


 リサイクル分取HPLC
LaboACE LC-5060

順相カラムによるリサイクル分離例 ラセミ体の分離

Keyword:
ラセミ体の分離、SILカラム、極性による分離

緒言

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ひとつの鍵となるが、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る。

そこで、リサイクル法を用いて、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る。更に、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・分取手段とも言える。

リサイクル法は基本的にはカラムの種類を問わず適用できる。分配・吸着分離カラムであっても試料が移動相に溶解さえすれば、詳細な条件検討をせずとも分離が期待できる。

順相カラムを用いたリサイクル分取 HPLC による分離事例をご紹介します。

実験・結果

試料は、いわゆる「ラセミ体」である。10 mg 程度注入すると比較的良好な分離を示したが、注入量を増やすこと (30 mg) により分離が悪くなった。そこでリサイクル分析法を用いて完全分離を試みた。

Instrument : LC-9110NEXT (Detector : UV (280 nm))
Column : JAIGEL-SIL, SH-043-10
Mobile phase : Dichloromethane / Ethylacetate = 100/1
Flow rate : 9.0 mL/min

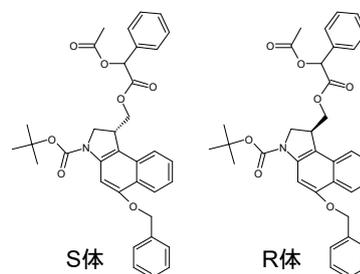


Fig. 1 試料の構造式

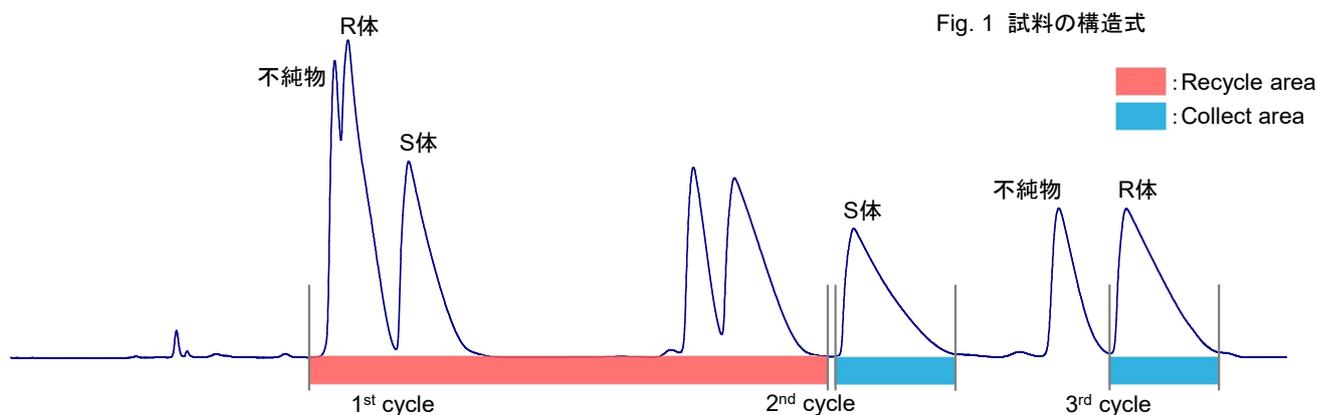


Fig. 2 得られたリサイクルクロマトグラム

結論

1 周目では分離不完全である為、リサイクルで分離を向上させ、2 周目で S 体を取り除き、さらに 3 周目で不純物と R 体を分離した。

* 試料は京都大学 理学研究科化学専攻 杉山教授よりご提供頂きました。