

## JAI APPLICATION NEWS

### Recycle Preparative HPLC リサイクル分取HPLC

#### 3. 2005年分析展・新技術説明会発表データ集

- 3-1. GPCカラムによるリサイクル分離例1  
～フタロシアニン共重合体の分離～
- 3-2. GPCカラムによるリサイクル分離例2  
～末端基 (-CH<sub>3</sub> or -CH<sub>2</sub>CH<sub>3</sub>)の違う化合物の分離～
- 3-3. GPCカラムによるリサイクル分離例3  
～構造異性体の分離 (カテコール誘導体)～
- 3-4. GFCカラムによるリサイクル分離例1  
～ペプチドの精製～
- 3-5. GFCカラムによるリサイクル分離例2  
～高極性基 (SO<sub>3</sub>Na)を有する構造異性体の分離～
- 3-6. 光学異性体分離用カラムによるリサイクル分離例  
～ピンドロール (ラセミ体)～
- 3-7. フラーレン分離用カラムによるリサイクル分離例  
～水素内包フラーレンの分離～

## 3-1 GPCカラムによるリサイクル分離例1

### フタロシアニン共重合体の分離

試料はFig. 1に示すフタロシアニンシラノール錯体の共重合体、5量体から2量体の混合物を用いました。

GPCカラムを用いたリサイクル分離によりそれぞれほぼ完全に分離することが出来ました。

(分離条件はTable 1参照)

Table 1 分離条件

Instrument: Recycle HPLC model LC-9101

Column: JAIGEL-3H+2.5H

Eluent: 0.1% Triethylamin in Chloroform

Column temp: Room temp (30 )

