

カラムスイッチングHPLCによる フラン樹脂中のホルムアルデヒド分析

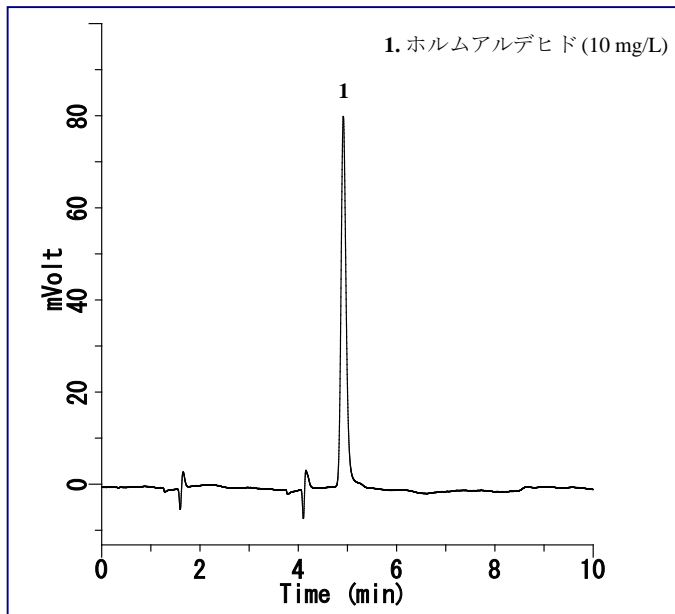
フラン樹脂には原料となるホルムアルデヒド、フルフリルアルコール、チオ尿素などが含まれています。

フラン樹脂中の低濃度のホルムアルデヒドを分析する場合、フルフリルアルコールなど高濃度で含まれる他の成分が妨害し定量性が得られなかったり、分析時間が長くなるといった問題がありました。

今回は、保持特性の異なる逆相クロマトグラフィー用カラム(C18とC30) 2本とカラムスイッチングHPLC法を組み合わせ、ホルムアルデヒドと夾雑成分を分離し分析時間を短縮しました。さらに、アセチルアセトンによるポストカラム誘導体化法を組み合わせることで感度良く分析することができましたのでご報告いたします。

(K.Kanno)

ホルムアルデヒド標準品分析例 (アセチルアセトン誘導体化)

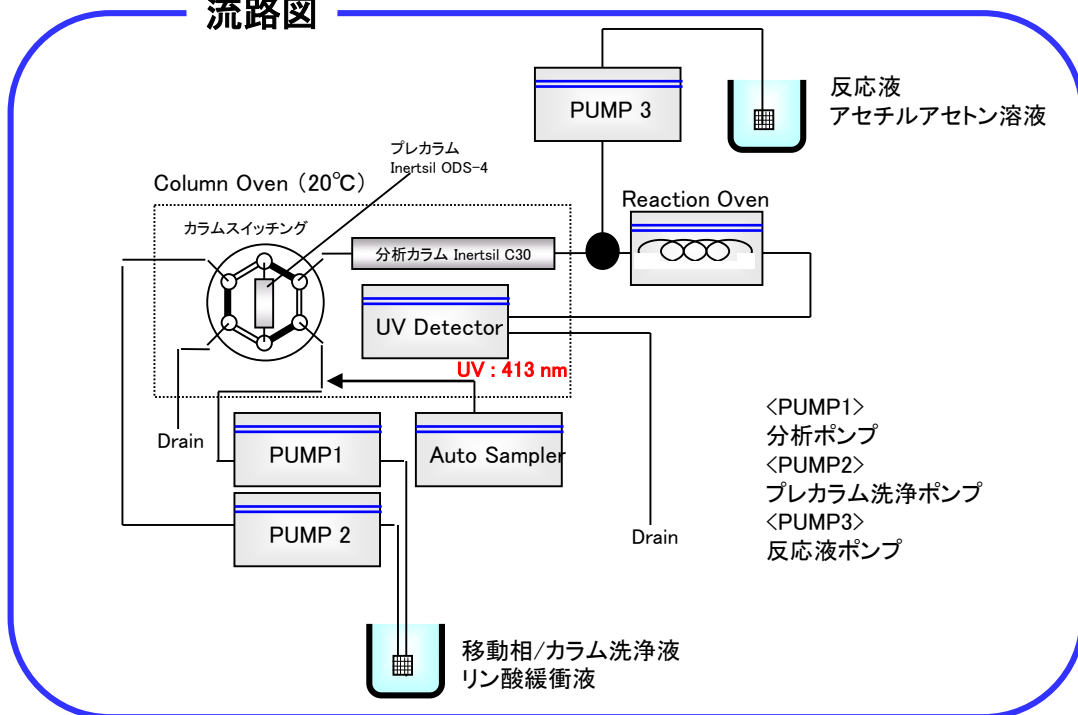


HPLC条件

システム	: LC800 HPLC System
分析カラム	: Inertsil C30 S-Select (5 μ m, 250 x 4.6 mm I.D.)
プレカラム	: Inertsil ODS-4 (5 μ m, 50 x 4.6 mm I.D.)
溶離液	: リン酸緩衝液
反応液	: アセチルアセトン溶液
流量	: 1.0 mL/min
カラム温度	: 20 $^{\circ}$ C
検出	: UV 413 nm
注入量	: 10 μ L

