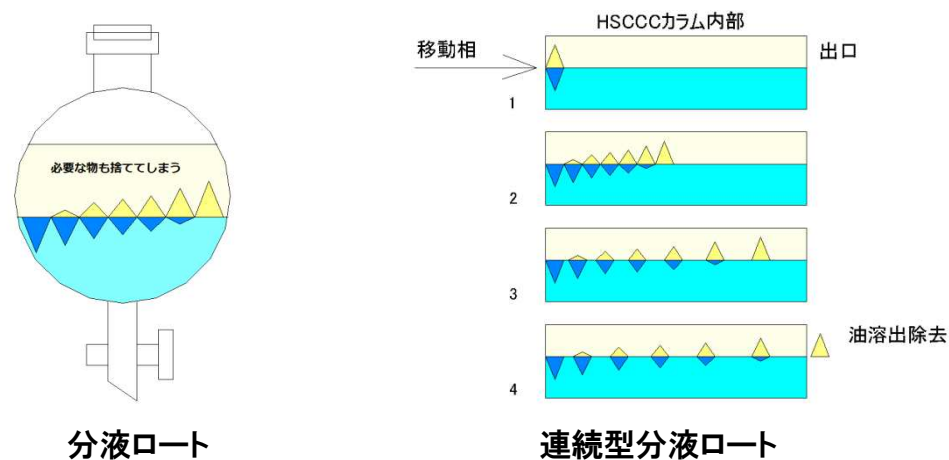


高速向流クロマトグラフ応用例 2015.10.7

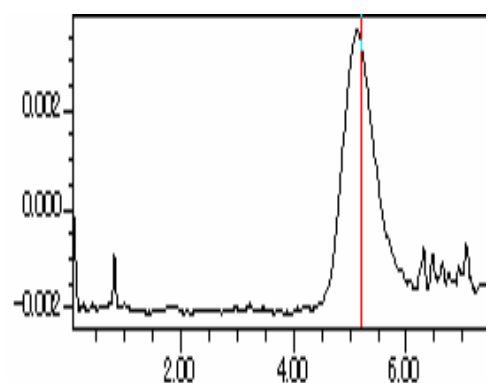
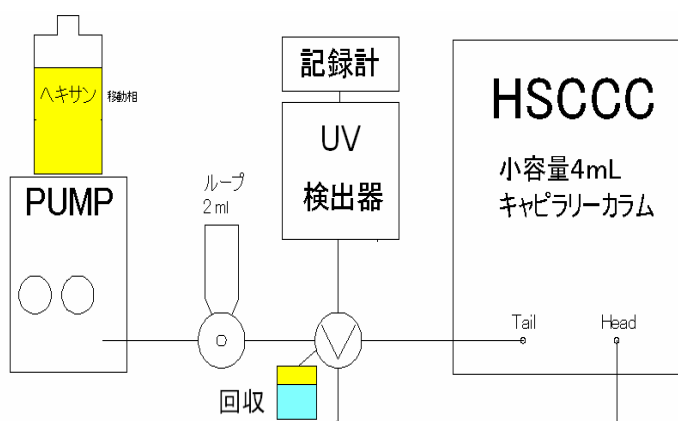
高速向流クロマトグラフ (HSCCC) を用いた精製と分液ロート精製の比較

分液ロートは二層溶媒を使用し目的物とその他の物を分ける手法である。しかし目的物も廃棄側に分配してしまう事がある為、この時点で回収率の低下を招く HSCCC (連続分液ロート) を使用すると、分配係数の順に溶出する為、目的物が単離精製できる。今回の実験では下層中の牛脂が 1/20 に低減でき精製のクオリティーも勝る。固体充填剤を使用しない分離法であり目的物はどこかで 100%回収できる利点を有する。

