

高速液体クロマトグラフィー

HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHY

No. L210

分取クロマトグラフィーの応用(その3)

Application of Preparative Liquid Chromatography (No.3)

GPCカラムを用いたオリゴマのリサイクル分離

Recycle Separation of Oligomers on GPC Columns

■LC-6ADを用いたリサイクル分離システム

リサイクル分離の原理については、本ニュースNo.186で案内しておりますが、これを行うには、カラム外での成分バンドの拡散を低減することが必要です。送液ポンプは、容量の小さい並列ダブルプランジャ方式が望ましく(詳細は、LC talk vol.23「TEC」を参照ください)、その点LC-6ADは若干配管を変更すると適切なポンプとなります。リサイクル分取用に適するポンプとしては、LC-8Aもありますが、内容量が相対的に大きいため、セミ分取レベル(流量20ml/min.以下)ではLC-6ADを用いる方が効率がよくなります。

本システム(Fig.1)を用いることにより、GPCにおいてもオリゴマや低分子化合物の分離が有効に行えるようになりますので紹介します。

■スチレンオリゴマのリサイクル分離

市販ポリスチレン分子量マーカ(MW=761, Mw/Mn < 1.15)の分離例をFig.2(裏ページ)に、条件をTable1に示します。

図中↔印の区間をリサイクルしました。分散度が小さいマーカであるにもかかわらず、14以上のピークに分離されることが判ります。なお、屈折計でモニタする場合

Table 1 スチレンオリゴマの分析条件
Analytical Conditions for Styrene Oligomers

Instrument	: LC-6AD Recycle Separation System
Sample	: Molecular Weight Marker of Polystyrene (MW = 761) 1%(w/v) Chloroform Solution × 1ml
Column	: Shim-pack GPC-20025C+2002C+2001C (Each size is 20mmI.D. × 300mmL.)
Mobile Phase	: Chloroform
Flow Rate	: 3ml/min.
Column Temp.	: Room Temperature (28°C)
Detector	: SPD-6A 254nm 0.04AUFS (0.1mmL. Cell) RID-6A 128 × 10 ⁻⁶ RIUFS (Temp. off)

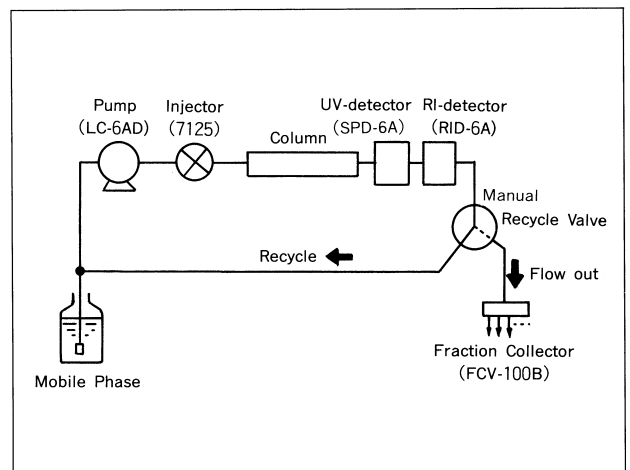


Fig.1 リサイクル分離システム流路図
Flow Diagram for Recycle Separation

合は、試料溶媒のゴーストピーク(図中 ➡ 印)が出現します。このため、2回目に溶出する目的成分が重ならないように、リサイクルを行わないときと比べてやや大きめのポアサイズを選択する必要があります。

■トリトンX-100のリサイクル分離

トリトンX-100の分離例をFig.3(裏ページ)に、条件をTable2に示します。リサイクル6回後は、15以上のピークに分離されることが判ります。

Table 2 トリトンX-100の分析条件
Analytical Conditions for Triton X-100

Instrument	: LC-6AD Recycle Separation System
Sample	: Triton X-100 1%(w/v) THF Solution × 1ml
Column	: Shim-pack GPC-20025+2002+2001 (Each size is 20mmI.D. × 300mmL.)
Mobile Phase	: THF
Flow Rate	: 3ml/min.
Column Temp.	: Room Temperature (25°C)
Detector	: SPD-6A 275nm 0.08AUFS (0.5mmL. Cell)

