

【有望技術紹介 No25】

日本分析工業株式会社（JAI）は、「リサイクル分取液体クロマトグラフ」を開発した。「目的の化合物は合成されているが、不純物との混じり合いにより目的のものが取り出せない。」これは合成科学分野ではよく聞かれる言葉。この課題解決技術が「リサイクル分取液体クロマトグラフ」である。

企業名	 日本分析工業株式会社 Japan Analytical Industry Co., Ltd.		
主力事業	リサイクル分取液体クロマトグラフの製造販売		
所在地	〒190-1213 東京都西多摩郡瑞穂町武蔵 208		
TEL	042-557-2331	URL	http://www.jai.co.jp/
資本金	7,500万円	従業員数	26名

【本技術の概要】

液体クロマトグラフ（HPLC）法は有機物の分離手段の中で最も優れた分離手段とされており、通常のカラム（カラム、内径 2.1~4.5 mm）で微量試料（1 mg 以下）の試料の分離に適しており、化合物の定性・定量分析を行うことができる技術である。

混合物の分離能力を示す尺度として一般的に理論段数が使われている。代表的な蒸留法は、理論段数が 80 段であるのに対して、HPLC 法では 20,000 段以上で、約 250 倍の分離能力があるとされている。ところが、HPLC 法ではカラムの処理能力を超える試料量（たとえば、10 mg 程度）を分離する場合は、蒸留法よりも劣る分離能力となってしまう。

JAI では、HPLC 法の高い分離能力に着目し、通常のカラムの一万倍（10 g）の試料を注入しても分離能力が低下しない「リサイクル分取液体クロマトグラフ」（R 分取 HPLC）の開発・製造を行っている。販売中である R-分取 HPLC、同用のカラム及び原理図を図 1~図 3 に示す。図 3 に示す主要部品は本体内に収納されており、分取カラムは本体外設置となっている。



図 1 R-分取 HPLC（本体）



図 2 分取カラム（内径 40 mm）

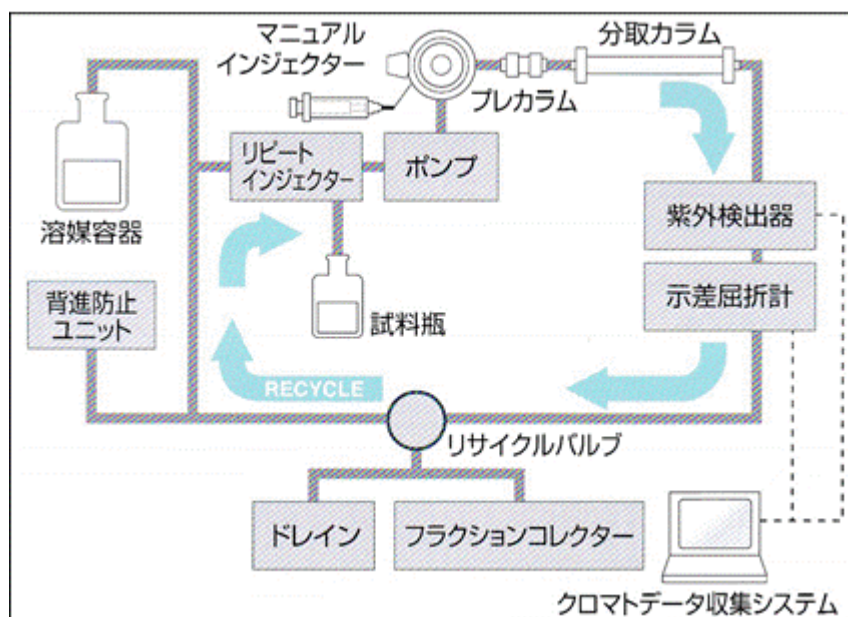


図 3 R-分取 HPLC の原理図

【有望技術紹介 No25】

これらの部品のうち、次の諸点を克服することで分離能力を低下させないで R 分取 HPLC を完成させることができた。

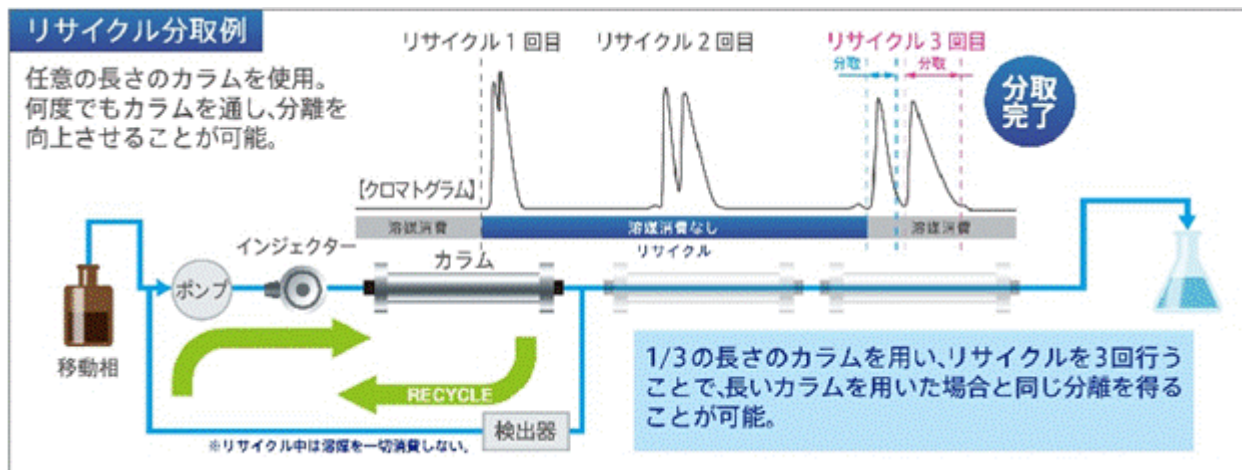
- ✓リサイクル機構（図 3 の水色矢印部分）
- ✓ポンプ（図 3）
- ✓背進防止ユニット（図 3、当社特許第 4359553 号）
- ✓分取カラム（図 2 の GPC カラム）

