

LC-CollectIR

高性能 LC/GPC-FTIR インターフェースシステム



LC-CollectIRは、高効率で HPLC 及び GPC からの移動相を取り込み、ゲルマニウム(Ge)ディスクへサンプルを付着し、FTIR(またはラマン)での測定が容易に出来るインターフェースシステムです。

移動相の影響を受けず分離成分の赤外スペクトルを得ることが出来ます。LC-CollectIR システムは クロマトグラフィーの分離と分光測定とのインターフェースで、混合物の分離と各成分の簡単に迅速な構造解析、分子量分布における、共重合体の組成変化等の研究に最適です。時間とコストもかかる分取法と比べ、時間の短縮とコストの削減が可能です。

システムは、試料採取モジュール、光学モジュールとコントローラーから構成されます。

LC-CollectIRはオンラインではありませんが、Geディスクに付着したサンプルをFT-IRで連続測定することで、オンラインと同じような赤外領域でのケミグラム(赤外 クロマトチャート)が測定できます。

分取されたゲルマニウムディスクは保存が可能で、何度でも再測定を行うことができます。

MALDI/TOF-MS や熱分解 GPC-MS に使用できるタイプも用意されています。

LC-CollectIR の測定の流れ

LC または GPCの廃液を試料採取モジュールに接続し、専用ノズルを通して移動相を除去し、溶質のみを Ge ディスクに付着させます。次に、サンプルがデポジットされたゲルマニウムディスクをFTIR やラマン分光器に取り付けた光学モジュールにセットし、連続測定をすることで中赤外領域でのケミグラムを溶媒の影響を受けることなく取得できます。ラマンにも使用可能です。

応用:

- ・混合物の分離と各成分の簡単に迅速な構造解析
- ・分子量分布における、共重合体の組成変化
- ・微細構造解析および樹脂の混合系の判別
- ・樹脂の末端や内部構造の推定

特徴:

- ・オンライン測定と同じようなケミグラムが得られます
- ・FTIR により試料の分子の官能基の情報が得られます
- ・既存の FTIR と GPC・HPLC に取り付け可能です
- ・LC の移動相の溶媒を取り除くので、溶媒のピークの影響を受けずにスペクトル測定が可能
- ・自動化されたデータ測定と操作

