



リサイクル分取HPLC
LaboACE LC-5060 plus II

GPC カラムによるリサイクル分離例 シクロパラフェニレン類の4量体と5量体の分離

緒言

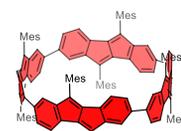
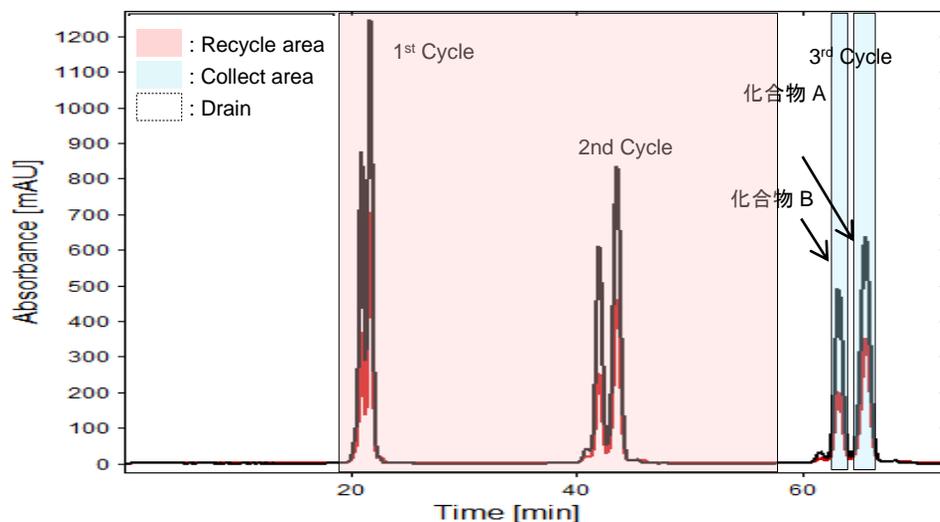
分取 HPLC において、より良い分離を得るためにはカラムの長さがひとつの鍵となるが、カラムの負荷圧力の問題により、カラムの長さには制限が生まれる。

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。

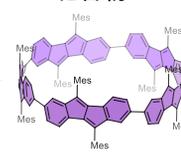
GPCカラムを用いたリサイクル手法では、分子量の大きさで生じる溶出時間の差をリサイクル法で何度もカラムを通すことで積み重ねて分離を向上させていく訳だが、以下に示すようなサンプルのように、分子量の差のみならず見かけの形状（分子の大きさ）に大きな相違のあるサンプルの分離は、ことさら得意である。

実験・結果

試料は、環状 π 共役分子であるシクロパラフェニレン類の 4 量体と 5 量体である。構成分子は同じで繰返し単位が違う。これらを分離するため有機溶媒系 GPC カラムを用いリサイクル分離を試みた。3rd Cycle と少ないリサイクル回数で完全分離して分取することができた。



Chemical Formula: $C_{132}H_{112}$
Exact Mass: 1744.8764
化合物A



Chemical Formula: $C_{177}H_{140}$
Exact Mass: 2181.0955
化合物B

分取物の構造式

POINT!!

分子量が 2,000 程度の化合物を分離する場合は、JAIGEL-2HR Plus（排除限界分子量 5,000）に JAIGEL-2.5HR Plus（排除限界分子量:20,000）を直列に接続し、分離する分取量範囲を高分子側に広げることで良好な分離を得ることができる。

今回のサンプルは分子量に 437 の差があり、また環状に広がる見かけの大きさもある程度の違いがあるため、GPC カラム+リサイクル分離が最適である。このように分離条件検討の必要なく、溶解して注入して数回のリサイクルするだけで容易に分離・分取することができる。

Column : JAIGEL-2HR Plus
+ 2.5HR Plus
Mobile phase : Chloroform
Flow rate : 10.0 mL/min
Injection Volume : 2.0 mL
Instrument : LaboACE LC-5060
Detector : UV (254 nm(黒),350nm(赤))

フライブルク大学、(現 ウルム大学) Birgit Esser 教授より試料をご提供いただきました。