

GC キャピラリカラムの性能低下の原因および防止策

カラムの破損

ポリイミドコーティングに弱い部分があると、フューズドシリカカラムは破損します。ポリイミドコーティングは、壊れやすい柔軟なフューズドシリカチューブを保護します。オープンの加熱と冷却を続けると、オープンファンにより生じる振動や、円形ケージに巻かれていることなど、すべてがチューブにストレスを与え、その結果、最終的に弱い部分に破損が生じます。弱い部分は、ポリイミドコーティングが傷付いたり、磨り減ったりすることで発生します。通常、傷や摩耗は、鋭利なものでチューブを引っ掻いたときに生じます。カラムハンガーやタグ、GC オープン内の金属製エッジ、カラムカッタ、ラボベンチ上の雑多な物には鋭利な部分が多いため、留意する必要があります。

カラムが自然に破損することはまれです。カラムの製造基準では、脆弱なチューブが検出され、完成品のカラムで使用されないように除外されます。直径が大きいカラムは破損しやすい傾向があります。これは、内径 0.45 ~ 0.53 mm のチューブでは、内径 0.18 ~ 0.32 mm のチューブの場合よりも、破損に対する注意と防止策がより一層必要になることを意味します。

破損したカラムが、必ずしも修復不可能であるとは限りません。カラムが継続的に高温で維持されていたか、または複数の温度プログラムの実行時に高温で維持されていた場合、非常に高い確率でカラムに損傷が生じます。破損したカラムの後半分が、高温において酸素に曝露されていた場合、これにより固定相が急速に損傷します。一方で、キャリアガスがカラムのこの部分を流れていたため、カラムの前半分は問題がない可能性があります。破損したカラムが加熱されていなかった場合、または高温や酸素に非常に短時間だけ曝露されていた場合、後半分は重大な損傷を受けていない可能性が高くなります。

破損したカラムは、ユニオンを取り付けることで修復することができます。また、適切なユニオンであれば、カラムの再接続に利用することができます。ユニオンの取り付けが不適切である場合、デッドボリューム(ピークテーリング)の問題が発生する可能性があります。

熱による損傷

カラムの温度上限を超えると、固定相およびチューブ表面の劣化が加速します。これにより、過剰なカラムブリードの早期開始、活性化合物のピークテーリング、効率（分解能）の低下が発生します。幸いにも、熱による損傷は緩やかなプロセスであり、重大な損傷が発生するのは、温度上限を超える状態が長時間継続した場合のみです。酸素が存在する場合は、熱による損傷が大幅に加速されます。キャリアガスにリークや高濃度の酸素が存在する状態でカラムを過熱すると、カラムに急速に恒久的な損傷が生じます。熱による損傷を防止する最も効果的な方法は、GC の最大オーブン温度をカラムの温度上限、またはその数度だけ上に設定することです。これにより、カラムの偶発的な過熱が防止されます。

カラムが熱による損傷を受けても、引き続き機能する場合があります。検出器からカラムを取り外します。カラムを等温上限で 8~16 時間加熱します。カラムの検出器側先端から 10~15 cm を切り取ります。カラムを再度取り付けて、通常どおりコンディショニングします。カラムは通常、元の性能には戻りませんが、多くの場合、引き続き機能します。カラムが熱による損傷を受けると、寿命が短くなります。

酸素による損傷

酸素は、ほとんどのキャビラリ GC カラムにとって敵です。カラムは、室温またはそれに近い温度では損傷しませんが、カラム温度の上昇に伴い、重大な損傷が生じます。一般的に、極性固定相では、重大な損傷が発生する温度と酸素濃度は低くなります。問題となるのは、酸素への持続的な曝露です。空気の注入やセプタムナットの非常に短時間の取り外しなど、一時的な曝露は問題にはなりません。

酸素への曝露の最も一般的な原因は、キャリアガス流路（ガスライン、フィッティング、インジェクタなど）内のリークです。カラムが加熱されると、固定相が非常に急速に劣化します。これにより、過剰なカラムブリードの早期開始、活性化合物のピークテーリング、効率（分解能）の低下が発生します。これらは、熱による損傷と同様の症状です。残念ながら、酸素による損傷が発見される頃には、すでにカラムに重大な損傷が発生しています。比較的軽度な場合では、カラムは引き続き機能していますが、性能が低下している可能性があります。より重度な場合では、カラムは不可逆的に損傷しています。酸素による損傷を防止する最も効果的な方法は、酸素とリークのないシステムを維持することです。適切な GC システムのメンテナンスには、ガスラインとレギュレータのリークの定期的な確認、セプタムの定期的な交換、高品質キャリアガスの使用、酸素トラップの取り付けと交換、完全に空になる前のガスシリンダの交換が含まれます。

化学的損傷

固定相を損傷する化合物は比較的少数です。カラム内に非揮発性化合物（塩など）を導入すると、多くの場合、性能が低下しますが、固定相に損傷は生じません。これらの残留物は、多くの場合、カラムを溶媒洗浄することにより除去して、性能を元に戻すことができます。カラムへの導入を回避すべき主な化合物は、無機または鉱物質の塩基および酸です。酸には、塩酸 (HCl)、硫酸 (H_2SO_4)、硝酸 (HNO_3)、リン酸 (H_3PO_4)、クロム酸 (CrO_3) が含まれます。塩基には、水酸化カリウム (KOH)、水酸化ナトリウム (NaOH)、水酸化アンモニウム (NH_4OH) が含まれます。これらの酸および塩基の多くは、揮発性があり高くなく、カラムの前部に蓄積します。そのまま放置すると、酸や塩基が固定相に損傷を与えます。これにより、過剰なカラムブリードの早期開始、活性化合物のピークテーリング、効率（分解能）の低下が発生します。症状は、熱による損傷や酸素による損傷と非常に類似しています。HCl と NH_4OH は、このグループの中で最も害が少ない物質です。両者とも、サンプル中に存在する水分に追随する傾向があります。カラムによる水分の保持がまったく行われないか、または保持が不十分である場合、HCl と NH_4OH がカラム内に滞留する時間は短くなります。これにより、これらの化合物による損傷は発生しないか、または最小限に抑えられる傾向があります。したがって、サンプル中に HCl または NH_4OH が存在する場合は、水分を保持しない条件やカラムを使用すれば、これらの化合物はカラムに対して比較的無害となります。