Flow rate: 3.5 ml/min

Detector: UV-310B at 254nm

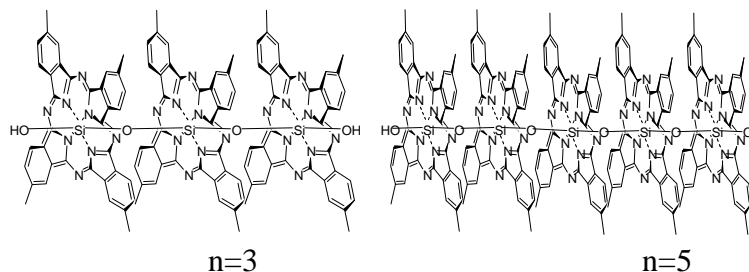


Fig. 1 試料の構造式

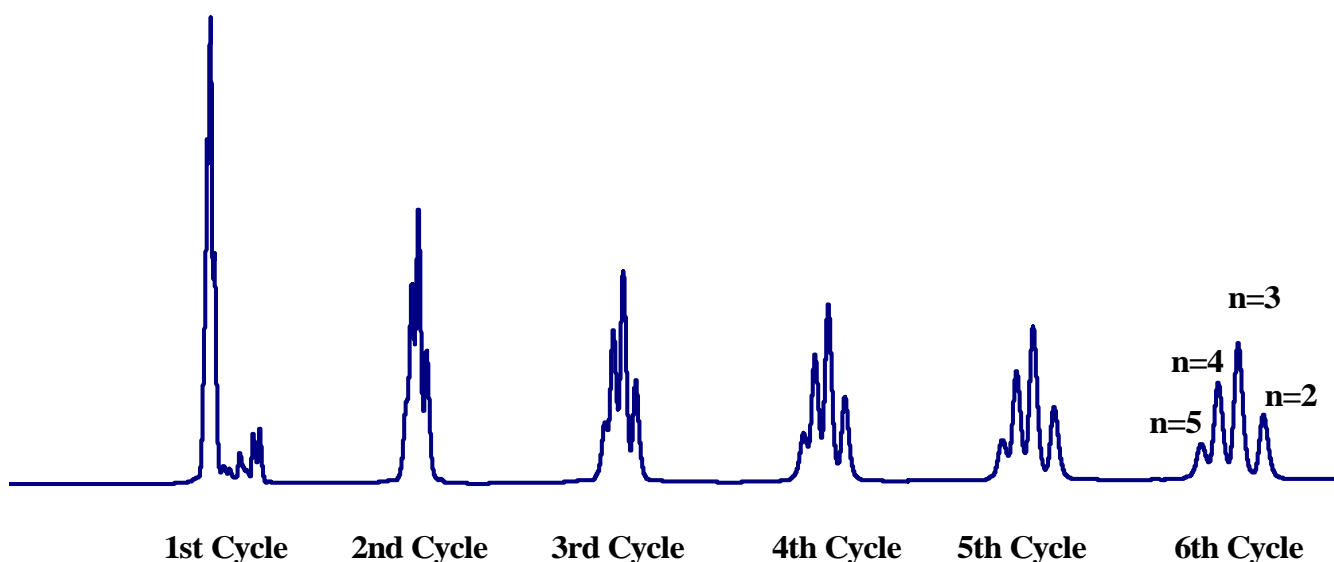


Fig. 2 得られたリサイクルクロマトグラム

3-2 GPCカラムによるリサイクル分離例2

末端基の違う化合物の分離

試料は1-Benzyl-carboethoxy-4-piperidonehydrochloride (A)と1-Benzyl-carbomethoxy-4-piperidonehydrochloride (B) (Fig. 3参照)の混合物を用いました。

GPCカラムを用いたリサイクル分離によりそれぞれ完全に分離することが出来ました。

(分離条件はTable 2参照)

Table 2 分離条件

Instrument: Recycle HPLC model LC-9101
Column: JAIGEL-2H+1H
Eluent: Chloroform
Column temp: Room temp (30 )
Flow rate: 3.5 ml/min
Detector: UV-310B at 254nm

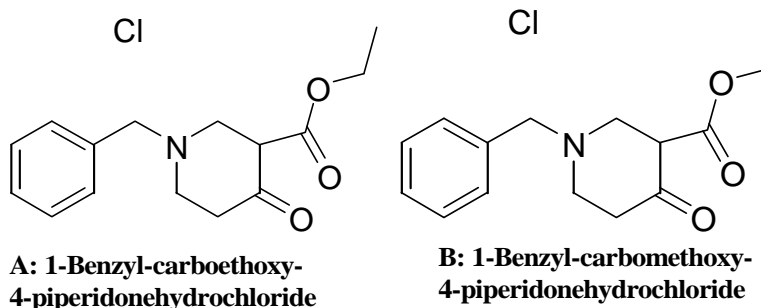


Fig. 3 試料の構造式

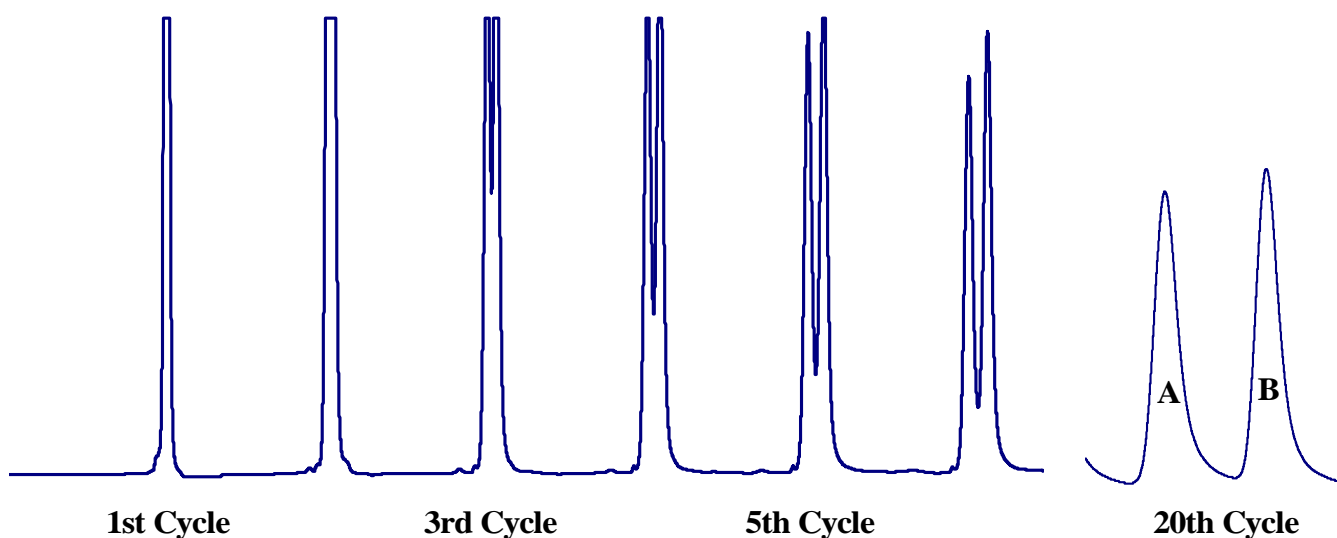


Fig. 4 得られたリサイクルクロマトグラム

### 3-3 GPCカラムによるリサイクル分離例3

#### 構造異性体の分離

試料はFig. 5に示すカテコールに修飾された側鎖上の二重結合位置の違う構造異性体の混合物を用いました。

GPCカラムを用いたリサイクル分離によりそれぞれ分離することが出来ました。

(分離条件はTable 3参照)