※その他の条件につきましては、カスタマーサポートセンターまでお問い合わせください。

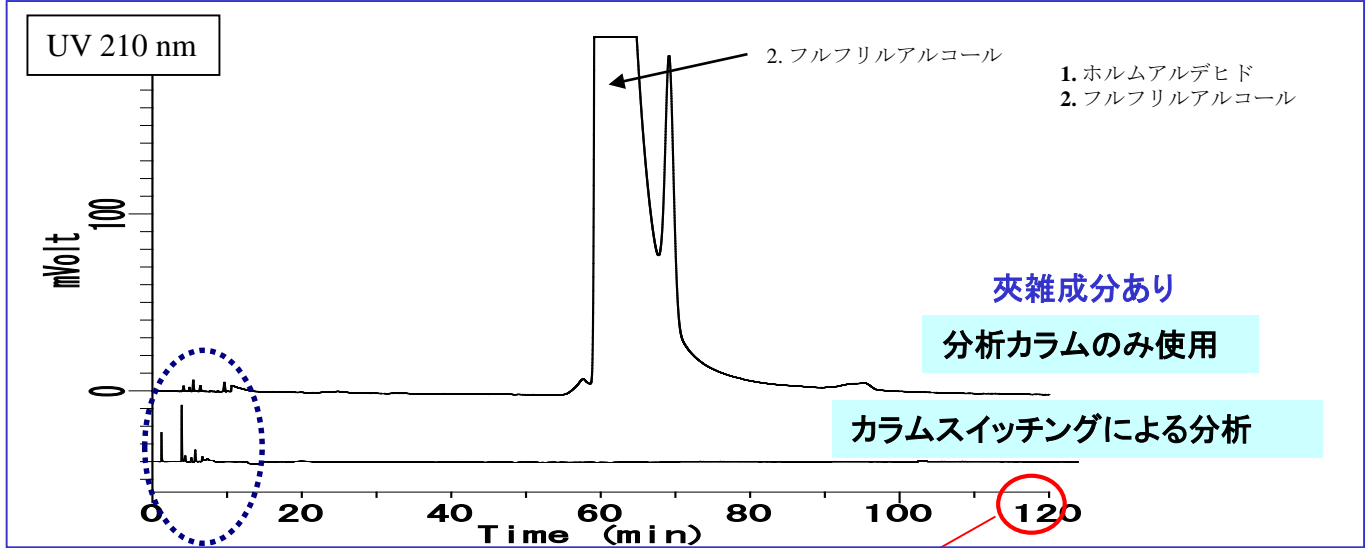
流路図



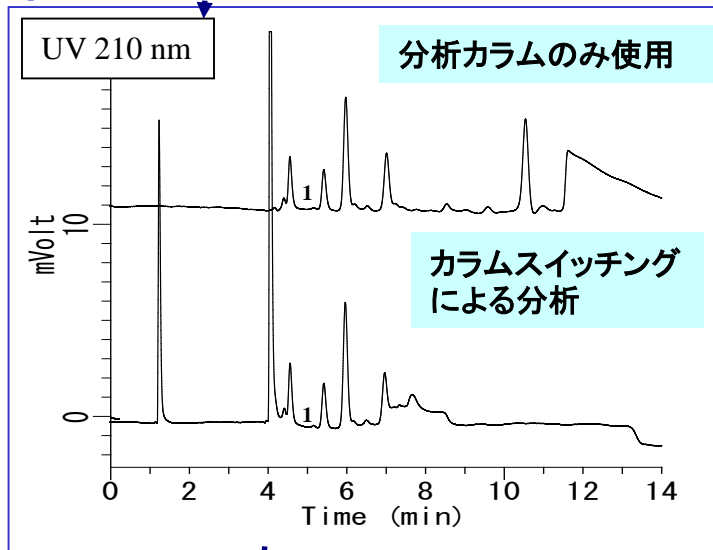
フuran樹脂中のホルムアルデヒド分析例

フuran樹脂1.0 gをアセトニトリル/水=1/1(v/v)溶液に溶かし100 mLにしたものをサンプルとしました。

① カラムスイッチングの効果



② 拡大



1分析120分から10分に短縮

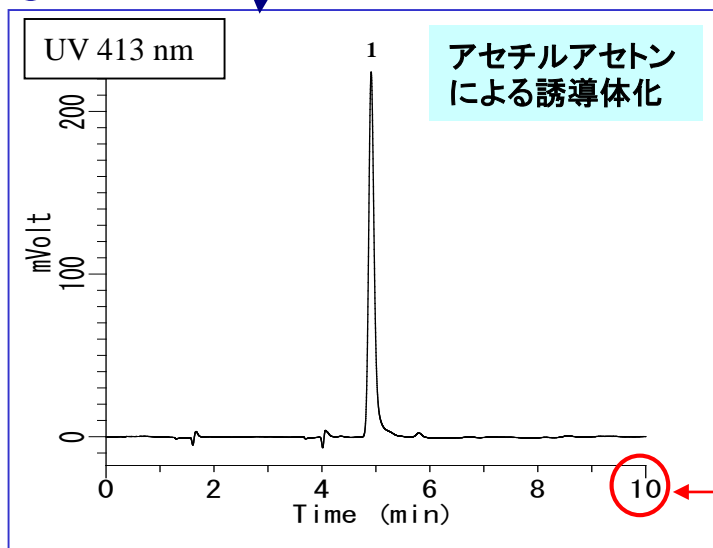
① カラムスイッチングの効果

カラムスイッチングをすることで約60分から100分にかけて溶出するフルフルルアルコールなどの夾雑成分を取り除くことができます。

② 拡大

①の0分から14分までを拡大しました。カラムスイッチングをすることで、約10分以降の夾雑成分も取り除くことができます。また、カラムによりホルムアルデヒドと夾雑成分は良好に分離できていますが、ホルムアルデヒドはUV吸収がないため十分な感度を得られず検出することができません。