固定相を損傷することが報告されている唯一の有機化合物は、ペルフルオロ酸です。例えば、トリフルオロ酢酸、ペンタフルオロプロパン酸、ヘptaフルオロ酪酸などがあります。損傷を与えるには、高濃度（1 % 以上など）で存在している必要があります。問題の大部分は、大量のサンプルがカラムの前部に蓄積するスプリットレス注入またはメガボアダイレクト注入で生じます。化学的な損傷は一般に、カラムの前部に限定されているため、カラムの前部から 0.5 ~ 1 m をトリミングまたは切断することにより、クロマトグラフィーの問題が解決する場合があります。損傷がひどい場合は、5 m 以上切断する必要があります。ガードカラムやリテンションギャップを使用すると、カラムが損傷を受ける量が最小限に抑えられますが、ガードカラムを頻繁にトリミングする必要があります。酸や塩基は、不活性処理済みフューズドシリカチューブの表面に損傷を与えることが頻繁にあり、それにより活性化合物のピーク形状の問題が生じます。

カラムの汚染

カラムの汚染は、キャピラリ GC で最も一般的に発生する問題の 1 つです。残念ながら、これはさまざまな問題に類似しているため、多くの場合、他の問題と誤診されてしまいます。汚染されたカラムは通常、損傷していませんが、使用できなくなる場合があります。

汚染物質は主に 2 種類あり、非揮発性物質と半揮発性物質です。非揮発性汚染物質または残留物は、溶出せずにカラム内に蓄積します。カラムはこれらの残留物によりコーティングされ、固定相内外への溶質の適切な分配を妨げます。また、残留物は活性溶質と相互作用して、ピーク吸着の問題（ピークテーリングやピークサイズの減少として明らかになります）を引き起こす可能性もあります。活性溶質とは、ヒドロキシル基 (-OH) やアミン基 (-NH) を含む溶質、および一部のチオール (-SH) やアルデヒドのことです。半揮発性汚染物質または残留物はカラム内に蓄積しますが、最終的には溶出します。カラムから完全に排出されるまでに、数時間から数日を要する場合があります。また、非揮発性残留物と同様に、ピーク形状やサイズの問題を引き起こす可能性があります。さらに、通常、多くのベースラインの問題（不安定、搖らぎ、ドリフト、ゴーストピークなど）の原因となります。

汚染物質はさまざまな発生源に起因しますが、最も一般的なのは注入されたサンプルです。その中でも、抽出したサンプルは最も深刻な汚染を招く恐れのあるタイプの 1 つです。生物の体液および組織、土壤、廃水、地下水、および類似したタイプのマトリックスは、半揮発性および非揮発性化合物を大量に含んでいます。注意深く綿密な抽出手順であっても、注入したサンプルにはこのような物質がわずかに存在しています。蓄積された残留物によって問題が生じるまでには、数回から何百回もの注入が必要です。オンカラム注入、スプリットレス注入、メガボアダイレクト注入などの注入手法では、カラムに大量のサンプルが注入されるため、カラムの汚染が生じやすくなります。また、汚染物質は、ガスラインやトラップ内の物質、フェラルやセプタムの粒子、またはサンプルと接触するあらゆるもの（バイアル、溶媒、シリジン、ピペットなど）に由来する場合もあります。過去数か月または数年間に類似のサンプルでは問題が生じていなかつたのに汚染の問題が突然発生した場合、これらのタイプの汚染物質が原因である可能性が高くなります。

汚染の問題を低減する最も効果的な方法は、半揮発性および非揮発性サンプル残留物の量を最小限に抑えることです。残念ながら、多くの場合、潜在的な汚染物質の存在や正体は不明です。厳密かつ徹底的なサンプルクリーンアップが、汚染の問題に対する最も効果的な防御策となります。ガードカラムやリテンションギャップを使用することは、多くの場合、カラムの汚染により引き起こされる問題の重大度を軽減したり、発生を遅らせたりします。カラムが汚染された場合、カラムを溶媒洗浄して汚染物質を除去するのが最も効果的です。

汚染されたカラムを高温で長時間維持すること（多くの場合、カラムのベイクアウトと呼ばれます）は推奨されません。カラムのベイクアウトにより、汚染残留物の一部が、溶媒洗浄ではカラムから除去できない不溶性物質に変化する可能性があります。そうなると、ほとんどの場合、カラムは再利用できません。場合によっては、カラムを半分に切断して、後半分が引き続き使用することができます。カラムのベイクアウトは、カラムの等温上限において 1 ~ 2 時間に制限する必要があります。

ホームページ

www.agilent.com/chem/jp

カストマーコンタクトセンター

0120-477-111

email_japan@agilent.com

本製品は一般的な実験用途での使用を想定しており、
医薬品医療機器等法に基づく登録を行っておりません。
本文書に記載の情報、説明、製品仕様等は予告なしに
変更されることがあります。

DE-011820

アジレント・テクノロジー株式会社

© Agilent Technologies, Inc. 2026

Printed in Japan, January 7, 2026

5994-8774JAJP