

GPC 簡易操作マニュアル

(詳しい使い方や流速などの変更の仕方は装置マニュアルを参考すること)

Special thanks to : Dr. Sueki

[使用前に処理・チェックしておくこと]

・使用するクロロホルムが十分であるかどうか。足りなければ、適宜フィルターを使つてろ過。

※ この GPC はクロロホルムのみが使用可能。

(安定化剤にアミレンを含むものは不可。エタノールを安定化剤として含むものを使うこと。)

・分離したい混合物をクロロホルムに溶解させ、メンブレンフィルターを使つてろ過し、サンプルを調製。

(不溶成分などが存在すると、装置内で目詰まりが発生し、圧力が高くなり、故障の原因となる。)

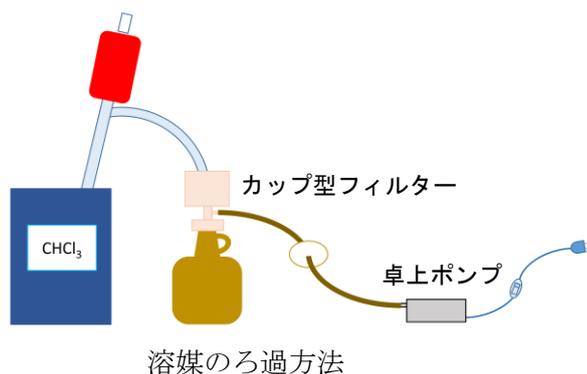
※ 反応性の高い化合物・塩基性の強い化合物は不可。

・推奨される分離したい化合物の最大量：300 mg

(これ以上入れるとカラムに対して、量が多いので分かれにくい。)

最大溶媒量：3 mL

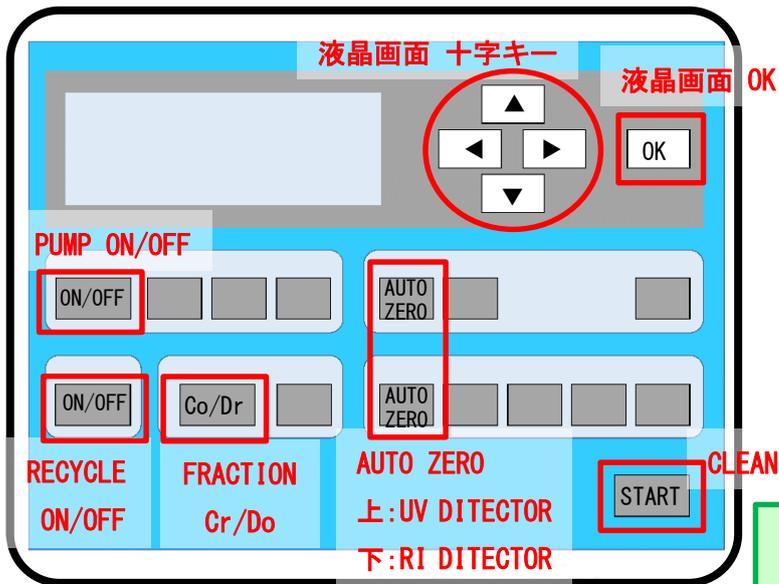
(これ以上を装置に導入しても、サンプルループの容量の関係で捨てられてしまう。)



[装置の予約]

GPC 横のカレンダーに名前 (当該日 1 人目の場合は時間も) を記入し、予約する。

[各種ボタン・バルブの配置]



マニュアルインジェクタバルブ
INJECT / LOAD
(サンプルループに流すか否かの制御)



カラムリジェクトバルブ
COLUMN / REJECT
(カラムを通すか否かの制御)



ポンプドレインバルブ
COLUMN / DRAIN
(廃液に流すか否かの制御)

[装置起動～CLEAN UP、安定化まで]