③ 高感度化



③ 高感度化

カラムスイッチングで夾雑成分を取り除いた後、カラム分離したホルムアルデヒドをアセチルアセトンによる誘導体化をすることで、UV 413 nmにおいて高感度で検出することができます。

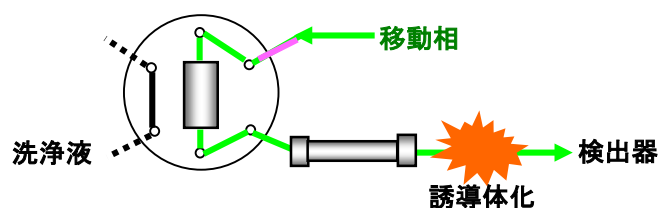
カラムスイッチング分析のしくみ

バルブ切換時間の検討終了後、カラムスイッチング分析を行います。ここでは試料の挙動を中心に示します。

① 試料注入

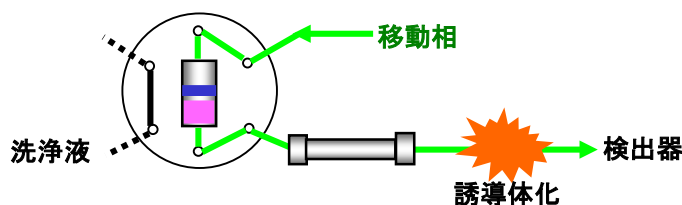
試料(■)を注入します。

この時、洗浄液は停止または低速で送液しておきます。



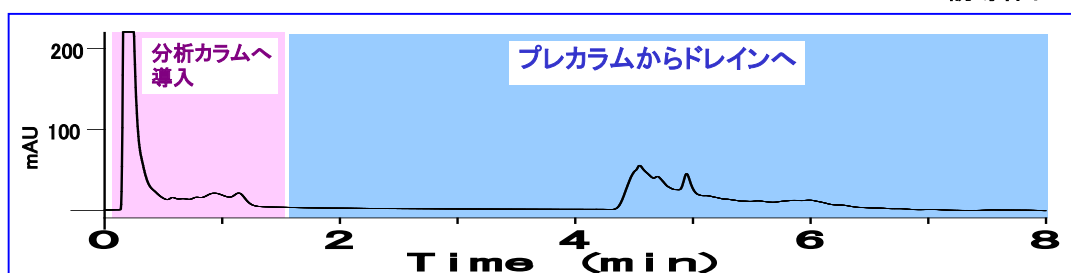
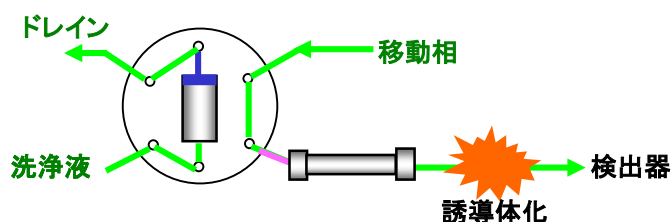
② プレカラム分離