熱分解 GC-MS 用インターフェース



熱分解GC/MS 用分取
アタッチメント

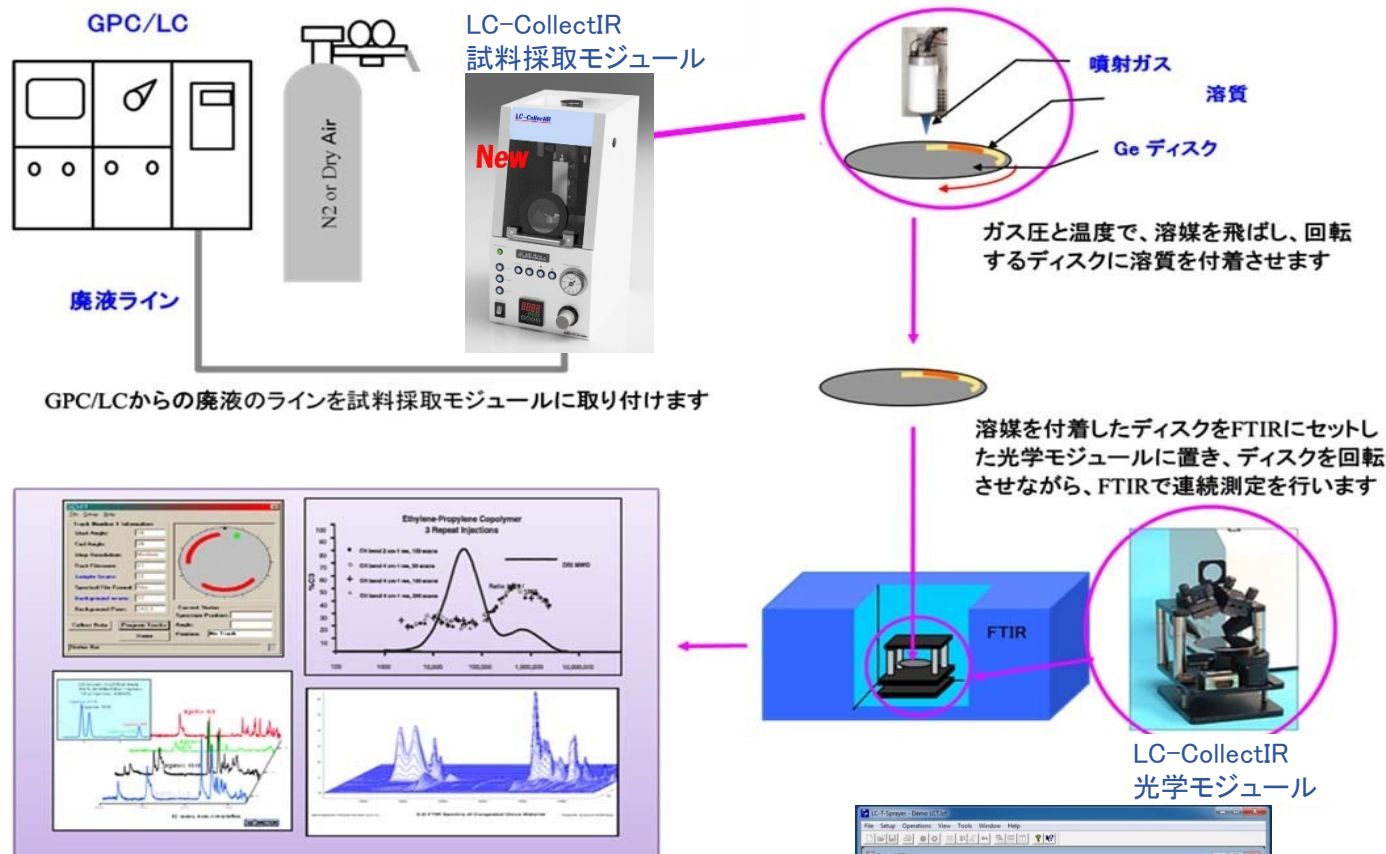
FTIR 用の Ge プレートの替わりに、熱分解 GC-MS用のサンプルカップを取り付けられるオプションのディスクと、ディスクの回転をステップで行えるソフトウェアを開発いたしました。

これにより、GPCのフラクションを熱分解装置用サンプルカップに効率よく捕集し、GPC- PGC- MS システムとして利用する事が可能です。

FTIR, Raman 、熱分解 GC-MS、MALDI-TOFMS

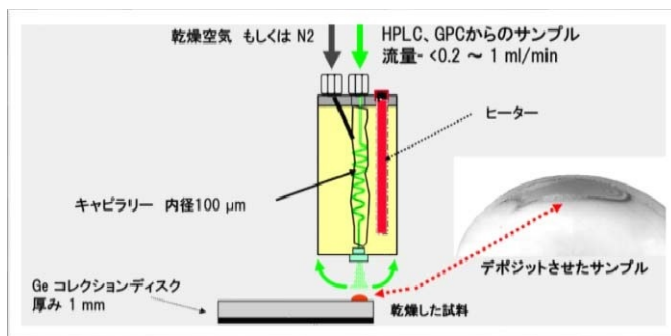
分離と分析を結びつけたこれらハイフネート・テクニックにより、複合した化合物より特徴と構造がわかる単独のスペクトルにし、分子構造情報を得ることが出来ます。LC や GPC クロマトグラフを FTIR, Raman 、熱分解 GC-MS 、MALDI にインターフェースし、液体—サンプリング・デポジット—分光測定が途切れることなく連続で行えます。