Table 3 分離条件

Instrument: Recycle HPLC model LC-9101

Column: JAIGEL-2H+1H

Eluent: Chloroform

Column temp: Room temp (30 )

Flow rate: 3.5 ml/min

Detector: UV-310B at 254nm

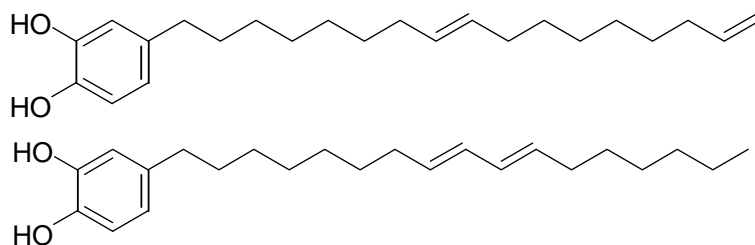


Fig. 5 試料の構造式

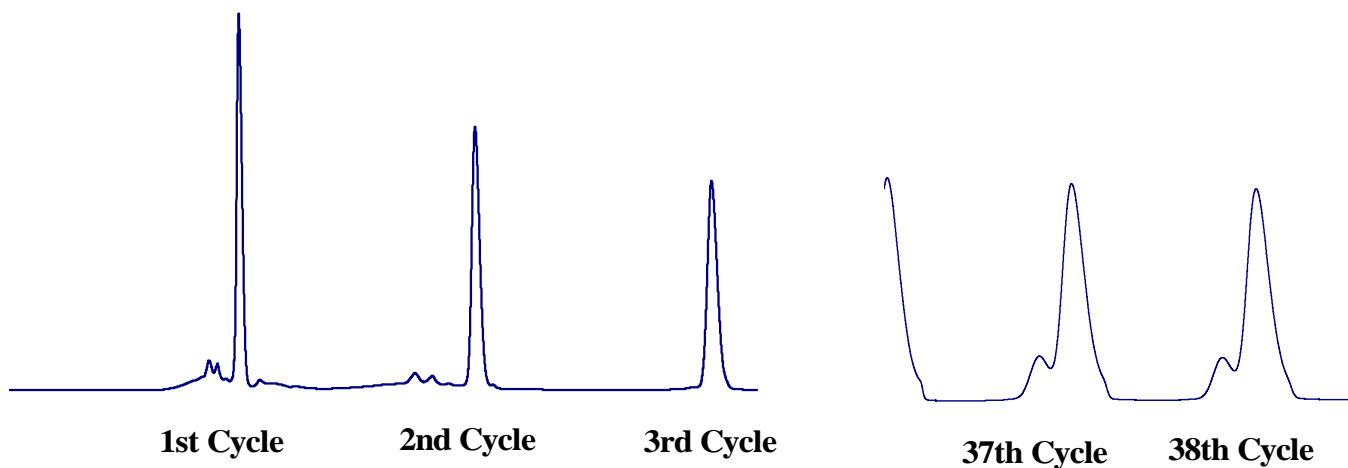


Fig. 6 得られたリサイクルクロマトグラム

## 3-4 GFCカラムによるリサイクル分離例1

### ペプチドの精製

試料は逆相グラジエント分離によって精製したが精製不十分であったペプチドの混合物を用いました。推測される分子量はMw. 2851及び2648です。

GFCカラムを用いたリサイクル分離により目的のペプチドを分離することが出来ました。

このことより逆相分離では困難な分子量の近いペプチド若しくは核酸などをより精製度よく分取することが可能な場合があると考えられます。

(分離条件はTable 4参照)

Table 4 分離条件

Instrument: Recycle HPLC model LC-9101
Column: JAIGEL-GS310
Eluent: 0.01% Trifluoroacetic acid in Water
Column temp: Room temp (30 )
Flow rate: 5 ml/min
Detector: UV-310B at 220nm

