

# 塩基性不活性処理済みキャピラリーカラムを用いた アミン系化合物の分析

Amine Compounds Analysis by Capillary Column Deactivated Basic

アミン系化合物は、一般的には合成段階で広範に使われる試薬です。従って、製薬メーカーや合成委託メーカー等では原薬中の残留溶媒として管理する必要があります。原薬中に存在すると、毒性・安全性以外にも、分解・着色等の安定性に影響することが多く、厳しく管理が求められます。分析法は、ガスクロマトグラフィーが一般的ですが、キャピラリーカラムでは表面のシラノールとの相互作用でテーリングすることが多く、表面処理が必要になります。

本紙では、塩基性不活性処理をしたキャピラリーカラムを用いアミン系化合物を分析しました。また、キャピラリーカラムの塩基性不活性表面処理の有効性試験として、表面処理を行っていないキャピラリーカラムとの比較検証を行いましたので合わせてご紹介します。



## 使用装置と分析条件

### 使用装置

ソフトウェア : GCsolution  
ガスクロマトグラフ : GC-2010Plus

### 分析条件

カラム : 塩基不活性処理済み 5% ジフェニル / 95% ジメチルポリシロキサン  
Rtx-5Amine (P/N:12323)  
30m × 0.25 mm I.D., df = 0.25 μm  
カラム温度 : 45 °C(0min) – 10 °C/min – 180 °C(0min) Total.13.5 min  
ライナー : 島津用 スプリット / スプリットレス Skyライナー (P/N:23458.5)  
キャリアガス : He 30.0 cm/sec (Constant Linear Velocity Mode)  
注入モード : Split 1:40  
注入口温度 : 310 °C  
検出器温度 : 320 °C  
注入量 : 0.1 μL

## 結果

### ■ アミン系化合物のカラムへの吸着について

トリエチルアミンの分析を行いました (Fig.1)。塩基性不活性処理を行っていないキャピラリーカラムでは、テーリングが見られましたが、塩基性不活性処理済みキャピラリーカラムの方ではピークシメトリーが大幅に改善されました。塩基性不活性処理によりカラムへの吸着が抑制されたと考えられます。

### ■ Peak

1. Triethylamine

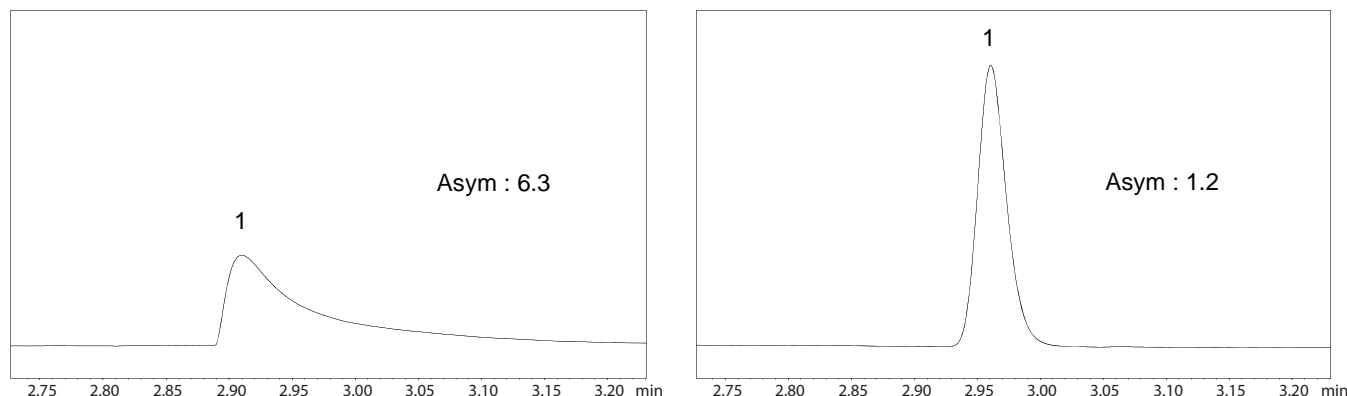
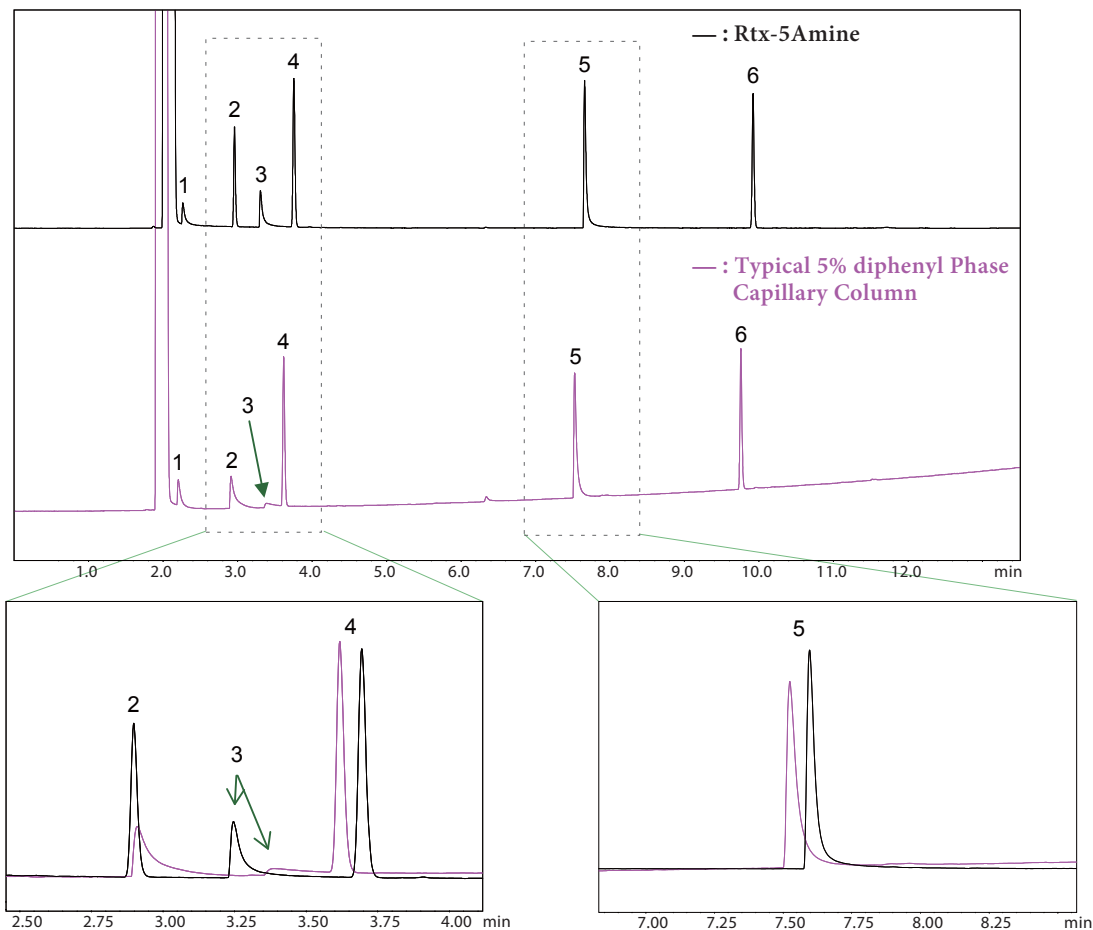