1. 装置左側面の電源を入れる。しばらくすると、装置前面の液晶が表示され、15 秒程度で立ち上がるので、少し待つ。
2. 装置前面にある「CLEAN UP」の「START」ボタンを押す。この時、**ポンプが稼動していないことを確認。**
(以下、液晶画面に指示が表示されるので、それに従えばよい。)
3. 装置中央部のポンプドレインバルブを「**COLUMN**」から「**DRAIN**」へ回す。十字キーの「▼」を押す。
4. クロロホルムが 200 mL 以上あるかどうかを尋ねられる。問題がなければ、十字キーの「▼」を押す。
5. 装置右上のマニュアルインジェクタバルブの位置を「**LOAD**」から「**INJECT**」に動かし、十字キーの「▼」を押す。
6. 装置右下のカラムリジェクトバルブの位置を「**CONNECT**」から「**REJECT**」に動かし、十字キーの「▼」を押す。
7. 「OK」ボタンを押す。すると CLEAN UP が開始される。行程の 50%が終わり「ピピッ」という電子音が鳴るまで、しばらく待つ。
8. 装置中央部のポンプドレインバルブを「**DRAIN**」から「**COLUMN**」へ回し、「OK」ボタンを押す。
残りの CLEAN UP 工程が完了し、再度「ピピッ」という電子音が鳴るまで待つ。
9. カラムリジェクトバルブの位置を「**REJECT**」から「**CONNECT**」に動かし、十字キーの「▼」を押す。
その後、「OK」ボタンを押して、CLEAN UP 終了。
10. 装置上の PC を立ち上げ、プログラム「JDS-100」を起動。
※ パスワード： gouseigousei
11. JDS-100 を起動させたら、画面上部の「停止中」をクリックして、「フリーラン」にする。
(これで GPC の検出器 (UV&RI) を監視)
12. GPC 装置前面の「PUMP」の「ON/OFF」ボタンを押し、ポンプを稼動させる。検出器の安定化のため、5～10 分程度溶媒を流す。
(クロマトグラムが平衡化したら、終了)

[試料導入～リサイクルまで]

1. 装置前面の「UV DETECTOR」および「RI DETECTOR」の「AUTOZERO」ボタンを押す。
2. クロロホルムに溶解させた試料を専用のガラスシリンジで吸引し、**シリンジ内の空気をきちんと抜く。**
(カラムに気泡が入ると故障の原因になる。)
3. 装置右上のマニュアルインジェクタバルブにシリンジを挿し、シリンジが突き当たるまで入れる。
4. マニュアルインジェクタバルブを「**INJECT**」から「**LOAD**」に上げる。
5. シリンジを押して、ゆっくり試料を導入する。
※ 注意：必ずマニュアルインジェクタバルブの位置が「LOAD」になっていることを確認すること
6. シリンジを挿したまま、マニュアルインジェクタバルブを「**LOAD**」から「**INJECT**」に下げる。
(GPC 内に試料溶液が導入される。この時、JDS-100 ではマニュアルインジェクタバルブと連動しており、「フリーラン」から「分析中」に表示が変わる。)
7. ニードルポートを専用のプラスチック製シリンジを使って、3 mL 程度のクロロホルムで洗浄する。
8. 1 分程度経ったら、マニュアルインジェクタバルブを「**INJECT**」から「**LOAD**」に上げ、「**RECYCLE**」ボタンを押す。
(溶媒のリサイクルと試料のカラム内循環がスタートする。)
9. 使用ノートに**日付・開始時間・氏名・おおよそのサンプル量(重さ)・サンプル導入時の初期圧力**を記載する。
流速などを変えた場合には備考欄にコメントする。

[試料の採取時]

1. 試料のピークがスタートし始めたら、「FRACTION」の「Co/Dr」を一度押す。装置の流路差を考慮しているため、しばらくするとサイホンボックス内のフラクションノズルから試料溶液が流出するので、ナスフラスコなどで受ける。

