

ノート

ろ紙クロマトグラフの変型使用による微量成分の分離

桑田信一郎，松本弘二

1. はじめに

有機調製品の微量成分を分離して、その定性に必要な量を得ることは、骨の折れる仕事である。試料の種々な條件に於いて、適した臨機応変の操作が要求される。

筆者らは、日常の分析より得たろ紙クロマトグラフィーの変型使用という面で、その工夫を経験的に検討し、まとめて見た。

2. 適用域

ガスクロ等を活用不可能な高沸点液体試料及び固体試料の微量成分の分離、ただし溶剤の選定は他のクロマト操作の場合と同様に重要である。

3. 原理と方法

試料を適当な揮発性溶媒に溶かし、その溶液中にろ紙の下端をひたし、Fig. 1 のように、上部が大気開放された円筒容器の中で、ろ紙に液を上昇させる。容器内では溶媒の蒸気圧は上開放部に近づくにつれて小さくなり、ろ紙上より溶媒が蒸発し、各成分の飽和点で停止、又は析出する。溶媒は限界線に至り停止する。連続的に上昇して来る試料液は、成分毎に或る線で止まる。多量の主成分程ろ紙上に析出状態となり、微量成分はその上、或は下に分離してにじみ出る。分離体は適当に切り取り抽出する。呈色の必要な場合は常法

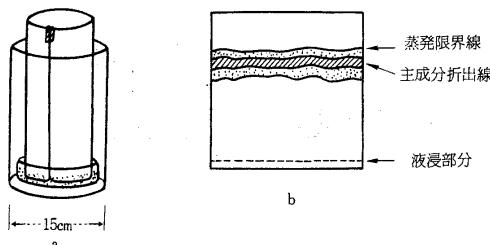


Fig.1

により適当な試薬を端の部分で行ないその位置を知る。この方法には、次のような応用法が考えられた。

3・1 蒸気圧調節法

Fig. 2 のように、上部程通風まどの広い透明ブ

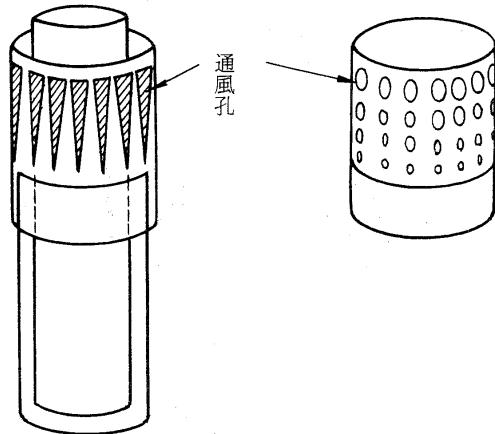


Fig.2

ラスチック製のカバーを取付けると、蒸発限界線附近の蒸気圧減少カーブがゆるやかになり、成分線の分離がよくなるはずである。

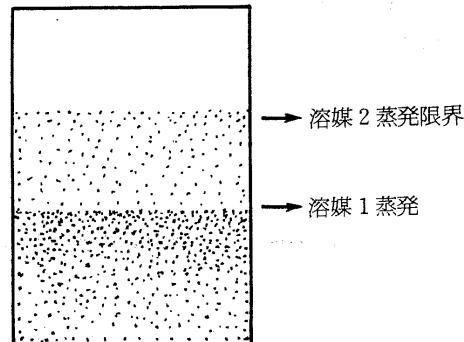


Fig.3

3・2 混合溶媒法

沸点の異なる溶媒を混合して使用すると, Fig.3 に示したように, ろ紙上各部の溶媒濃度の違った條件で, 成分線が得られる。

3・3 再度クロマト法

成分線相互の分離の悪いときは, 直ちにろ紙の下部を切りはなして, 溶媒のみを用いて(場合により溶媒を変えることも可)再クロマトを行なう。

3・4 会合法

Fig. 4a, b に示したように, 片方のろ紙端より溶液と試料を上昇させ, ろ紙の反対側より適当な溶媒を上昇させると, 試料液と第 2 の溶媒との上昇前線は, 中央でその濃度を低めながら会合することになる。試料成分中のあるものは第 2 の溶媒により押し下げられ

