

TECHNICAL NEWS

分析技術報

リサイクル分析の例 The Example of Recycling Analysis

リサイクル分析法とは

注入した試料のピークを拡散の少ないポンプを使用することによつて、同一カラム、検出器内を再循環させ分離能力を向上させて分離する方法をいう。

リサイクル分析法の長所

- 1) 使用するカラムに僅かでも分離する能力があれば、リサイクル分析法ではその僅かな分離能力を繰り返し使用することによつて完全分離をすることができる。
- 2) リサイクル分析中は溶媒を消費しない。
- 3) 注入した試料はリサイクル中適度に拡散してくれることから過負荷に注入することができる。このことは分取液体クロマトグラフにはつごうのよい方式であると言える。
- 4) 大きなピークの前後にある小さなピークを分離する場合、大きなピークを初期に除去するとより早く小さなピークを分離することができる。

リサイクル分析の原理

Fig9 - 1 に分離不完全なピークのリサイクル分析法によつて分離したクロマトグラムを示した。リサイクル分析時は次の式が成立するといわれている。リサイクル回数を n 、ピーク幅を W_n 、分離したいピークとピークの間隔を Z_n とすると、

$$Z_n = n \cdot Z_1$$

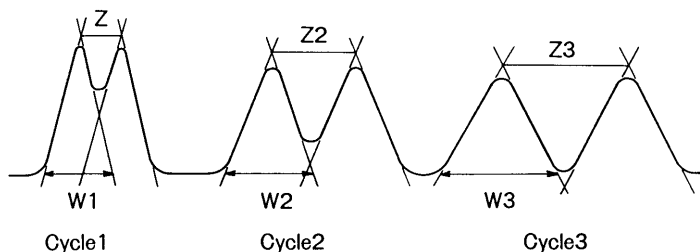
$$W_n = n \cdot W_1$$

分離率を R とすると $R = Z_n / W_n \times 2$

となる。完全分離 ($R=1$) するまで

に必要とするリサイクル回数は

$$n = (2W_1 / Z_1)^2 \text{ となる。}$$

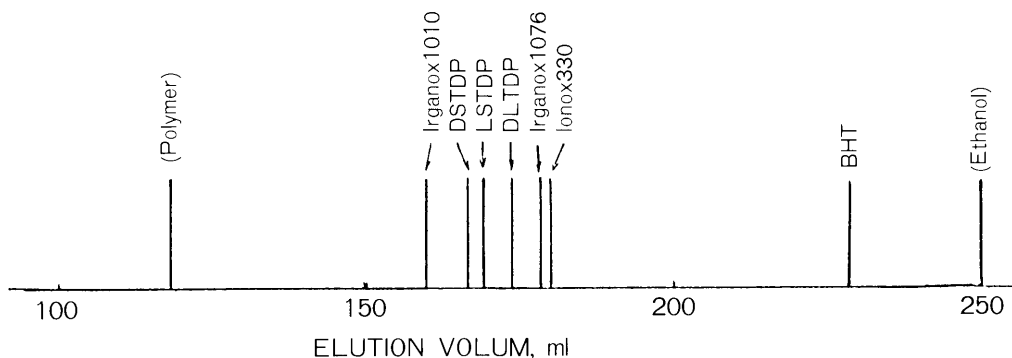


リサイクル分析の重要点

リサイクル分析をいかに回数を少なく短時間でを行うかについてはクロマトグラムのよしあしに依る。一般的に HPLC ではリサイクル分析は不可能な場合が多い。リサイクル分析時はカラム以外の部分は試料ピークが拡散する死容量となる。リサイクル分析が良好にできるかどうかは基本的にはカラムの内容積とカラム以外の部分の内容積の比率であるが、特に試料ピークが拡散する場所はポンプである。ポンプの内容積の大小、その構造のちがひによつて拡散の度合いは異なるが、HPLC 用ポンプの場合ポンプの脈動を小さくする自的でポンプのピストンの本数を 2 本 3 本と増やしたポンプとか試料ピークの拡散が大きくなる脈動防止器を装備した HPLC ではリサイクル分析は不可能である。

プラスチック及びゴム用添加剤のリサイクル分析による分離

代表的な高分子添加剤について流出位置を求めたところ Fig-2 のようになった。



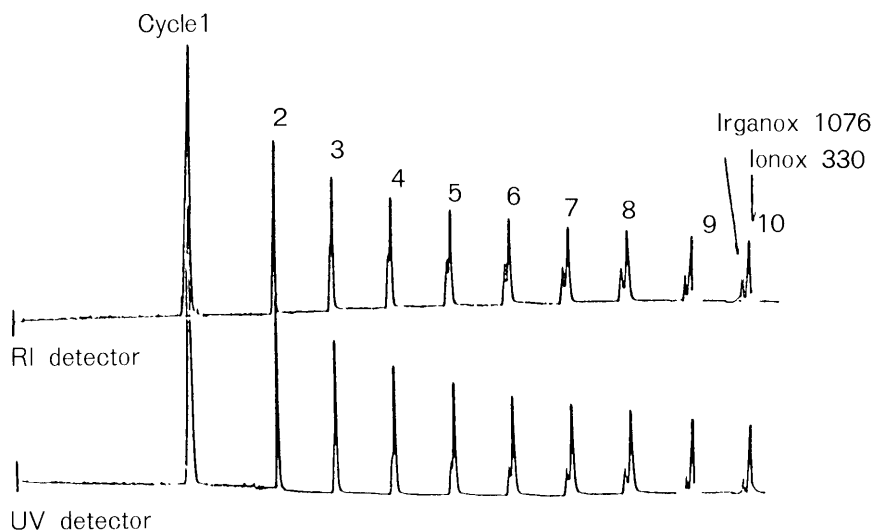
Irganox 1076 と Ionox 330 は流出位置が近接しているのでピークの大部分が重なり合う。そこでリサイクル分析法でその分離を試みた。

1) 分析条件

- ・カラム :JAIGEL-2H(20mm × 600mm 2 本)
- ・溶媒 :クロロホルム
- ・検出器 :RID,UVD
- ・流量 :3.5ml/min
- ・装置 :LC-09

2) 分析

10 回のリサイクル分析によって Irganox 1076 と Ionox 330 を分離することが出来た。



Separation of Irganox 1076 and Ionox 330
by recycling preparative HPLC