

分取液体クロマトグラフ LC-20型とLC-908型の構成について

日本分析工業株式会社
大栗直毅

1) 全ての機種に共通する特長

A) 常時、溶質として300 mgの試料を分離することを目的として作成されたセ、分取LCである。

B) 合成オリマ充てん剤カラムを主流とした装置のため、ODS逆相クロマトを主流カラムとしている従来型の分取LCと次の点か異なる。

◎ 溶媒使用量が微量でODS逆相カラムクロマトに較へ約 $\frac{1}{10}$ の量で分離することかできる。

◎ カラムの寿命か長く、H-seriesカラムの場合はとの様な試料を注入しても通常6年間使用することかできる。

◎ 分取カラムと分析カラムは略同一の理論段数をもっている為、特に別途分析用のカラムを購入する必要かない。又、UV検出器、示差屈折計の感度が高い為分取カラムを使用して通常のHPLCとして十分に使用することかできる。

◎ クラノエント装置か不要である。

0) リサイクル分析

他社のリサイクル法によると次の様な欠点かあるため、現在市販されているリサイクルクロマトグラフで実用になるLCは希である。

(1) リサイクル中にカラムの分離能力を上まわる拡散かおきる為分離か向上しない。

(2) リサイクル分析をしようとする時、UVセル、示差屈折計等検出器セルか破損する。

当社のリサイクルに関する技術は15年の技術の蓄積によるものである。当社のリサイクル分析はどの種類のカラムを使用した場合でも試料が分解しない限り確実に分離を向上させることかできる。

D) 自動化

リヒートインノクタ、オートリサイクル及びフランクショナルコレクタは全てOPUによって制御されている。分析条件の決定かできると、オペレータは試料をセットするだけで例えは次の様な分取かできる。

多成分より成る試料で、注入する試料溶液中に目的物質が0.1%しか含まれていない試料を5回リサイクルすることによって目的物質を50mg単離したい。

設定の例

Repeat inj (JRS-86型)		Auto Recycle (JAR-2型)		F collector (201型)	
注入間隔 (Waiting)	125分	Recycle period	20分	Model	Peak or Time
注入時間 (Sampling)	60秒	Collect period	25分	Wait	100分
注入回数 (Sample No)	10回	Recycle No	5回	No of Cycle	1