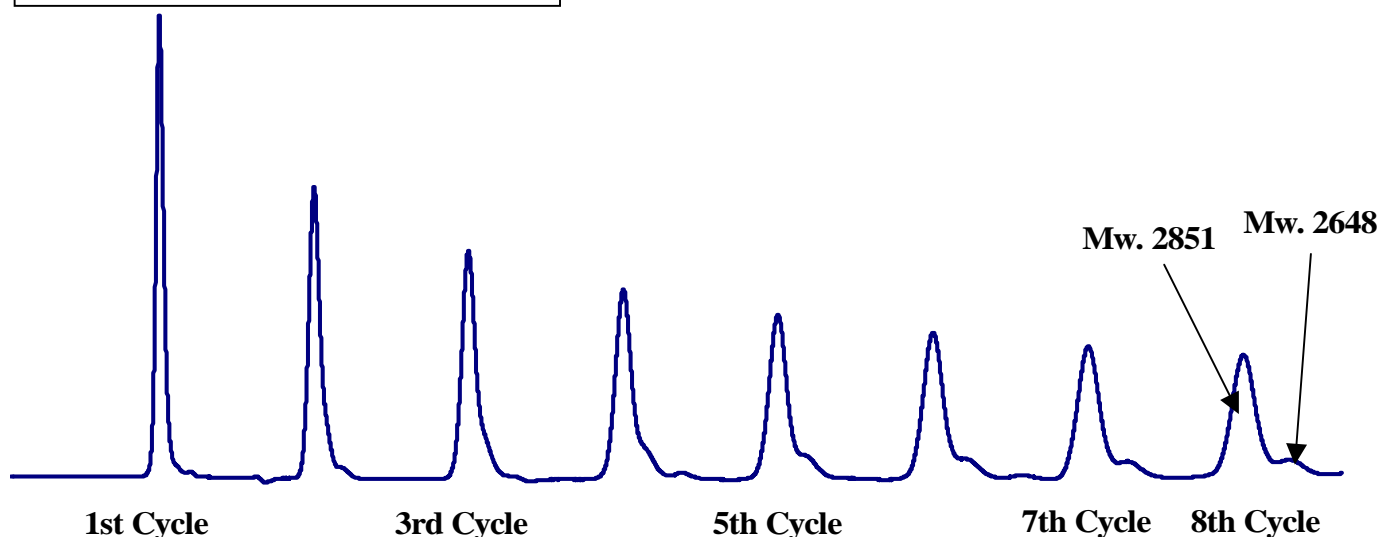


Fig. 7 得られたリサイクルクロマトグラム



3-5 GFCカラムによるリサイクル分離例2

高極性基を有する構造異性体の分離

試料はFig. 8に示す環状構造物質の側鎖にスルホン酸ナトリウム基が異なった位置関係で修飾されている構造異性体の混合物です。

GFCカラムを用いたリサイクル分離によりそれぞれ分取することが出来ました。

(分離条件はTable 5参照)

Table 5 分離条件

Instrument: Recycle HPLC model LC-9101
Column: JAIGEL-GS310 × 2
Eluent: 100 mM NaClO <sub>4</sub> in Water/Methanol (10/90)
Column temp: Room temp (30 )
Flow rate: 5 ml/min
Detector: UV-310B at 254nm

