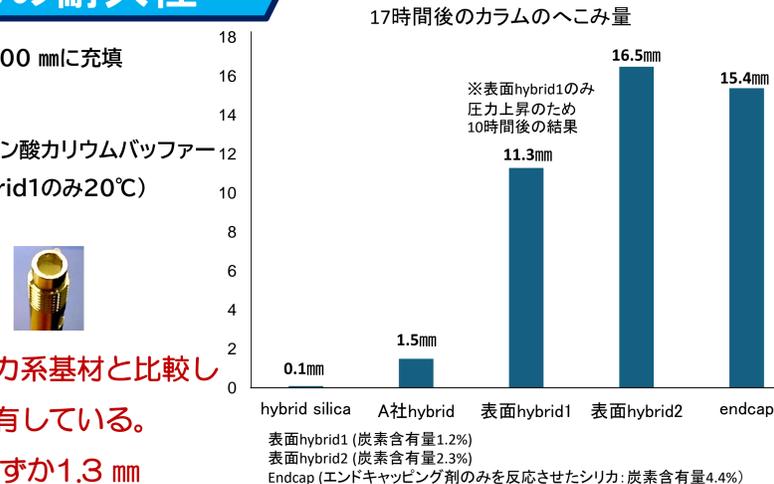


両方を組み合わせた  
**ウルトラハイブリッド構造**

## ハイブリッドシリカの耐久性

★それぞれのシリカ基材を内径2.1 mm長さ100 mmに充填  
 ↓  
 ★流速0.1 ml/min, 温度40°Cで50 mMリン酸カリウムバッファー pH11.5の移動相で耐久性試験 (表面hybrid1のみ20°C)  
 ↓  
 ★充填剤のへこみ量により耐久性を評価

ハイブリッドシリカは他のシリカ系基材と比較して圧倒的な耐アルカリ性を有している。  
 64時間後でもへこみはわずか1.3 mm

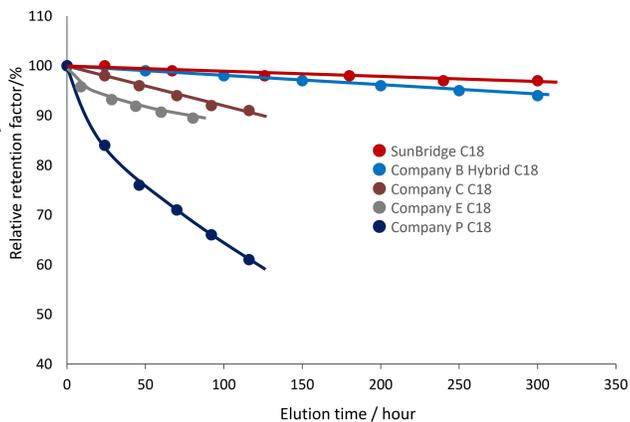


## ウルトラハイブリッドC18カラムの耐久性

### 《耐酸性試験》

耐久性試験条件 (pH 1.0)  
 Column dimension: 50 x 2.1 mm  
 Mobile phase: Acetonitrile/1.0% TFA  
 pH1=10/90  
 Flow rate: 0.4 mL/min  
 Temperature: 80 °C

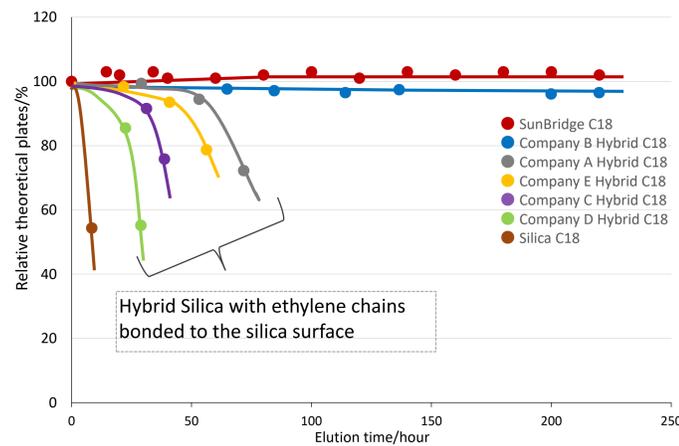
測定条件  
 Mobile phase:  
 Acetonitrile/water=70/30  
 Flow rate: 1.0 mL/min  
 Temperature: 40 °C  
 Sample: 1 = Uracil, 2 = Butylbenzene