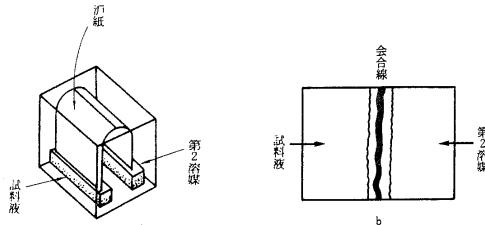


Fig.4

るか, 第 2 溶媒によっては, 更に拡散的に前進する。この場合は, 会合点における蒸気圧は適当に調節される必要がある。

4. 実験用具

一般用のろ紙クロマト用のものすべて間に合う。第 2 図の様なアダプターは手製のものを使用した。ただろ紙は, 厚手の吸収性の大きい大量処理に適したものの, 例えば東洋クロマトグラフろ紙 No.527 のようなものを用いるのがよい。

5. 実験例

5・1 P-Phenyl rose anilin の微量成分の分離

クロマト用ろ紙の適当な大きさのものを, Fig.1 に示したように円筒形にして, 試料を 10%メタノール溶液とし, 全量を 50ml とした場合, 試料 5g を処理出来ることになる。微量成分 1%として, 50mg の抽出

量となる。前述の操作で得たクロマト図は Fig.5 に示した。

(試料は濃青色の粉末)

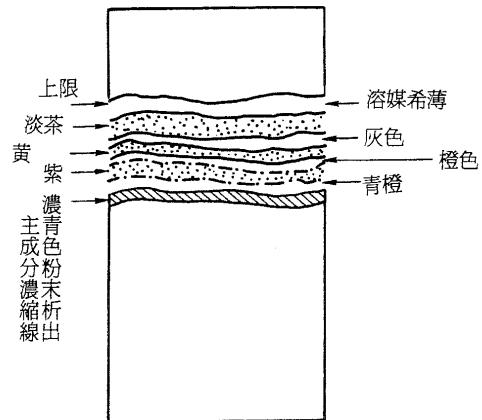


Fig.5

5・2 総合感冒剤(麻薬被疑物)

溶剤 クロロホルム + 四塩化炭素(1:1)

試料 5%溶液 50ml

分離帯 灰褐色, 黄褐色, 淡黄色等の分離帯が前例と同様なしまとなり分離。マレイン酸クロロフェニラミン (IRS にて同定) 約 0.5% が得られた。

5・3 Buquinolate の不純分の分離

構造は, Ethyl-6,7-diisobutoxy 4-hydroxy-quinolin-3carboxylate と云われるが少し着色してある。これを 10%Ethyl acetate 液として, 本法を行なうと, Fig.6.a. に示すような接近した成分線が得られ, 次にベンゼンで再クロマトを行なうと, b のような, より分離のよい逆転線が得られる。この混在分を分離すると, IRS で, 遊離酸及酸化物と認められた。

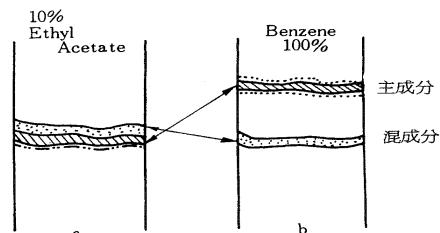


Fig.6

ノート ろ紙クロマトグラフの変型使用による微量成分の分離

6 . 注意

気温の変化により蒸発限界線が上下し、気流の有無、強さも変動の原因となることがある。2・4で説明した会合法による場合は、会合線の調節には通気量の調節が必要である。試料が高沸点液体の場合は、試料そのものがどこまでも上昇してしまうので、第2溶媒を適当に選んだ会合法が適するだろう。溶媒の選定が適当であることは、通常のクロマトと同様に大切な要件である。先づ予試験として、色々の溶媒に試料を溶かし、溶解度の大きすぎるものは避ける。

7 . 参考書

本法のために、特に参考とした文献はないが、一般

のクロマトグラフィー基礎操作は、次の文献を参照した。

化学実験操作法 縦編()	緒方章ら
植物成分分析法(上)	山口一孝
クロマトグラフィー	桑田 智

8 . おわりに

本法は、ろ過等をやっている時に、よくろ紙辺で見られる現象を応用したもので、全く経験的なものであるが、きわめて簡単な操作で、有効な結果が得られ易い。みなさまの参考の一助になれば幸である。

おわりに本稿作成にあたり神戸税関阿部統括分析官の御協力を得たことを深謝する。

Separation of Small Quantity Component by Varied Paper Chromatography

Shinichiro KUWATA, Hirozi MATUMOTO

Kobe Customs Laboratory
6-chome, Ikuta-ku, Kobe-shi.

Received Dce. 14. 1970