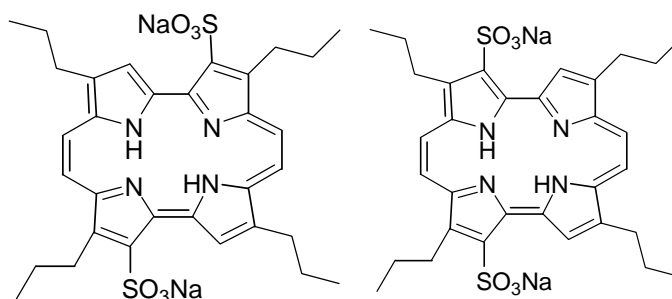


Fig. 8 試料の構造式

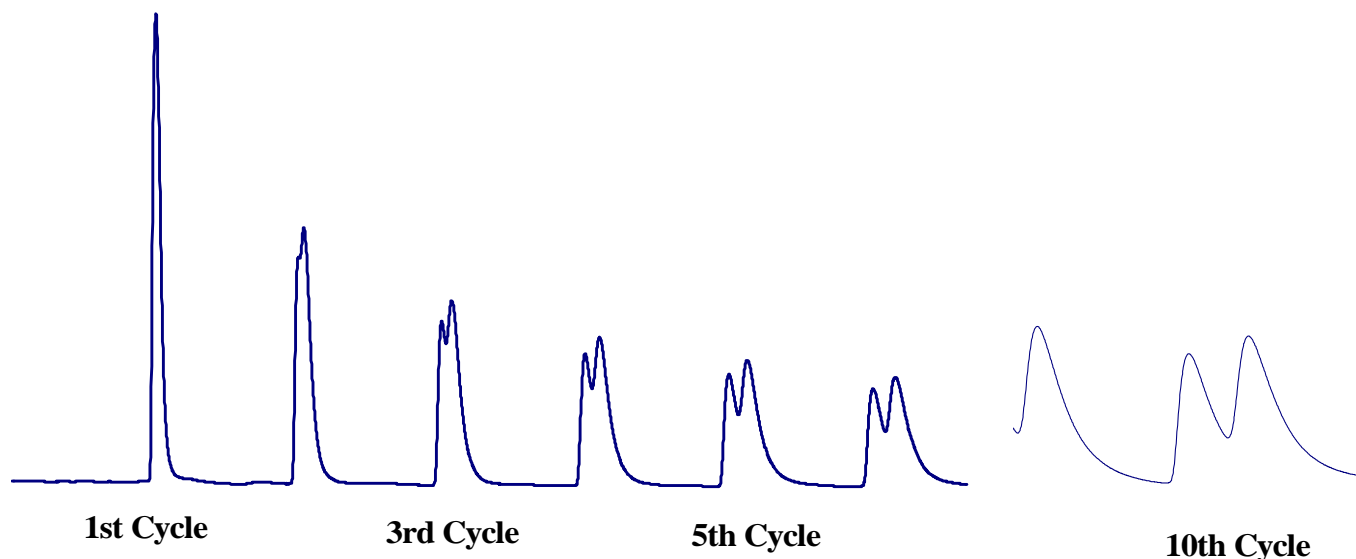


Fig. 9 得られたリサイクルクロマトグラム

## 3-6 光学異性体分離用カラムによるリサイクル分離例 ピンドロール光学異性体の分離

試料はPindolol (Fig. 10参照)のラセミ体です。

1st Cycleでは不十分であった分離がリサイクルを行うことによりそれぞれ完全に分離することが出来ました。

(分離条件はTable 6参照)

Table 6 分離条件

Instrument: Recycle HPLC model LC-9101
Column: JAIGEL-OA4900-20
Eluent: Hexane/THF/Methanol/TFA (600/300/100/5)
Column temp: Room temp (30 )
Flow rate: 5 ml/min
Detector: UV-310B at 254nm

