

超臨界混合流体を用いたキラル吸着分離過程のモデル化とパラメータ決定

研究代表者 船造 俊孝 研究員

緒言

ラセミ化合物の高純度で効率的な分離・分取が求められており、クロマトグラフィーは簡易且つ効率的な分離手法として利用されている。特に、移動相として超臨界CO₂ (scCO₂) は低粘性のため、有機溶媒を共溶媒として添加すると、移動相の極性を大きく変えられ、高速分離が可能で、広く用いられている。しかしながら、溶媒組成がピークの保持時間に及ぼす影響は経験則に基づく場合が多く、現状では、保持時間を精度よく予測することはできない。本研究は保持時間と溶媒組成との関係を定量的に明らかにすることを目的とした。

モデル

モデルの概念図を図1に示す。これより、混合溶媒における保持因子 k_{mix} は

$$\frac{1}{k_{mix}} = \frac{x_{CO_2}}{k_{CO_2}^{\circ}} + \frac{x_{modifier}}{k_{modifier}^{\circ}} \quad (1)$$

で表される。ここで、 $k_{CO_2}^{\circ}$ と $k_{modifier}^{\circ}$ はそれぞれCO₂および共溶媒中における保持因子であり、 x_{CO_2} と $x_{modifier}$ はCO₂と共溶媒のモル分率である。

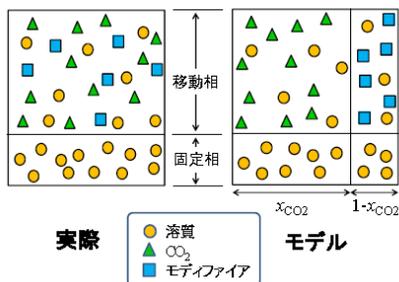


図1 scCO₂+共溶媒の場合の概念図

測定

図2に実験装置の概略を示す。

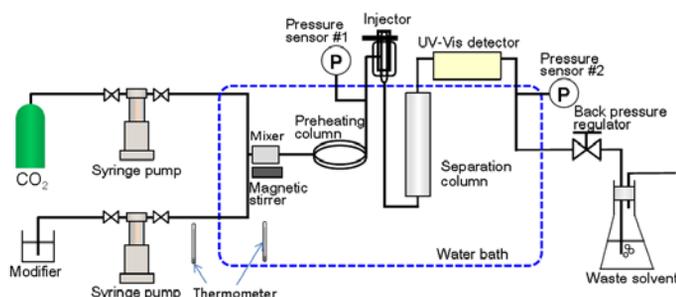


図2 実験装置

測定条件

温度: 40°C
 圧力: 10、20 MPa
 $x_{modifier} = 0 \sim 0.35$

共溶媒: メタノール
 エタノール
 アセトニトリル

分離カラム

Chiralpak AD-H (ダイセル) InterSustain C18(GL Sciences)
 長さ: 250 mm 長さ: 150 mm
 内径: 4.6 mm 内径: 3 mm
 粒子径: 5 μm 粒子径: 2 μm

結果および考察

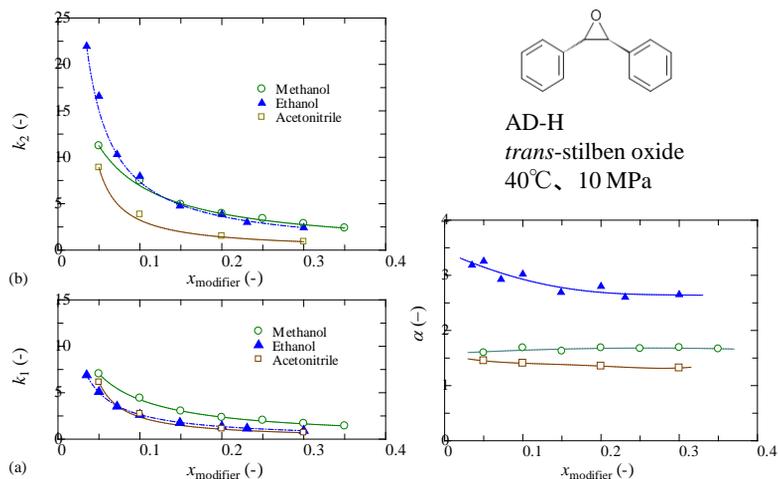


図3 *trans-stilbene oxide*の k_1 , k_2 と分離係数 α

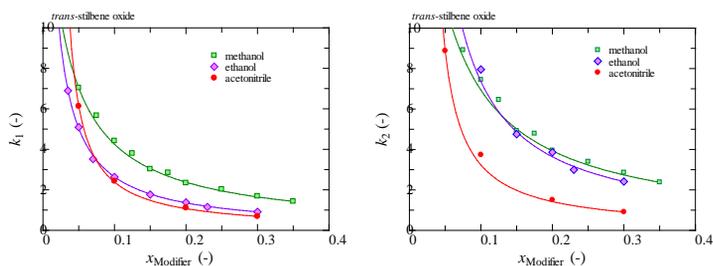


図4 共溶媒メタノール、エタノール、アセトニトリルの場合の k_1 と k_2

結論

(1)式は共溶媒存在下における保持因子の予測に有効であった。

今後の予定

より多くのキラル分離カラム、溶質、温度、圧力において(1)式の有効性を実証する。