Fig.1 液相表面処理がピーク形状に与える影響

左：一般的な 5%ジフェニル液相キャピラリーカラム, 右：Rtx-5Amine 塩基性不活性処理済みカラム

## ■ アミン系化合物の分析

アミン系化合物 5 成分の分析を行いました。クロマトグラムを Fig.2 に示します。



### ■ Peaks

1. Propylamine
2. Triethylamine
3. 2(Methylamine)ethanol
4. Toluene
5. n-Octylamine
6. Tributylamine

Fig.2 アミン系化合物の分析

Table1 各成分のシンメトリー係数(カラム比較)

	Typical 5% diphenyl Phase Capillary Column	Rtx-5Amine
1. Propylamine	3.1	3.0
2. Triethylamine	6.3	1.2
3. 2(Methylamine)ethanol	測定不能	4.0
4. Toluene	1.2	1.2
5. n-Octylamine	3.0	2.4
6. Tributylamine	1.2	1.1

カラム毎の各成分のシンメトリー係数について、Table1 に示します。特にトリエチルアミン、2-(メチルアミノ)エタノールについて、塩基性不活性処理済みカラムでは、塩基性不活性処理を行っていないキャピラリーカラムに比べ、大幅なピーク形状の改善が見られました。また、n-オクチルアミンでもピーク形状の改善が見られました。

今回の検討より、塩基性不活性処理済みカラムがアミン系化合物分析で有効である事が確認できました。

## ■ Rtx-5Amine 価格表

内径 (ID) mm	膜厚 (df) μm	温度範囲 (°C)	15m		30m	
			P/N	価格 (円)	P/N	価格 (円)
0.25	0.25	-60 to 300/315°C	12320	66,000	12323	99,600
	0.50	-60 to 300/315°C	12335	66,000	12338	99,600
	1.00	-60 to 300/315°C	12350	66,000	12353	99,600

内径 (ID) mm	膜厚 (df) μm	温度範囲 (°C)	15m		30m	
			P/N	価格 (円)	P/N	価格 (円)
0.32	1.00	-60 to 300/315°C	12351	69,600	12354	105,100
	1.50	-60 to 290/305°C	12366	69,600	12369	105,100
0.53	1.00	-60 to 290/305°C	12352	72,200	12355	117,900
	3.00	-60 to 280/295°C	12382	72,200	12385	117,900

発売元

## 株式会社 島津ジーエルシー

東日本営業課

〒111-0053 東京都台東区浅草橋5-20-8 CSタワー5F

TEL : 03-5835-0120

FAX : 03-5835-0124

西日本営業課

〒533-0033 大阪市東淀川区東中島1-18-22 新大阪丸ビル別館9F

TEL : 06-6328-2255

FAX : 06-6328-2277

<https://solutions.shimadzu.co.jp/glc>

gsupport@glc.shimadzu.co.jp

販売店