

キャピラリカラムの汚染と洗浄

カラム性能が低下する主な原因のひとつはカラムの汚染です。たいていの場合、これらの汚染は注入した試料に含まれている汚染物質が原因になります。繰り返して試料を注入すると、試料中に含まれていた不揮発性成分や難揮発性成分が注入口やカラムに蓄積します。これらの成分を多く含む試料は、きれいな試料に比べて分析結果の悪化を促進します。分離能の低下、近接したピークの分離不十分、ピーク形状の歪み、ベースラインの変動、異常なブリードなどはカラムの汚れが原因となっている場合が多いです。



カルボン酸、アミン、フェノール、ジオール類などの高活性の化合物のピークは特に汚染の影響を強く受けます。溶媒によるカラムの洗浄は殆どの汚染物質を洗い除くことができ、カラムの性能をほぼ回復します。溶媒による洗浄は、液相が化学結合かつ架橋された固定相のキャピラリカラムのみ可能です。

溶媒は一般的に、メタノール、塩化メチレン、ヘキサンを順に流すのをお勧めしています。他の溶媒も使用できますが、以下のような注意があります。

- ・ 極性と無極性の複数の溶媒で洗浄する場合は、最も極性の高い溶媒から始め、順に極性を小さくしていき、最後に最も極性の小さい溶媒で洗浄します。
- ・ できれば分析試料に用いた同じ溶媒で洗浄します。
- ・ 複数の溶媒で連続して洗浄する場合は、溶媒を換える直前に洗浄した溶媒とよく混和する溶媒を用います。
- ・ 水溶液の試料や、水から抽出した試料を分析したカラムは、最初に水で洗浄し、次にメタノールで洗浄します。
- ・ ECD 検出器を使用する場合は、最後の洗浄溶媒にハロゲンを含む溶媒は避けます。
- ・ NPD 検出器の場合もアセトニトリルなどの窒素を含む溶媒を避けます。

カラムの洗浄は図に示したカラム洗浄キット (部品番号: 430-3000) を使用すれば簡単です。

- ・ カラムは洗浄の前に注入口側を 50 cm 程度、切り取ります。
- ・ カラムの検出器側をカラム洗浄キットに接続します。
- ・ バイアル瓶に洗浄溶媒を入れます。
- ・ バイアル瓶を 10 ~ 15psi で加圧し溶媒をカラムに流します。
- ・ 内径 0.18 ~ 0.32 mm のカラムでは、それぞれの溶媒あたり 4 ~ 5 mL で洗浄します。
- ・ 太い径のカラムでは、それぞれの溶媒あたり 8 ~ 10 mL で洗浄します。
- ・ それぞれの溶媒は少なくとも 10 分以上カラムに滞留して流れるように圧力で流量を調節します。
- ・ 先の溶媒が完全に抜ける前に、次の溶媒を流し始めます。
- ・ 最後の溶媒による洗浄が終わったら、その後 5 ~ 10 分間ガスを流し続けます。
- ・ GC の注入口にカラムを取り付け、キャリアガスを流して室温でカラムを 5 ~ 10 分乾燥します。
- ・ カラムの出口を検出器に取り付け、接続の漏れが無いかどうか調べます。
- ・ カラムを室温から 2 ~ 3 /min で昇温させ、通常のカラムコンディショニングの温度まで上げます。
- ・ 以降は通常の方法でコンディショニングします。

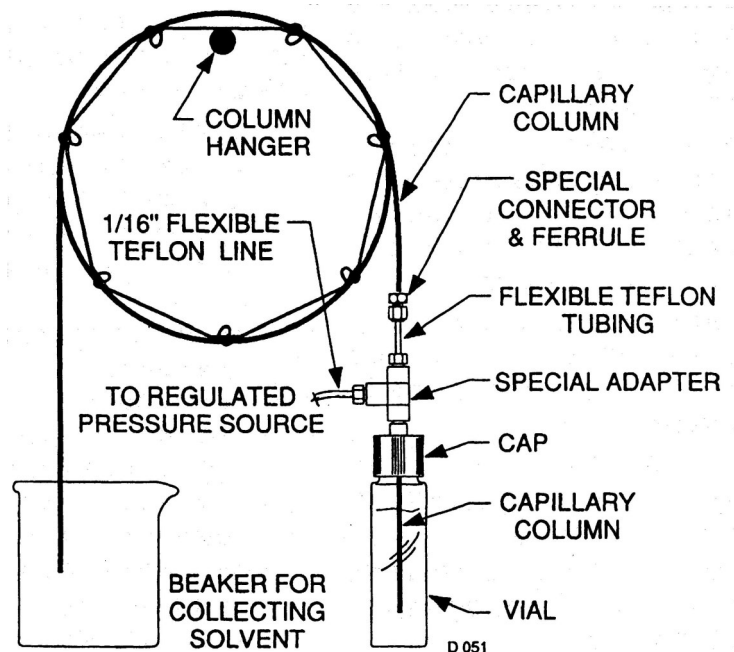


図 カラム洗浄キット