



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 酢酸添加による分離改善例（アビエチン酸の精製）

緒言

GPC カラムによる分離の基本は、固定相と試料分子との間に相互作用がないことを前提とし分子サイズの差で分離するものである。しかし、分離精製する試料分子によっては、二次的な相互作用により吸着または、テーリング現象が起こってしまうことがある。ここでは、試料としてアビエチン酸を例として挙げ、得られたクロマトグラムにおける分離不良やテーリング等を改善する方法を紹介する。

実験・結果

試料は、ケイ素系のサンプル(下記構造式参照) で立体異性体の関係にある。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。

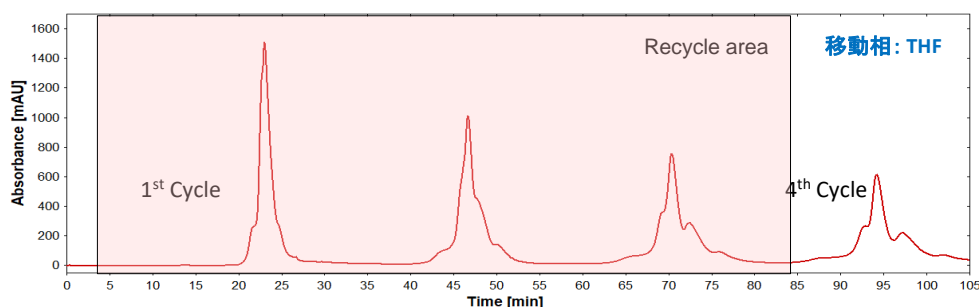
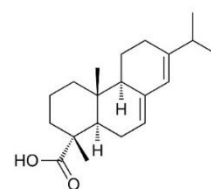


Fig. 酢酸無しで得られたクロマトグラム



Abietic acid (Mw 302.44)

Flow rate : 10.0 mL/min
Injection Volum : 5.0 mL
Sample : 50.0 mg / 5.0 mL
Instrument : LaboACE
Detector : UV 254 nm
Column : JAIGEL-2HR + 2HR

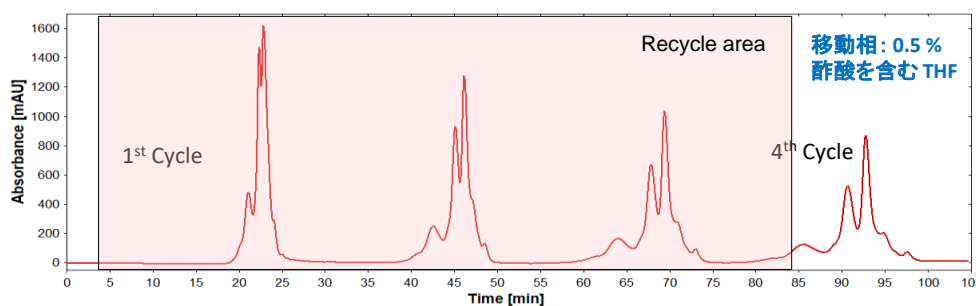


Fig. 酢酸添加によるクロマトグラム

アビエチン酸を分離する際、移動相として THF を使用したリサイクル分離ではそれぞれのピークがブロード傾向にあり、分離が促進されません。これはアビエチン酸のカルボキシル基と固定相との間の二次的相互作用によって、吸着及びテーリングをしてしまうのが原因であると推定される。

そこで、移動相に酢酸を添加した場合のクロマトグラムでは、その二次的相互作用を制御することができ、良好な分離となった。

POINT!!

カルボキシル基を持つ化合物の分離では、酢酸を添加した移動相を使用することにより、良好なクロマトグラムを得ることができる。