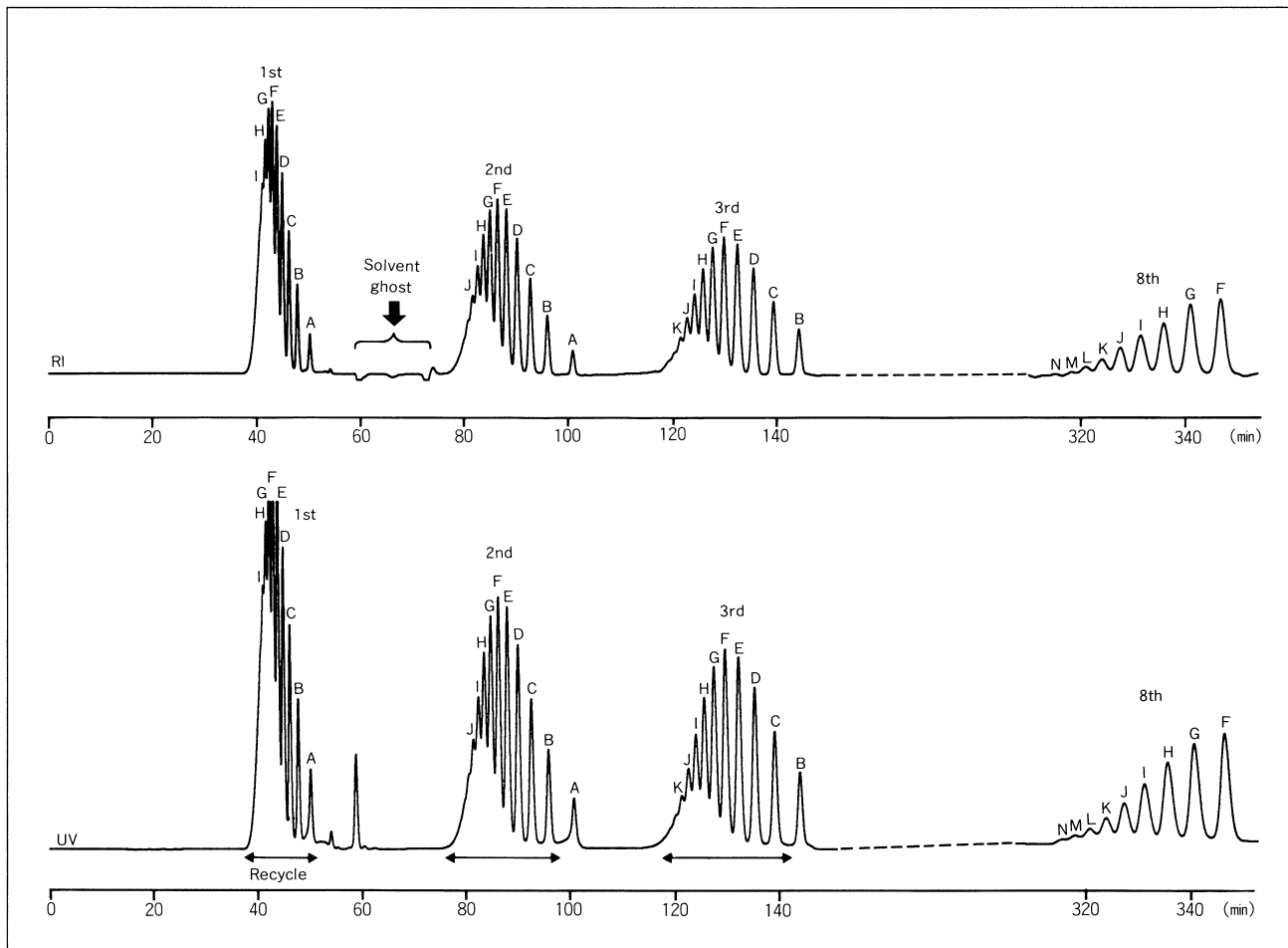


Fig.2 スチレンオリゴマの分離例
Recycle Chromatogram of Styrene Oligomers

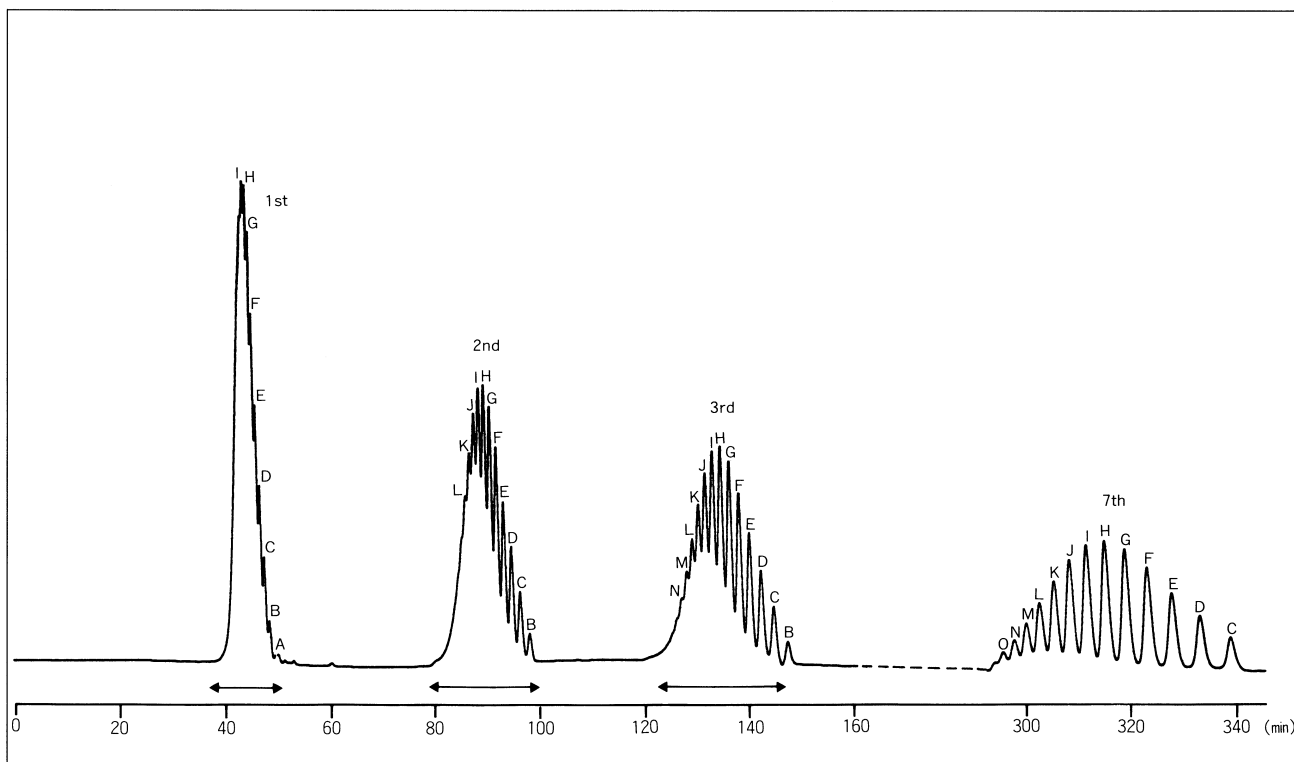


Fig.3 トリトンX-100の分離例
Recycle Chromatogram of Triton X-100

初版発行：1990年10月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津分析コールセンター

☎ 0120-131691(携帯電話不可)
● 携帯電話専用番号(075)813-1691

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制Web Solutions Navigatorで閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制Webの閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。