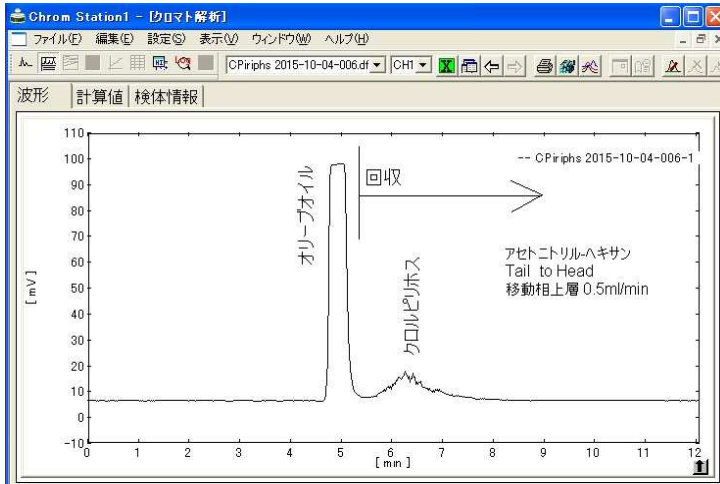
分配の異なる 7 成分のイメージ図



牛脂中の Amprolium (医薬品) の精製、脂除去を HSCCC を用いて行なった。
サンプルは牛脂適当量、Amprolium 0.02g/100ml アセトニトリル 95%水 5%で調整
分液ロート精製はサンプルに等量のヘキサンを加え攪拌静置し下層を検体とした。
サンプルセット先に装置全体をアセトニトリル飽和ヘキサンで満し、サンプルを 2 ml ループ内にセットしヘキサン (PUMP) で HSCCC カラム内に送り込む
運転開始 HSCCC 1200RPM Tail to Head 送液 0.5ml/min
牛脂の溶出確認後 (6分) サンプルをヘキサンで押し出し回収する。
HSCCC はチューブ式連続分液ロート、カラムの内径長さで容量分離能の調整が可能



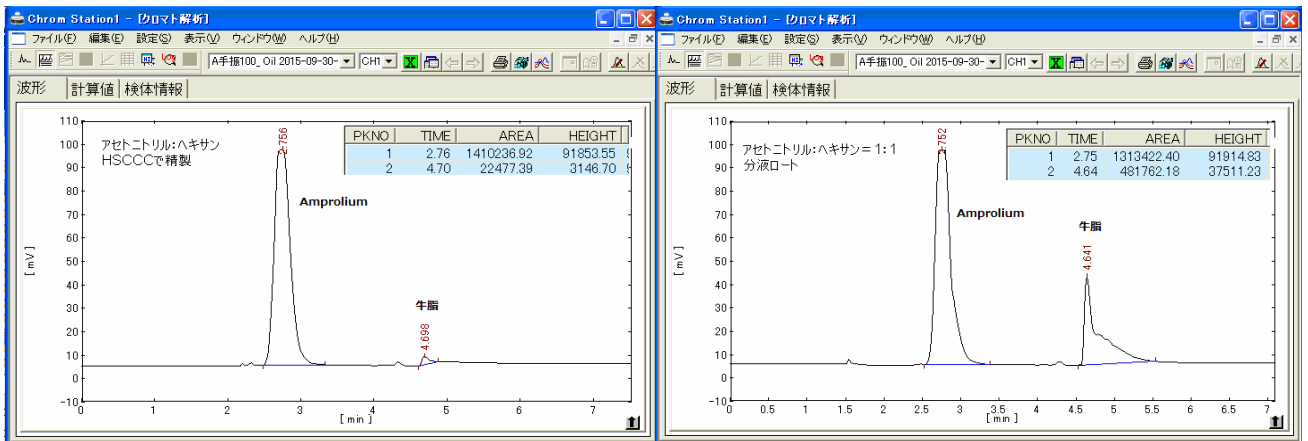
牛脂溶出確認クロマトグラム



分離例 2

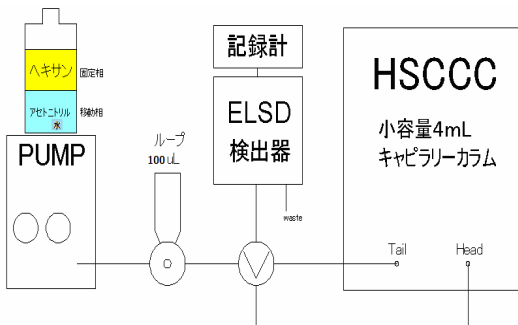
オリーブオイル中の クロルピリホスの分離 (Chlorpyrifos LogPow: 5.27)
 固定相 アセトニトリル
 移動相 ヘキサン
 回転数 1200RPM
 カラム容量 4m l
 インジェクション 100uL
 移動相 0.5ml/min

極性物質と無極性物質(牛脂)の同時定量



HSCCCで精製

分液ロート精製



システム(定量)構成図

HSCCC 精製することで牛脂を 20 分の 1 に低減することができた。さらに牛脂だけ取り除く事が可能であり、他の目的物（一斉分析等での）の回収率改善が期待できる。

HSCCC を用いて極性物質と無極性物質の同時定量が可能
 ヘキサン固定相で逆相分配クロマトグラムを得た後、反転溶出する事で注入した物質をすべて同一クロマトで確認できる特長を有する。