

- 内径 3.0mm カラムにおいて内径 4.6mm と同じ分析を行うためには -

ナカライテスク株式会社

ここでは、内径 4.6mm と内径 3.0mm カラムにおいて、同じ分析結果を得るために必要な条件を提示いたします。

図 1 にはカラムを横から見たときの模式図を、図 2 には内径 4.6mm カラムと内径 3.0mm カラムとを内径側から見たときの図と断面積比を示しました。内径 4.6mm の断面積を 1.0 とした場合、内径 3.0mm カラムは 0.43 になります。(面積=半径×半径×3.14)

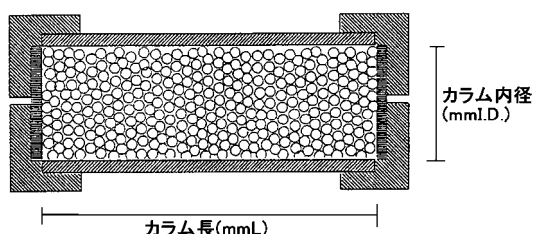


図 1、横からのカラムの図

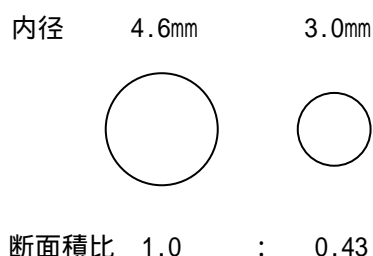


図 2、内径側から見たカラムの図

内径の異なるカラムで同じ分析を行うには、カラム内を進む移動相の速度(線速度と言います)を同じにする必要があります。カラムの断面積に比例した流速に設定することにより、線速度は同じにすることができます。つまり、内径 4.6mm カラムで流速 1.0ml/min と内径 3.0mm カラムで流速 0.43ml/min とでは同じ線速度が得られます。

また、試料の注入量についても、断面積に比例させて増減させる必要があります。表 1 に内径 4.6mm カラムから内径 3.0mm カラムへの移行例を示します。

表 1、内径4.6mmカラムから内径3.0mmカラムへの移行例

内径	流速	試料注入量	その他
4.6mm	1.0ml/min	10 μ l	同じ
3.0mm	0.4ml/min	4 μ l	同じ

その他: カラム長、移動相、温度、検出波長、サンプル濃度

図3では、内径4.6mmと内径3.0mmカラムにおいて、同じ成分を分析したときのクロマトグラムを示します。移動相の流速と試料注入量とをカラムの断面積に比例させた条件において、概ね同じようなクロマトグラムが得られています。詳細な数値データを表2に示しました。また、分離度の計算式を式1に示しました。

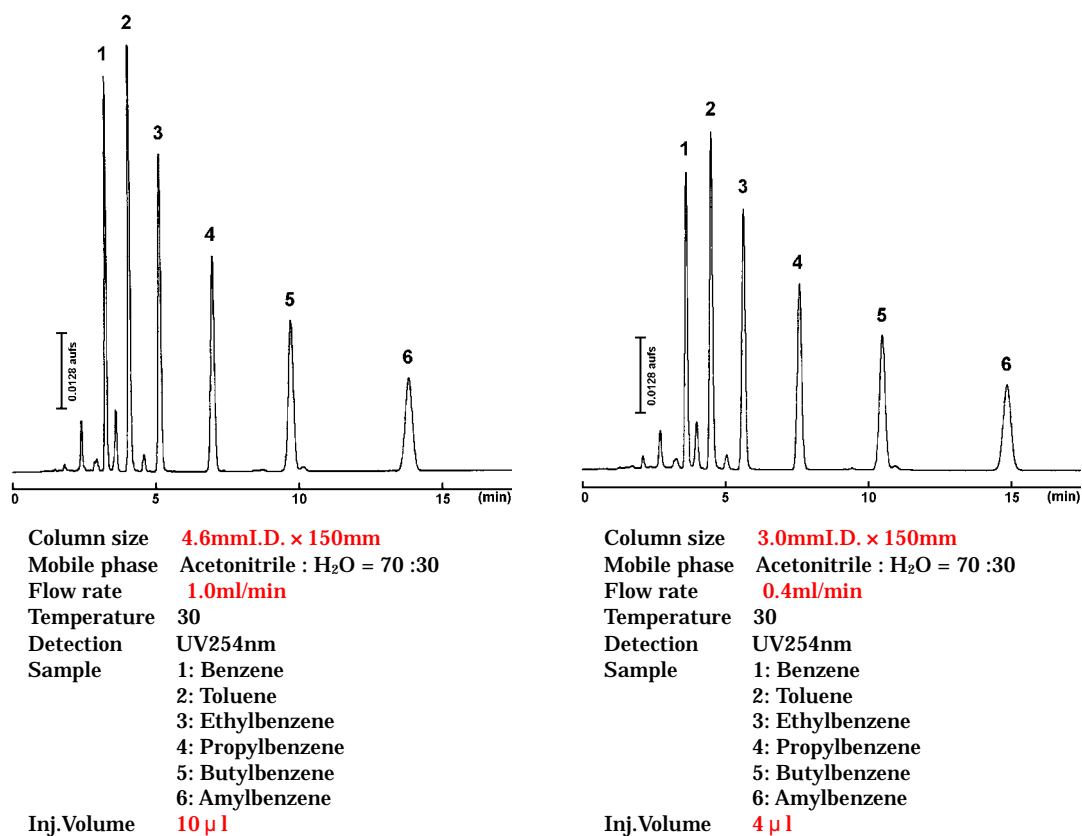


図3、内径4.6mmカラムと内径3.0mmカラムとの比較

表2、図3のクロマトグラムのデータ

カラムサイズ		1 Benzene	2 Toluene	3 Ethylbenzene	4 Propylbenzene	5 Butylbenzene	6 Amylbenzene	(MPa) カラム圧力	Total ピーク面積
4.6-150	tr	3.32	4.15	5.23	7.08	9.83	13.97	3.5	2061818
	k'	1.28	1.88	2.64	3.96	5.92	8.87		
	N	11054	12101	13280	13862	13731	13868		
	Rs		5.7	6.1	7.8	8.3	8.8		
3.0-150	tr	3.68	4.57	5.72	7.68	10.60	15.00	3.1	2081195
	k'	1.28	1.87	2.64	3.96	5.91	8.85		
	N	7508	8809	10338	11696	12746	13080		
	Rs		4.9	5.4	7.2	8.0	8.5		

tr:保持時間、k':保持比、:分離係数、N:理論段数、Rs:分離度
 分離係数()、および分離度(Rs)は1つ前のピークとの数値を示しました。

$$R_s = \frac{N}{4} * \frac{(1 - k')}{(1 + k')} * \frac{k'}{(1 + k')}$$

式 1、分離度の計算式

内径 3.0mm カラムは内径 4.6mm カラムよりもデットボリューム(死容積)の影響を受けて、ピークのシャープさを示す理論段数が低下します。特に保持時間の短いピークでは顕著に現れます。デットボリュームとは、配管、インジェクター、および検出セルにある配管の容積であり、インジェクターから検出器までの流路の体積のうち、分離に関係のない空間のことです。デットボリューム内では成分の拡散が起るため、理論段数の低下を招きます。内径 3.0mm カラムでは、内径 4.6mm よりも移動相の流速が遅く、拡散する時間が長くなるので、デットボリュームの影響を受けやすくなります。

従って、内径 4.6mm カラムにおいて、かろうじてベースライン分離している場合に内径 3.0mm カラムを使用すると、ピークが重なる可能性があるため注意が必要です。

以上