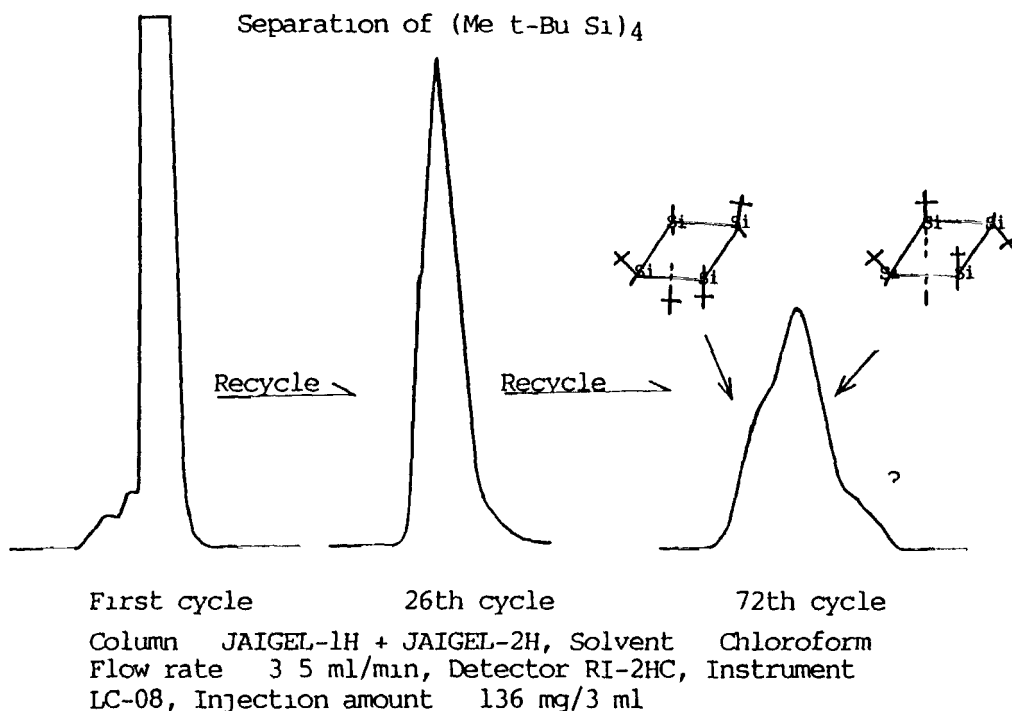
2) 当社製分取LCの機種別の特長

機種	特長 用途	本体価格 (検出器を除く)
LC-08型	単一溶媒、例えばTHF、クロロホルムを常時使用する分取LC。有機合成研究室用、分子量分布測定装置	¥2850000-
LC-09型	ODSカラム等溶媒を変更して分離を行う分取LCで多用途に使用できる。	¥3600000-

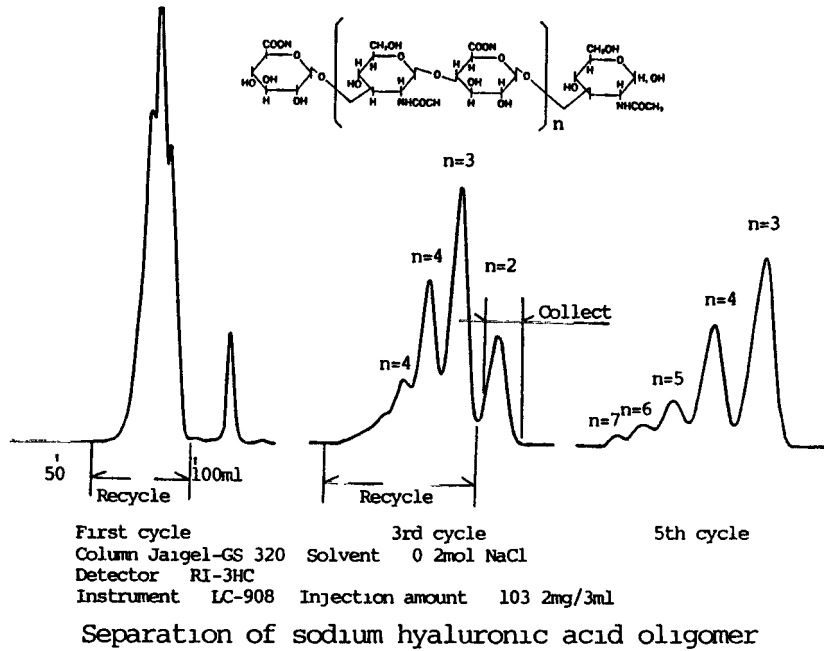
LC-10型	御使用中のHPLCポンプを本装置に組み込み使用できる。ポンプに適合したクラノエント装置を取りつけることかできる。	¥4150000-
LC-908型	ハートナル分取LC、コンハクト設計。リヒートインノエクノョン、オートリサイクル、フラクノョンコレクタか付属可能	¥2300000-
LC-20型	試料注入から試料の採取までか完全に自動化された装置。カラムオープン付	¥3900000-