プレカラムに入った試料(■)は、保持の強い夾雑成分(■)と分離します。



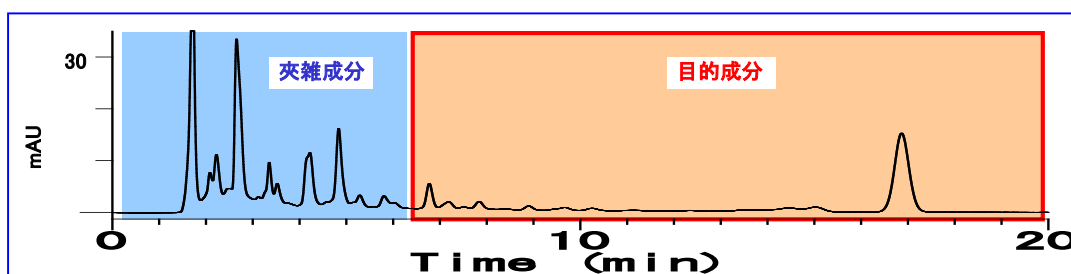
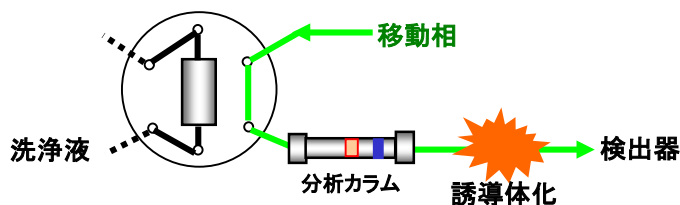
③ バルブ切り換え

スイッチングバルブが切り換わり、プレカラムに残った夾雑成分(■)を洗浄液でバックフラッシュし、排出します。



④ 目的成分の溶出

分析カラムに入った試料は、さらに夾雑成分(■)と目的成分(■)に分離します。



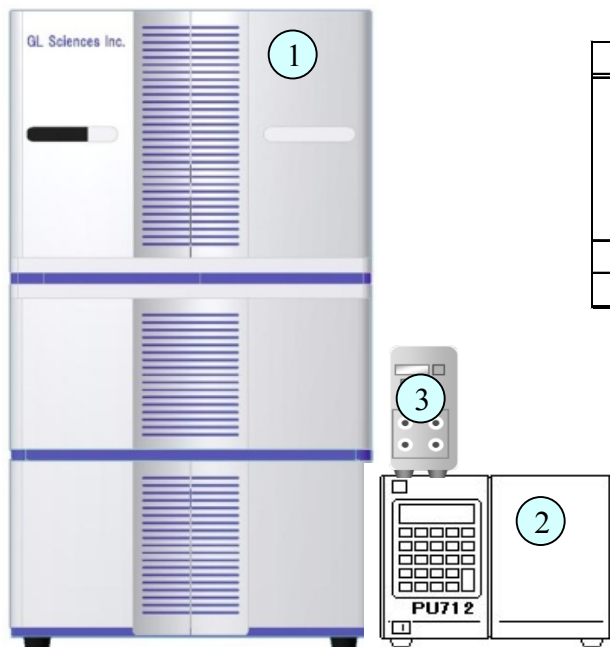
ソフトウェア

LC800はカラムスイッチングバルブの切換や洗浄液の送液を自動化することが可能です。

ソフトウェアの装置条件にて、分析ポンプ、洗浄ポンプ、反応ポンプの設定が可能です。さらに、カラムスイッチング用の6方バルブ切換もソフトウェアで設定することができます。



HPLC装置



番号	品名	型番
1	UV検出器	LC800
	ポンプ(分析用)	
	ポンプ(洗浄用)	
	オートサンプラー オープン	
2	ポンプ(反応液用)	PU712
3	反応ユニット	Reactor 523

分析カラム:

Inertsil C30 S-Select 5μm, 250 × 4.6 mm I.D.

Cat.No. 5020-17037

プレカラム:

Inertsil ODS-4 5μm, 50 × 4.6 mm I.D.

Cat.No. 5020-03942



ジエールサイエンス株式会社

〒163-1130 東京都新宿区西新宿 6-22-1 新宿スクエアタワー 30F
TEL.03-5323-6611 FAX.03-5323-6622

※各試験法は、変更される場合がありますので、分析の前に確認されることをお薦めします。

データに起因し、直接的または間接的に生じたいかなる損害に対しましては、当社が責任をおうものではありません。また、記載事項につきましては、予告無しに改訂する場合がありますので、あらかじめご了承ください。

カスタマーサポートセンターでは、ノウハウのご提供と分析に関するフォローを行なっております。お困りの際には、カスタマーサポートセンターまでお気軽にお問い合わせください。

カスタマーサポートセンター (土・日・祝除く 9:00-17:00)

☎ 04-2934-1100 ✉ info@glsc.co.jp



【アプリケーションの検索はこちら】

https://www.glsc.co.jp/technique/app/app_search.html