LC-CollectIR の測定の流れ



LC-CollectIR 試料採取モジュール

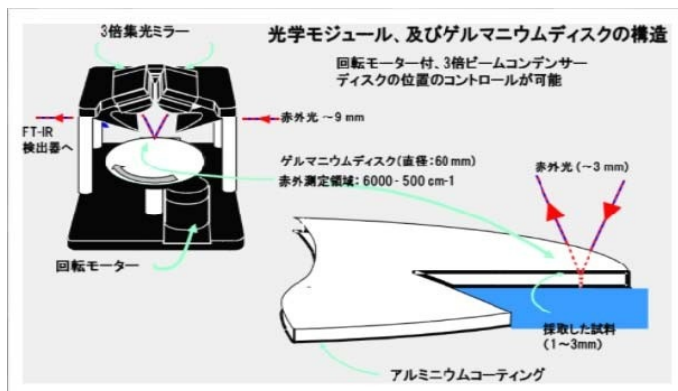
試料採取モジュールには LC/GPC システムから直接接続します。



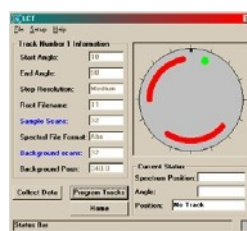
このモジュールで移動相に合わせた加熱温度、ガスフローの圧力、コレクションディスクの回転速度などを設定し、移動層の速やかな蒸発と Ge ディスクへのデポジットを行います。試料採取モジュールは新しい設計の(特許申請中) HTX スプレーノズルを搭載し、高いフローレートでの使用が可能になり処理容量のアップと蒸発スピード向上を実現しました。これにより移動相への熱伝導の高効率化が図られ、より良いサンプルの Ge ディスクへのデポジット(付着)が可能となりました。専用のソフトウェアは、ウィンドウから測定のパラメーターを簡単に設定が出来ます。またパラメーターを保存ができ、同条件での測定を簡単に再現可能です。

LC-CollectIR 光学モジュールとコントローラー

LC-CollectIRの光学モジュールはコンパクトで、ほとんどの FTIR の試料室に取り付けることが可能です。



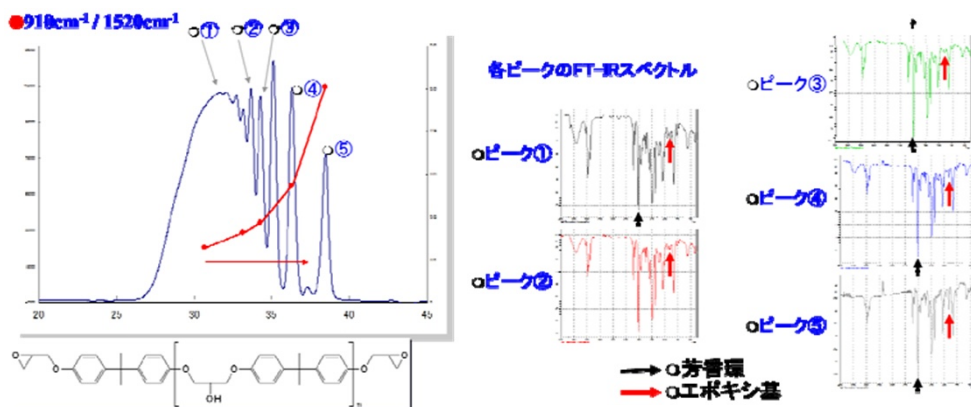
ディスクの回転をコントロールし、ケミグラムが得られます。Ge ディスクは下部に アルミがコートされサンプルは透過スペクトルとして得られます。



専用のソフトウェアとコントローラーにより、光学モジュールとFTIRを連動させ操作することが出来ます

アプリケーション例:

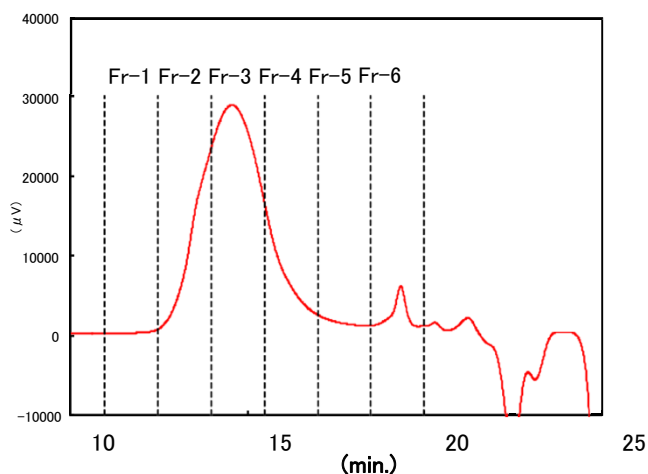
◆BPA 型エポキシ樹脂の FTIR による組成分析



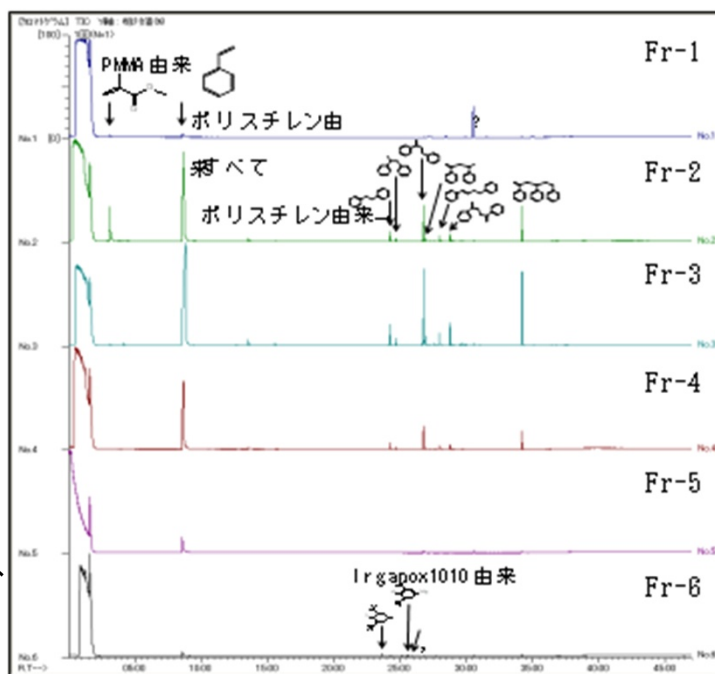
LC-CollectIR の利用することにより、GPC の各成分の赤外スペクトルを得ることが出来ます。右は得られたスペクトルからエポキシ樹脂の芳香環とエポキシ基 910/1520cm⁻¹ の比を計算することで、各分子量分布における成分比の分析が行えました。

◆熱分解 GC-MS インターフェースとしての利用

2種類のポリマーと添加剤の混合物の分取と各フラクションのGPC-熱分解GC-MS による分析



左は RI 検出器によるクロマトグラムを示します。(点線は分取フラクション間隔を表します)



RI 検出器によるクロマトグラム (点線は分取フラクション間隔)

各フラクションの熱分解 GC/MS 測定結果とマススペクトルより推測された構造を示した右図より、ポリスチレン は Fr-3 をピークトップとして全体に検出され、PMMA は Fr-2 をピークトップにFr-1~3 で検出され、Irganox1010 はFr-6 のみに見られました。各成分の GPC 分取を行う ことにより、2種類のポリマーと添加剤混合物中の各成分の定性分析を行うことが出来ます。試料中に各5%しか配合されていないPMMAや Irganox1010も、1回の分取で熱分解GC/MSにより分析が可能です。

各分取フラクションの熱分解 GC/MS 結果

仕様

スプレーノズル流量:	50 ~ 1000 μL/min
シースガス:	窒素または乾燥空気 5~15 L/min, 30psi
サンプリングディスク:	ゲルマニウムディスク(再使用可能)
電力:	入力 100-240 V, 5.4 Amp, 60-50 Hz: 24V DC
排気ポート:	3インチ(ファン付)
試料採取モジュールサイズ:	41 x 38 x 33cm, 18kg
光学モジュール:	FTIR用マウント付

ORDERING INFORMATION

LC-CollectIR-System	LC-CollectIR システム
	試料採取モジュール(スプレーイングブース)、ロータリー光学モジュール
	LC-CollectIR コントロールソフトウェア、スイッチングバルブ、フロースプリッター
LC-CollectIR-AlignDisk	Ge(1mm) キャリブレーションアラメントディスク
LC-CollectIR-GeDisk5	Ge(1mm) ディスク (5枚セット)
LC-CollectIR-GeDisk1	Ge(1mm) ディスク