応用例

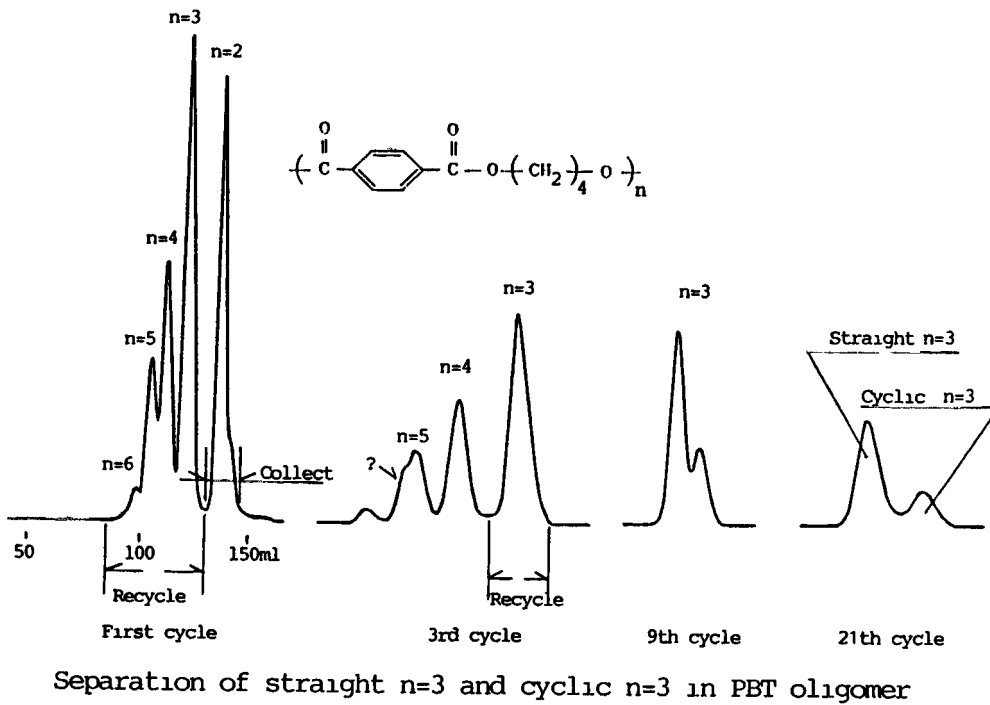
1) 有機シリコン異性体の分離



2) ヒアルロン酸ノーダオリゴマーの分離

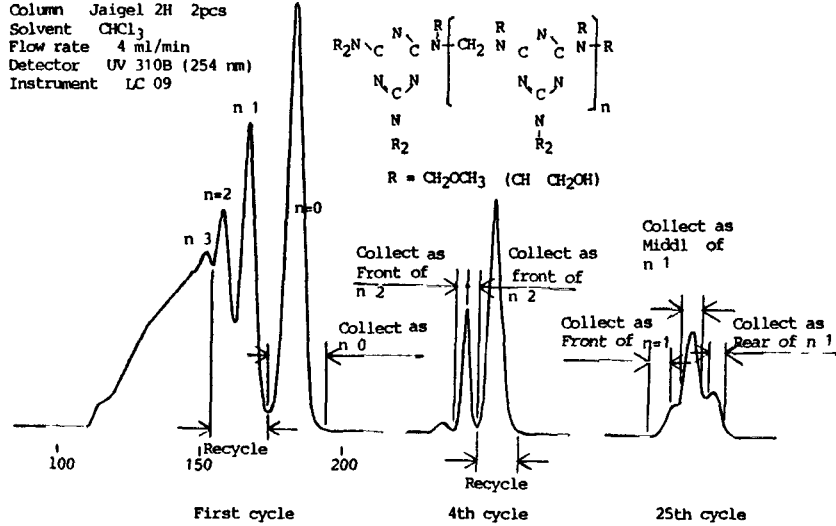


3) 鎖状と環状のPBT (Polybutyrene terephthalate)三量体の分離



4) メチル化メチロールメラミン樹脂の分析

Column Jaigel 2H 2pcs
 Solvent CHCl₃
 Flow rate 4 ml/min
 Detector UV 310B (254 nm)
 Instrument LC 09



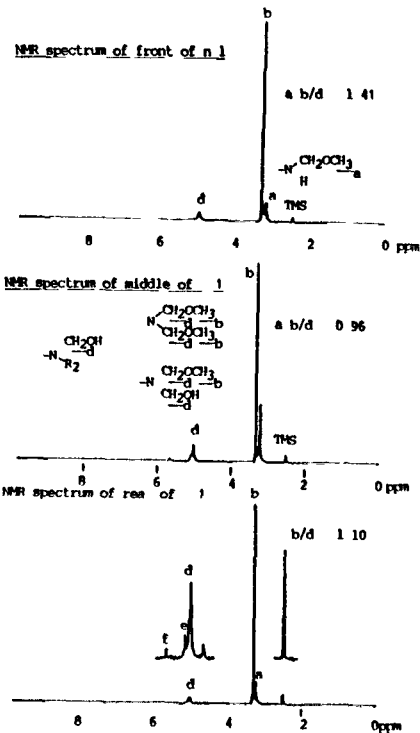
Separation of methylated melamine-formaldehyde resin