### 《耐アルカリ性試験》

耐久性試験条件 (pH 11.5)  
 Column dimension: 150 x 4.6 mm  
 Mobile phase: Methanol/50mM potassium phosphate pH 11.5=10/90  
 Flow rate: 1.0 mL/min  
 Temperature: 40 °C

測定条件  
 Mobile phase: Acetonitrile/water=70/30  
 Flow rate: 1.0 mL/min  
 Temperature: 40 °C  
 Sample: 1 = Uracil, 2 = Butylbenzene

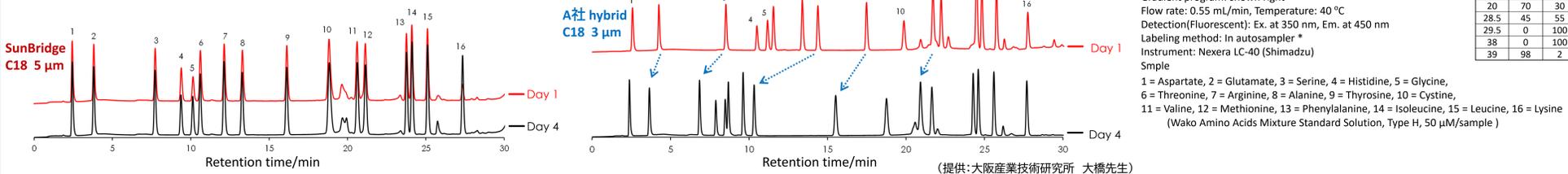


非常に優れた耐酸性、耐アルカリ性を有している

## アミノ酸の分離比較

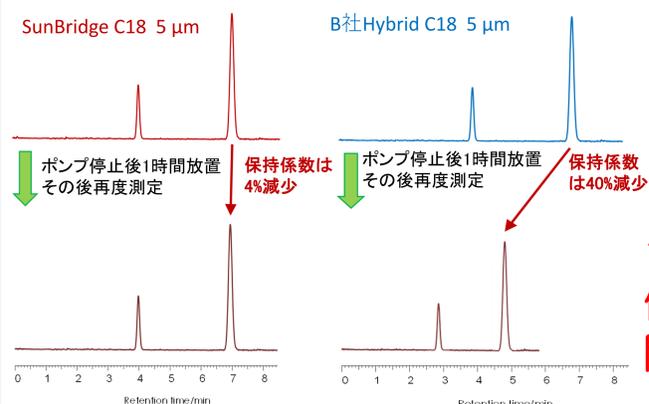
### ■ OPA誘導体化アミノ酸の分析

塩基性移動相 (pH 8.2) で3日間静置→10分間通液後の分析との対比



アルカリ性の条件下でも、平衡化が早く安定して使用可能

## 水系100%移動相での使用



Column dimension: 150 x 4.6 mm  
 Mobile phase: 10 mM phosphate buffer pH 7.0  
 Flow rate: 1.0 mL/min  
 Temperature: 40 °C  
 Detection: UV@250 nm  
 Sample: 1=Uridine, 2=Adenine

100%水系移動相条件でも保持の減少はほとんどなく、問題なく使用可能

## まとめ

ハイブリッドシリカとダブルエンドキャッピング法を組み合わせることで、既存のハイブリッドシリカ充填剤よりも耐酸性・耐アルカリ性の高い充填剤が合成できた。

本法のハイブリッドシリカは、表面のみハイブリッドタイプのシリカと比べ、非常に高い耐アルカリ性を示した。

本研究で合成したハイブリッドシリカC18カラムは水系100%の移動相でも安定した保持時間を示した。

アミノ酸分析において、市販品のハイブリッドC18カラムと比べ本法のカラムは安定した保持時間を示した。