【本技術の特徴】

R 分取 HPLC は、短い分取カラムを使って繰り返し溶離液を通液する方法（世界で初めて商品化）で、次の特徴がある。

- ① 分離能力の向上：装置内の拡散を防止し、分離はリサイクルを重ねて分離能力が向上する。
- ② 運転コストの低減化：短い分取カラム（1～2本）で高理論段分離ができ、その上、リサイクル時には溶媒を消費しないので、運転コストの低減化が実現した。
- ③ 装置の保守：分取カラム2本でも、カラム入口圧は 8 MPa 以下と低く、装置に負担をかけないことから、故障が少なく装置の保守が容易になった。
- ④ 背進防止ユニット：リサイクル中の背進が防止されるので、常に装置流路をクリーンに保てる。

【従来】



【本技術の応用事例・想定用途】

■本技術の応用事例

優れた導電性材料とされている CPDT-Me₃Sn の合成を行うと、開環したものや異性体が多量に合成され、純度の高いものが得られなかった。このことから、R 分取 HPLC に粗試料 500 mg を導入して分離精製を行ったところ、図 4 に示す分取クロマトグラムが得られた。

第3サイクルで目的の CPDT-Me₃Sn を 62%採取でき、かつ、不純物 38%を除去することができ、目的の化合物の純度を 98%まで向上させることができた。

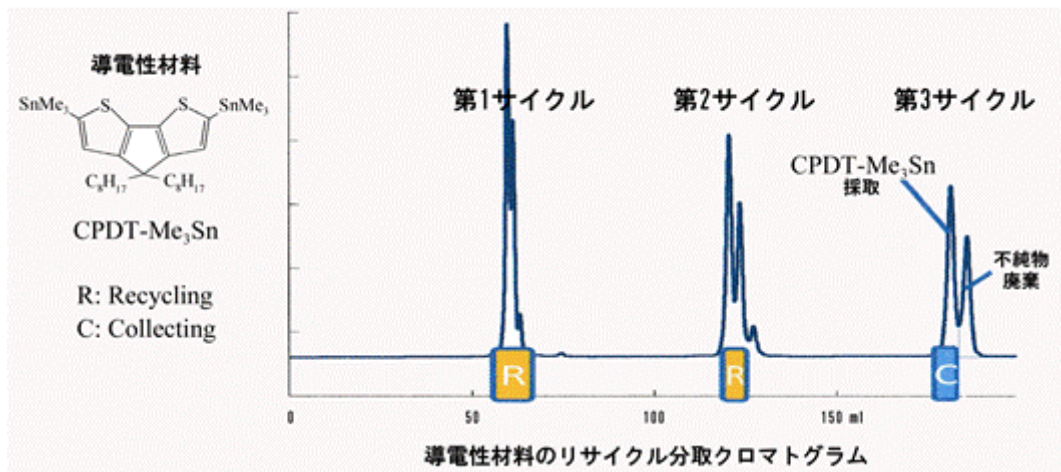


図4 導電性材料 (CPDT-Me₃Sn) の分離精製

■想定用途

現在、R 分取 HPLC の販売先は大学や、企業の基礎研究分野向けに販売実績がある。代表的なカラム構成は、内径 20 mm～40 mm の分取カラムが主流で、一回の試料導入量は 100 mg～4 g 程度。また、既に企業の製造プラント向けに内径 100 mm～300 mm の分取カラムを装備した R 分取 HPLC の販売実績もある。現在は基礎研究段階での需要が主だが、今後、企業内での研究段階が進むことから製造プラント段階へと移行拡大するものと JAI では考えている。

専門家による目利きコメント

不純物を生成させないで目的の化合物を効率的に合成するための触媒研究が盛んであるが、この研究にも限界があり、高純度品を得るには分離技術に頼らざるを得ない。当該有望技術であるリサイクル分取 HPLC 法を分離技術のひとつとして取り入れることで、不純物を含まない高純度の化学品が得られる。また、この分離技術にはリサイクル中は溶媒を消費しないで分離が進行するなど、他社にない優位性を備えており、今後、機能性材料開発や GMP 対応の医薬品の製造プラントでの実証を通し、企業リスク低減（安全・安心な社会を創出）への貢献が期待される。

お問い合わせ

日本分析工業株式会社 営業部署 営業部長 菊池直樹
TEL 042 557 2331 E-mail kikuchi@jai.co.jp