塗料目的のメラミン樹脂でそのメチル化の度合は、物性上重要な役割をはたしている。

n=1を25回リサイクルすることによつて、中間のピークは結晶として分離することかできた。

NMRスペクトルからn=1の3個のピークを構造決定するにはいたらなかつたかメチル化の度合 (a+b/d) は各量体によつて大幅に異なるとの結論を得た。

Hseriesカラムによつて、まず試料を各量体に分離したのち、逆相系カラムでそれらの量体を分離すれば正確な分子種分析かできるものと推定される。

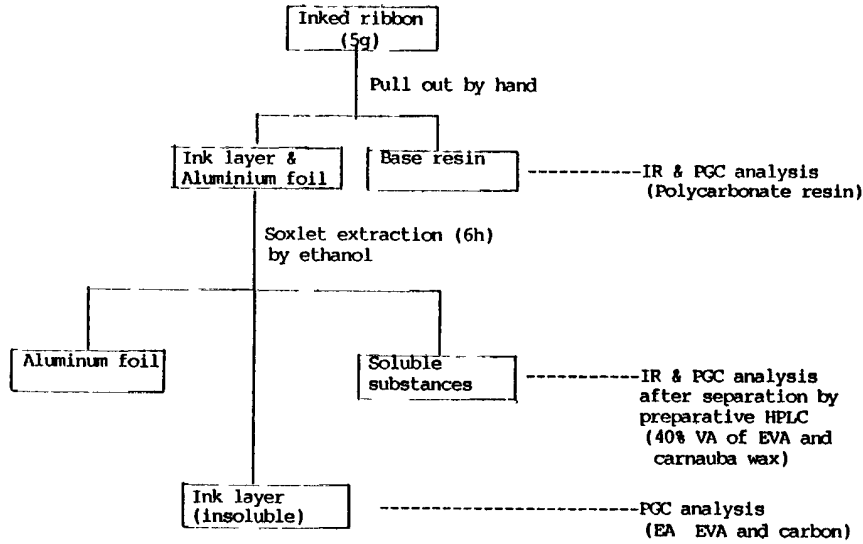


Separation No.	Recycle No.	Integrated square						Proton ratio	
		b	c	d	e	f	b/d	a/b/d	
Original		31	3	4	106	12	3	0.03	0.32
n=0	1	26	3	9	113	10		0.03	0.27
Front of n=1	25	14	31	3	32	8	3	0.97	1.41
Middle of n=1	25	25	24	1	51	19	5	0.47	0.96
Rear of n=1	25	12	22	3	31	9	2	0.71	1.10
Front of n=2	4	16	24	2	48	12	4	0.50	0.83
Rear of n=2	4	18	25	2	41	12	4	0.61	1.05

NMR proton ratio f -mer of methylated melamine formaldehyde resin separated by recycle GPC

NMR spect of 1 peaks 1 methylated melamine formaldehyde resin (b/d of before separation showed 0.32 a/b/d of n=0 showed 0.27)

5) 通電転写型インクリゾンの分析



Analysis of organic materials in thermal transfer ribbon

5gの試料を出発物質として、外国製の通電型インクリオン中の有機物の分析を分取LC, IR及びキューリーポイントパイロライザを使用して行つた。

テープ背面の樹脂層を手でハク離したのち、インク層とアルミテープをソックスルー抽出器に入れ、エタノールによつて六時間抽出を行つた。

全ての情報を総合的に判断することによつて次の結論を得た。

- 樹脂層 ポリカーゴネート樹脂
- インク層 アクリル酸エチル樹脂
- エチレン酢酸ヒニル樹脂 (酢ヒ含有率 約40%)
- エステル系天然ワックス (Carnauba wax?)
- カーボンワックス