2. 採り終わるときは、「FRACTION」の「Co/Dr」を一度押す。先ほどと同様に、装置の流路差を考慮しているので、しばらくすると採取がストップする。

- ※ 注意：この操作の後にはドレイン(廃棄)の方に繋がれるので、まだ他に分離をしたいピークがあり、その後引き続きリサイクルをしたい場合には、すぐ「RECYCLE」ボタンを押すこと。
次のピークをすぐに取りたい場合は「Co/Dr」を2回押すこと。
(一度止まり、すぐに採取が再開されるので、受けるナスフラスコを手早く交換する。)

3. 次の使用者のために、装置内に残っている不純物などのピークをすべて捨てる。

- ※ 注意：自分の使用が終わり、次に使用する予定の人がいる場合には、洗浄終了後「RECYCLE」の状態にしておく。

[装置終了時]

精製したいサンプルも含め、不純物などのピークを流し終えたら、**その際の圧力を確認し、終了時間と併せて使用ノートに記入。**その後、ポンプを止め、「CLEAN UP」を行う。

1. 装置前面にある「CLEAN UP」の「START」ボタンを押す。この時、**ポンプが稼動していないことを確認。**

2. 装置中央部のポンプドレインバルブを「COLUMN」から「DRAIN」へ回す。十字キーの「▼」を押す。

3. クロロホルムが 200 mL 以上あるかどうかを尋ねられる。問題がなければ、十字キーの「▼」を押す。

4. 装置右上のマニュアルインジェクタバルブの位置を「LOAD」から「INJECT」に動かし、十字キーの「▼」を押す。

5. 装置右下のカラムリジェクトバルブの位置を「CONNECT」から「REJECT」に動かし、十字キーの「▼」を押す。

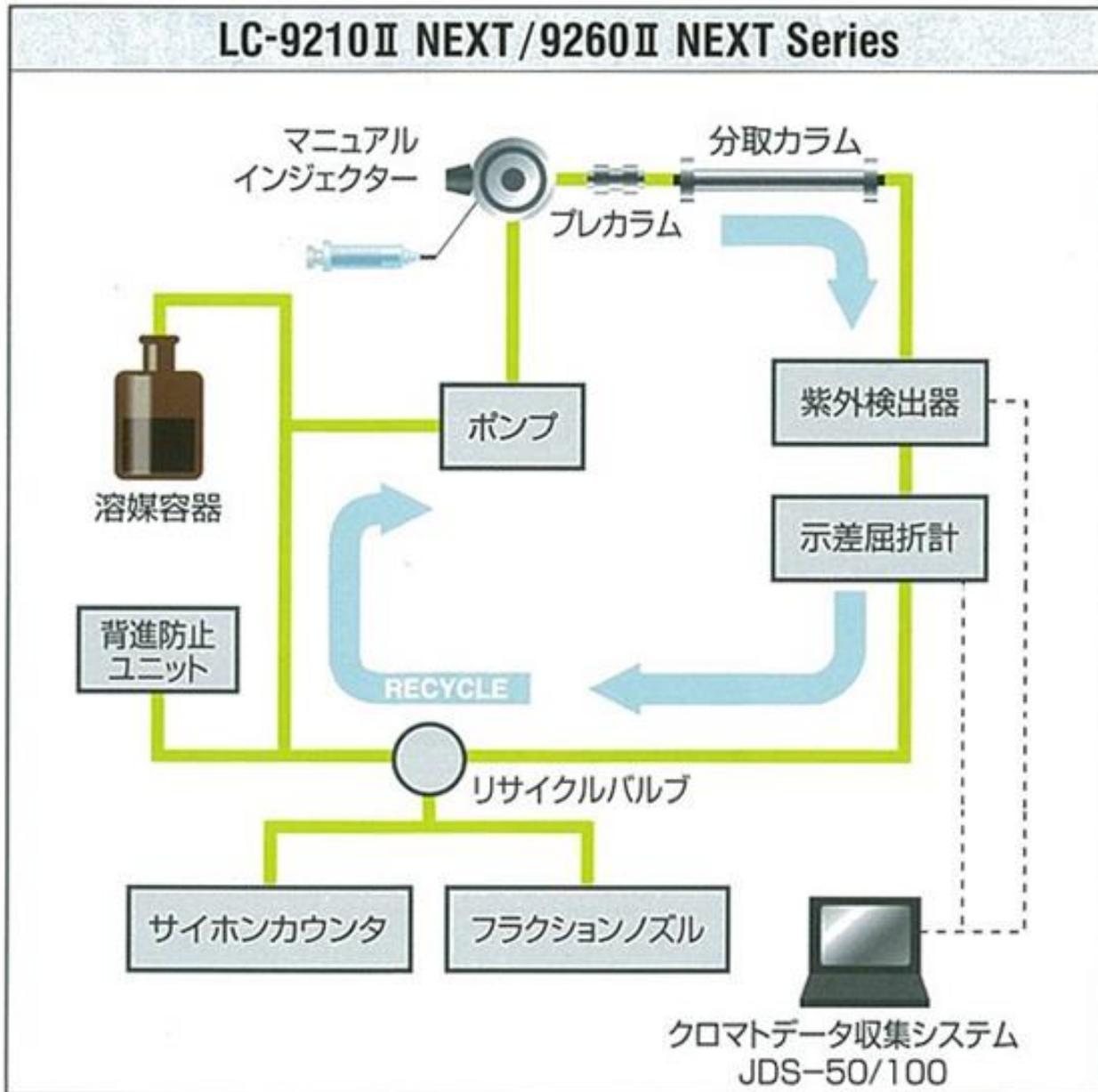
6. 「OK」ボタンを押す。すると CLEAN UP が開始される。行程の 50%が終わり「ピピッ」という電子音が鳴るまで、しばらく待つ。

