

TECHNICAL NEWS

分析技術報

リサイクル分離の自動化実施例

はじめに

分取液体クロマトグラフは適当なカラムと溶媒を選択することで広範囲の化合物を取扱えることから主に化合物の研究に多用されるようになってきている。もつとも液体クロマトグラフではそのカラムの容量と長さが一つの分離限界になっていたが、リサイクルを適用することでその限界が克服され試料精製の範囲が飛躍的に拡大した。ただ、従来の弊社のリサイクル LC は全て手動操作であったため、リサイクルの操作中、装置の側をはなれられない不便があった。これを解決し他の自動機能と組合せることで一層の自動化と省力化をはかったのが LC - 908、LC - 20 型である。

ここではこの LC - 20 型を利用した自動化の例を報告する。

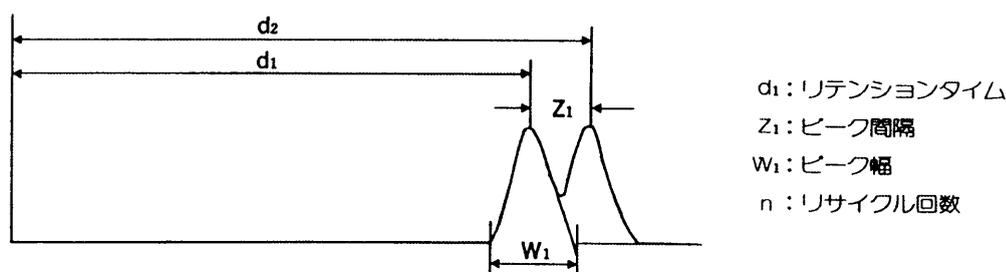
自動化

リピートインジェクタ、オートリサイクラ及びフラクションコレクタはすべて CPU によつて制御されている。分析条件を設定すると、オペレーターは試料をセットするだけで自動的に分取ができる。リピートインジェクタ、オートリサイクラ及びフラクションコレクタは相互に他の機器からのスタート信号によつてスタートできるようになつており、スタート信号を発する機器を MASTER 信号を受けてスタートする機器を“SLAVE”と呼んでいる。この関係を LC - 20、LC - 908 では MASTER - SLAVE のセレクトスイッチを設けて選択している。そのほか手動のインジェクタが MASTER となりフラクションコレクタ、オートリサイクラが SLAVE の場合を選択できる。

MASTER	SLAVE
リピートインジェクタ JRS-86	FC-201 とオートリサイクラJAR-2
フラクションコレクタ FC-201	JRS-86 とオートリサイクラJAR-2
手動インジェクタ .	FC-201 とオートリサイクラJAR-2

JRS-86,FC-201 はいずれも最大 99 試料を注入制御できる。

リサイクル回数とピーク幅及びピークとピークの間隔の関係



d_1 のピークに接するリサイクル対象の d_2 ピークの間隔 Z_1 は n 回目のリサイクルでは次の式になる。

$$W_n = n \times W_1 \quad Z_n = n \times Z_1$$

リサイクル回数の推定

必要なリサイクル回数は次の式になる。

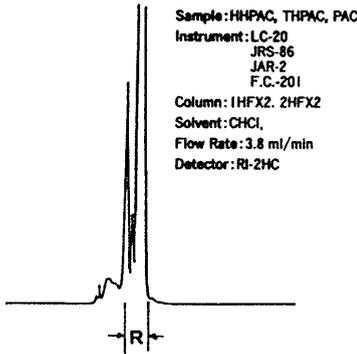
$$n = (W_1/Z_1)^2$$

例えば、ピーク幅 W_1 が 5ml, リテンションタイムの差 Z_1 が 1.5ml の 2 つのピークをリサイクルで分離するために必要な回数は次のようになる。

$$n > 5^2 \div 1.5^2 = 11.1$$

必要なリサイクル回数 n は 12 回である。

リサイクル自動化実施例



左図のクロマトグラムはエポキシ樹脂の硬化剤を分析したときのものである。クロマトグラムの R 間を完全自動化で完全分離したのち分取するには次の装置が必要になる。

リピートインジェクタ : JRS - 86 型

オートリサイクラ : JAR - 2 型

フラクションコレクタ : FC - 201 型

リサイクル分取 HPLC : LC - 20 型

試料注入から分取まで各装置類の設定条件は次のようにすれば良い。リピートインジェクタが “MASTER” でオートリサイクラ及びフラクションコレクタが “SLAVE” の場合である。

装置名	設定する箇所	設定値	備考
リピートインジェクタ (JRS-86)	試料注入時間 (SAMPLING) 次の試料注入までの待時間 (REPEAT INTERVAL) 試料注入回数 (SAMPLE No.)	20秒 220分 2回	注入が 1.3ml 注入される
オートリサイクラ (JAR-2)	リサイクル開始時間 (RECYCLE PERIOD) コレクト開始時間 (COLLECT PERIOD) リサイクル回数 (RECYCLE No.)	54分 64分 2回	リサイクル区間は注入後 54分後から始まり 10分間をリサイクルされる
フラクションコレクタ (FC-201)	分取開始までの待時間	163分	ピークモード分取に設定

試料注入から分取までを図示すると下記のようなになる。

