


 リサイクル分取HPLC  
LaboACE LC-5060

## GPCカラムによるリサイクル分離例 キノキサリン系モノマーの精製

**Keyword:**

導電性高分子材料、GPCカラム、サイズ排除分離

### 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。

一方、分子サイズの違いで化合物を分けるサイズ排除カラムは、詳細な条件検討を必要とせず、試料が移動相に溶解さえすればリサイクル法による分離が期待できるという扱い易さもあり、サイズ排除カラムとリサイクル分取 HPLC の組み合わせは有機合成を行う多くのお客様にご愛用いただいている。

有機溶媒系 GPC 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、導電性高分子材料とされるキノキサリン系モノマー (Fig. 1) である。合成時の過反応物質及び副生成物をリサイクル分離を行い精製した。

Instrument : LC-9110NEXT (Detector : UV (254 nm))  
Column : JAIGEL-2H + 3H  
Mobile phase : Chloroform  
Flow rate : 3.5 mL/min

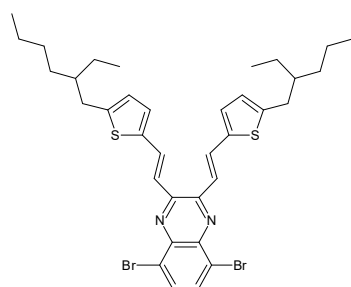


Fig. 1 目的物

■ : Recycle area  
■ : Collect area

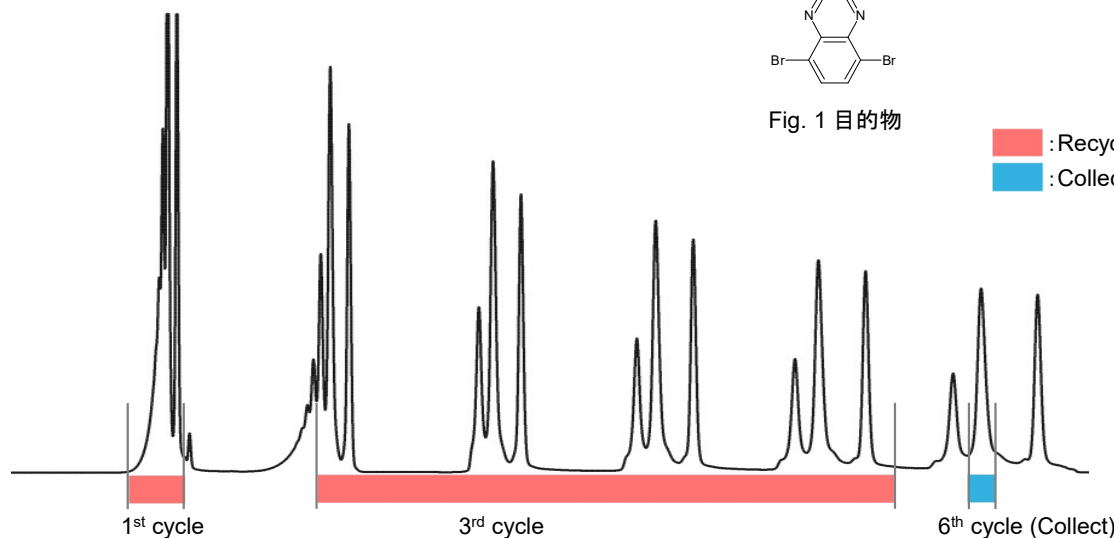


Fig. 2 得られたリサイクルクロマトグラム

### 結論

窒素を含む有機化合物は GPC カラム充填剤に吸着することが多く、移動相に TEA を加える事により安定したクロマトグラムを得ることが出来る。しかしこの試料はクロロホルム移動相のみで安定したクロマトグラムを得ることができたので、6 回のリサイクル分離の後、目的物を分取した。