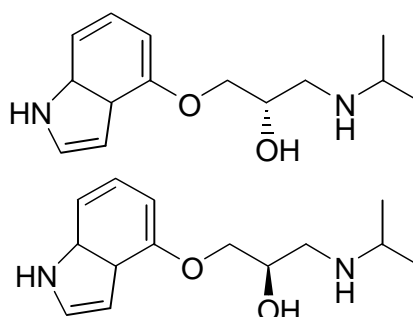


Fig. 10 試料の構造式

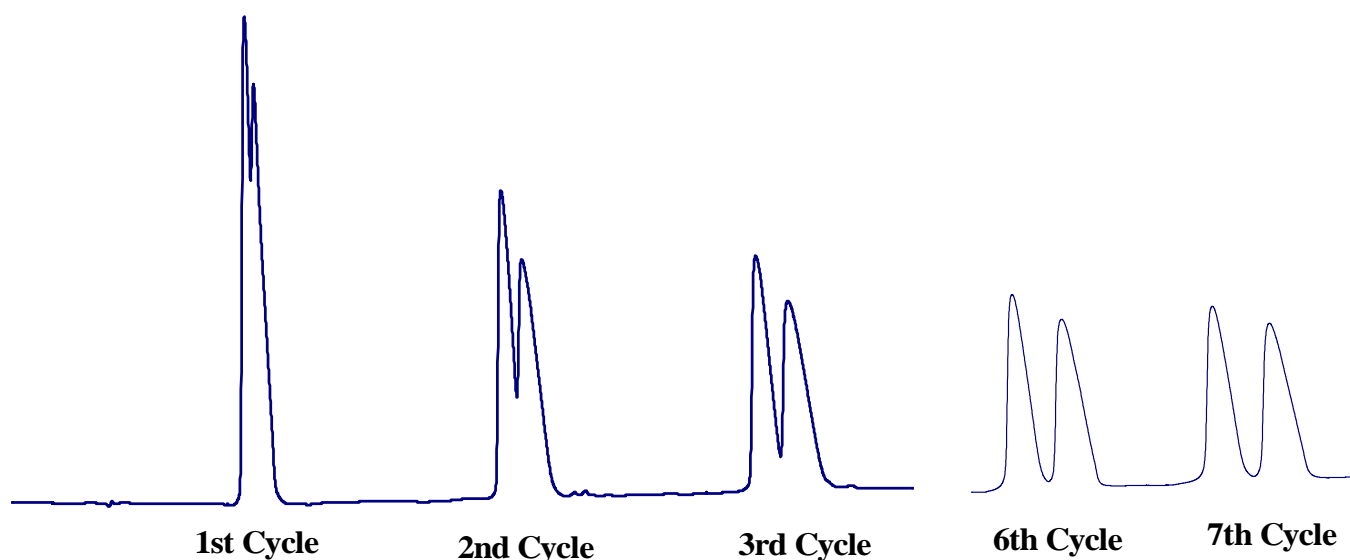


Fig. 11 得られたリサイクルクロマトグラム

3-7 フラーレン分離用カラムによるリサイクル分離例  
水素分子内包フラーレンの分離

試料は水素分子内包フラーレンとフラーレン (Fig. 12参照)の混合物です。

1st Cycleでは全く分離されていませんがリサイクルを行うことによりによりそれぞれ分離することが出来ました。

(分離条件はTable 7参照)

Table 7 分離条件

Instrument: Recycle HPLC model LC-9101
Column: BUCKYPREP-10 × 2
Eluent: Toluene
Detector: UV-310B at 254nm

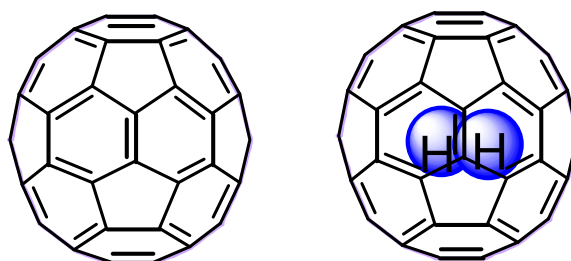


Fig. 12 試料の構造式

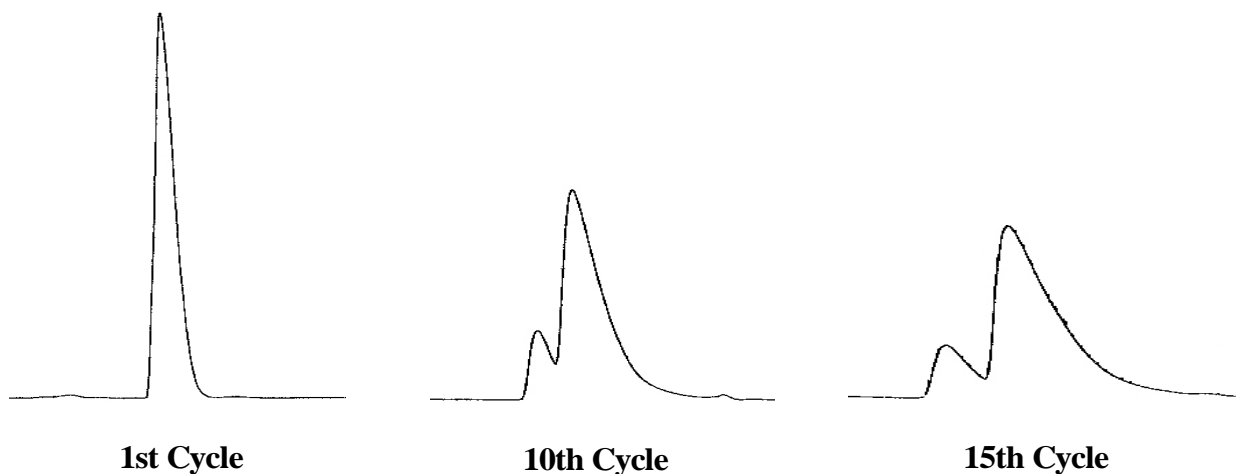


Fig. 13 得られたリサイクルクロマトグラム

\*本データは京都大学化学研究所小松研究室  
村田先生よりご提供いただきました