

SUS カラム内充填剤の可視化検討

株式会社ダイセル 高尾 直樹

1. Introduction

液体クロマトグラフィーに用いられるカラムは、成分抽出や分析などで広く使用されている。カラム性能はクロマトピークの形状で評価されることが一般的であるが、クロマトピーク形状が異なる理由についてはわかっていない部分も多い。その一因として、X 線では透過や散乱効率の関係から、SUS 製のカラム内部の軽元素を観察することが困難であるということが挙げられる。

クロマトピークの形状は、充填剤層を通過する液の速度分布と相関があると推察しており、充填剤層の粗密分布を評価することで、カラム性能を決める要因について調べることが可能であると考えている。本実験では SUS を比較的容易に透過することのできる中性子を用い、SUS 製クロマト用カラム内部に充填された担体の状態可視化を試みた。

2. Experiment

中性子イメージングにより、SUS 製カラム内に充填されたシリカゲルの可視化を試みた。試料として、クロマトピーク形状の異なるシリカゲル充填カラムを用い、リファレンスとして空カラム、有機溶媒、有機溶媒に分散させたスラリー状のシリカゲルを観察した。カラムは材質が SUS316、外径 8 mm、内径 4.6 mm のものを用いた。

イメージングは、カラム 5 本を鉛直方向に立てかけて計測した。カラムの横に、長さ確認のためのマーカーとして、20 mm ごとに切り込みをいれたカドミウム板を取り付けた。中性子シンチレータとして応用光研製 ND スクリーン(6LiF/ZnS(Ag))(56 mm x 53 mm x t0.01 mm)をアルミ基板に塗布)を用いた。シンチレータは試料の下流側約 30 mm の位置に設置した。シンチレータに中性子が入射した際の発光をシリコン製ミラーで上方方向に跳ね上げ、イメージインテンシファイヤ(C14245 浜松ホトニクス)で増幅し、CMOS カメラ(ORCA-Quest qCMOS camera C15550-20UP 浜松ホトニクス)で観測した。観測可能範囲が最大 50 mm x 50 mm であるのに対し、試料長手方向のサイズが 300 mm と大きいため、試料を動かしながら複数範囲に分けて測定した。鉛直方向は 26 mm の移動と測定を 11 回、水平方向は 25 mm の移動と測定を 3 回行った。それにより得られた 11 x 3 枚の画像をつなぎあわせ、全体画像とした。ビーム強度は 850 kW、ダブルフレーム運転で計測を行い、全波長(1 Å ~ 10 Å)を積算した。イメージインテンシファイヤのゲイン 650 にて、640 ms の計測を 8 回実施し、それらを平均化することで 1 枚の画像とした。

3. Results

測定した試料の一覧を表 1、得られた画像を図 1 に示す。正常品 1 と 2 は製造方法が異なる。画像は、試料無し状態でダイレクトビームを計測したもの、および上流のビームシャッターを閉じた状態で計測したものをを用いて透過率に変換した。シリカゲル充填品、空カラム、有機溶媒充填品、スラリー充填品の何れも透過率が異なっていることが確認できる。また別に撮影した画像ではあるが、比較品との差から正常品 1 と 2 とでも透過率が異なっていると推定できる。一方で、カラム内の条件の近い比較試料とでは明確な差が見られなかった。また、カラム内の充填剤層のムラについても確認できなかった。試料間の詳細な比較を行うため、試料 5 から 9 のみではあるがコントラストを透過率の低い側に合わせた上で色つけを行った画像を図 2 に示す。一見微妙なムラや試料の濃度差があるようにも見えるが、ムラのないカドミウム板や有機溶媒にも濃淡が表れているため、試料内のムラや試料間差ではなくバックグラウンドの影響が見えている可能性がある。詳細については今後解

析方法を検討していく予定である。

4. Conclusion

中性子を用いることにより SUS カラム内のシリカゲルを可視化出来ることが分かった。今回の試料では正常品と比較品との差や充填剤層のムラは確認できず、より差が明確に出る試料を用いるか、空間分解能向上やバックグラウンドの低減、CT による断面観察等が必要と考える。試料の準備や装置の改善が難しい場合は、充填剤層の直接観察ではなく、導水中の水の分布など二次的な事象の観察を検討したい。

表 1 測定試料

試料	説明
1	2との比較試料
2	正常品1
3	6との比較試料
4	6との比較試料
5	6との比較試料
6	正常品2
7	6との比較試料
8	空カラム
9	有機溶媒
10	スラリー

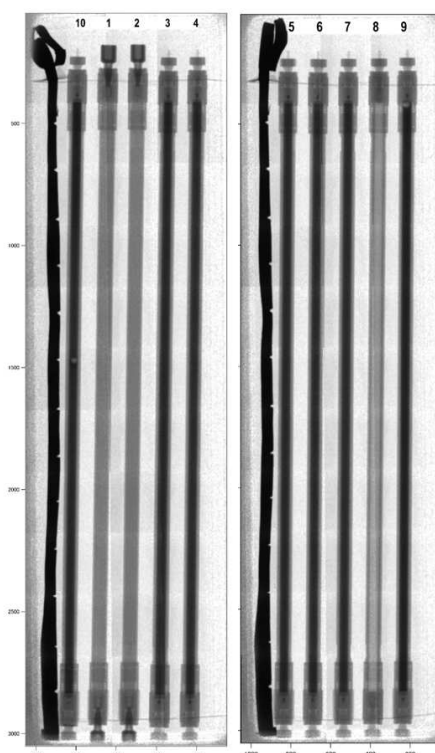


図 1 各試料の透過像

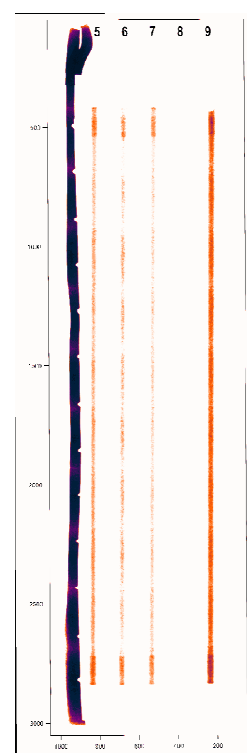


図 2 各試料の透過像
(コントラスト調整)