7. 装置中央部のポンプドレインバルブを「DRAIN」から「COLUMN」へ回し、「OK」ボタンを押す。
残りの CLEAN UP 工程が完了し、再度「ピピッ」という電子音が鳴るまで待つ。

8. カラムリジェクトバルブの位置を「REJECT」から「CONNECT」に動かし、十字キーの「▼」を押す。
その後、「OK」ボタンを押して、CLEAN UP 終了。その後、装置横の電源スイッチを切る。

9. JDS-100 を終了し、PC をシャットダウンして終了。

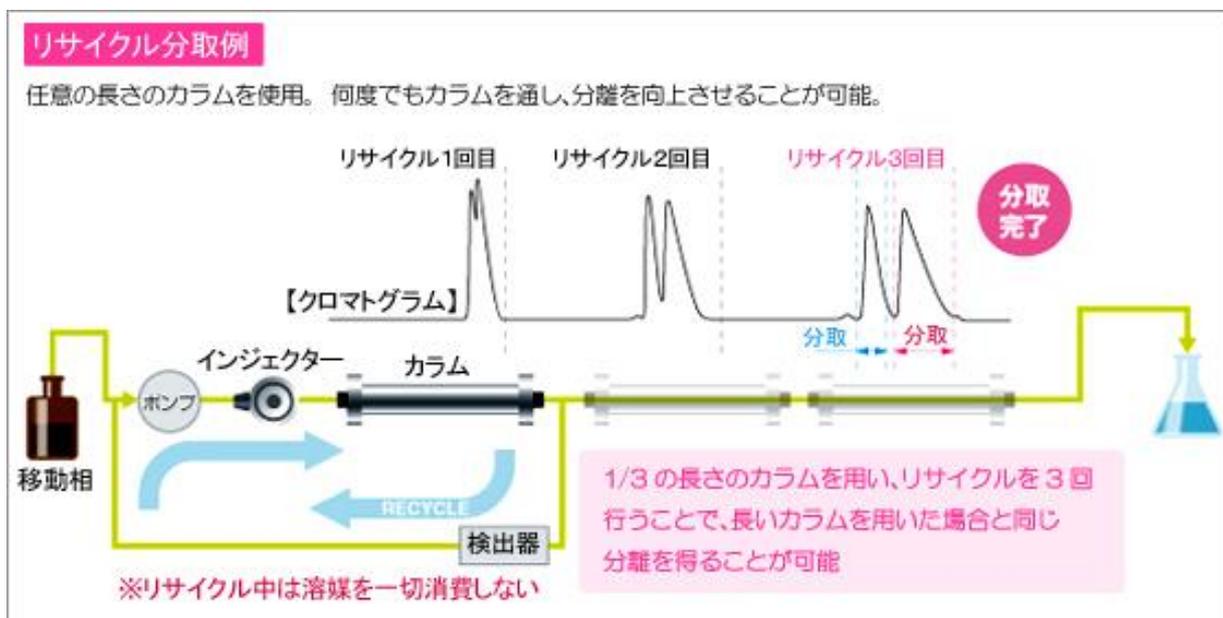
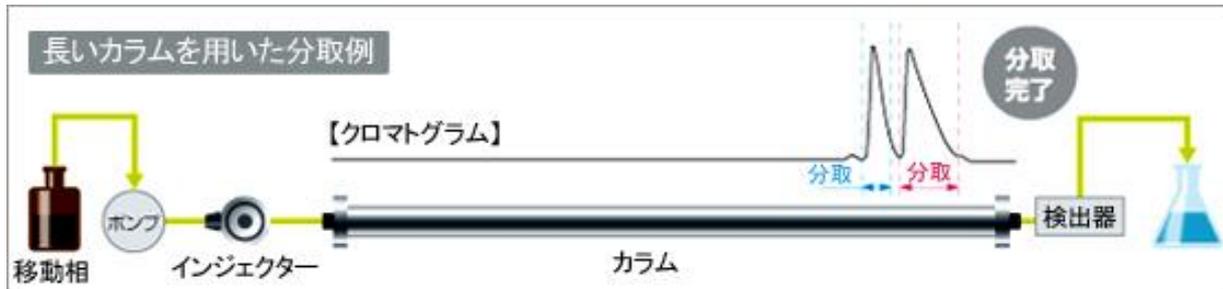
[流路図]



出展 : <http://www.jai.co.jp/products/hplc/LC-92nx.html>

[リサイクル分取 HPLC とは]

分取 HPLC において、より良い分離を得るためには、カラムの長さが一つの鍵となります。カラムの負荷圧力の問題により、カラムの長さには制限が生まれます。そこで、リサイクル法を用いることで、カラムから溶出した分離不十分な成分を、何度もカラムを通すことにより、実際には長いカラムを使用したことと同等となり、高分離能を得ることができます。また、リサイクル中は溶媒を一切消費しない為、効率的に分離能力を向上させる究極の分離・分取手段です。



