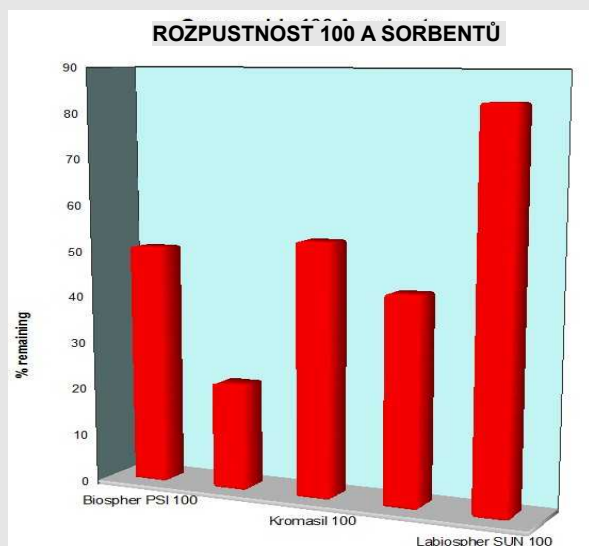


Použití silikagelových sorbentů v preparativní chromatografii přináší novou vlnu zájmu o jejich chemickou stabilitu, protože rozpustnost silikagelového skeletu je při vysokých hodnotách pH nezanedbatelná a jak stabilita kolonového lože tak životnost náplně jsou v PLC kritické veličiny. Cena náplně preparativní kolony dosahuje nezdědka ceny samotného zařízení. Důležitá je i informace o množství rozpuštěného SiO₂, kterým je kontaminován produkt. Oxid křemičitý je sice možno detekovat kolorimetricky (komplex s molybdenanem amonným), tento způsob detekce však ignoruje koloidní částice SiO₂ a dává proto nekorektní výsledky.



LABIOSPHER SUN využívá možnost vystavět částice sorbentu z unimodálních globulí, které zformují strukturu porů s velmi úzkou distribucí. Taková struktura má menší celkový povrch (měřeno například sorpcí dusíku), ale povrch dostupný pro separované látky je stejný nebo vyšší než u klasických silikagelů s širokou distribucí porů. Podstatná je mnohem nižší rozpustnost takového sorbentu jak je vidět z grafu na obr. 1, kde je srovnána náchylnost sorbentů k rozpouštění (zbyvajících % váhy po promývání kolony 0,01 M NaOH). Stabilita samotného silikagelu je ovšem méně podstatná než stabilita reversních fází z něj připravených (chromatografie na čistém silikagelu je v naprosté většině případů provozována v nepolárních mobilních fázích). Proto jsme se při testování sorbentu **LABIOSPHER SUN C18** zaměřili na zjištění dlouhodobé stability při extrémních hodnotách pH. Použili jsme standardní

mobilní fázi – methanol – voda (7:3), místo čisté vody jsme ale do methanolu přimíchali 0.02 M Na₂HPO₄ o pH = 10. Kolona Labio MAG 1 (4,6x250 mm) byla naplněna sorbentem LABIOSPHER SUN 100 C18 o velikosti částic 10 μm. Průtok kolonou byl 0.6 ml/min. Na kolonu jsme opakovaně dávkovali směs acetonu a toluenu (2 % roztok v methanolu) s využitím smyčkového dávkovače (objem nástřiku 3 μl). Chromatogramy byly detekovány UV detektorem s celou o objemu 10 μl při vlnové délce 254 nm.

Výsledky jsou prezentovány na obrázku 2 (účinnost kolony a hodnota k' pro toluen). Zelené čtverečky na spodní části grafu informují o tom, zda v daném časovém okamžiku kolonou protékala (čtverečky nahoře) nebo neprotékala mobilní fáze (čtverečky dole). Modré kroužky prezentují hodnoty k' pro toluen vynásobené tisícem

aby je bylo možno na grafu znázornit s dostatečným rozlišením. Oranžové kroužky odpovídají naměřeným hodnotám teoretických pater pro toluen. Je vidět, že po několika stech hodinách používání kolony (50 nástřiků vzorku) nedošlo k změně v zadrži toluenu. Vrstva reversní fáze na povrchu silikagelu je zcela stabilní. Rovněž průměrná hodnota teoretických pater kolony zůstala téměř konstantní, přestože v průběhu měření docházelo k určité fluktuaci hodnot.