リサイクル分取のメリット

1. カラム購入費の節減
2. リサイクル中は、一切溶媒液を消費せずコストパフォーマンスに優れ、環境にもやさしい
3. 任意の長さのカラムを用い、リサイクルする事で疑似的に長いカラムを通したのと同じ分離を得られる

長いカラム

1. カラム購入費の負担増
2. 溶媒液消費量の増加
3. カラム圧力の上昇→現実的には不可能

[消耗品一覧]

各消耗品の次回利用者が困らないよう、早めの注文・報告にご協力下さい。

・溶媒

※ 残り1回のろ過量を下回ったら **1 缶注文**

備考欄に **GPC 用**であること、**5 階に直接お持ちいただきたい旨**を明記

和光純薬工業『クロロホルム, 試薬特級 JIS Special Grade』(製品番号 : 036-02607)

・溶媒用フィルター

※ フィルターの目詰まりを感じたら **GPC 係に報告** (係が適宜発注します)

MERCK MILLIPORE『Millicup-FH, 0.45 μ m, 疎水性, PTFE, 非滅菌』(カタログ番号 : SJFHM4710)

・サンプル用メンブレンフィルター

※ 最後の1箱を開封したら、**GPC 係に報告** (係が適宜発注します)

Whatman『SYLINGE FILTER, 13 mm, 0.45 μ m, 100 個入』(型番 : 6788-1304)