



リサイクル分取HPLC
LaboACE LC-5060

シリカ系カラムで分離困難な化合物の分離例 3

Keyword:

GPCカラム、SECカラム、サイズ排除分離、リサイクル分取

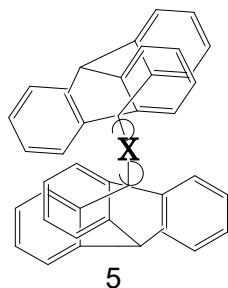
緒言

シリカ系充填剤に対して不安定な化合物や、TLCで分離が困難だと判断された化合物の分離検討の際、GPCカラム (SECカラム) とリサイクル分取HPLCの組み合わせは、有効な分離手段となる場合が多い。当社製リサイクル分取HPLCをご愛用頂いている先生方の実試料の分離事例をご紹介します。

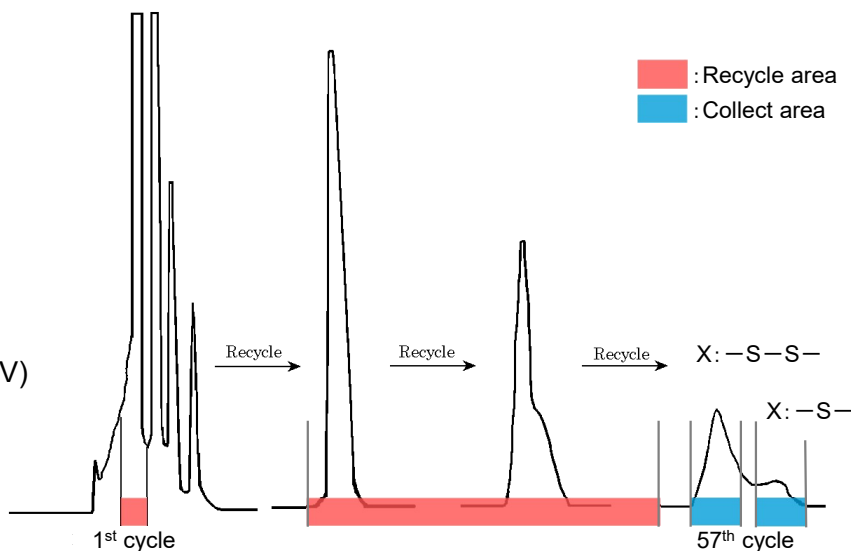
実験・結果

ビス (トリプチシル) スルフィドを合成した場合、ジスルフィド体が副生するが、スルフィド、ジスルフィド結合部は分子の内部に存在する為、化合物の極性の差で分離を行うシリカ系カラムでは分離が不可能であった。

そこで、GPCカラムでのリサイクル分離を試みた。



Instrument : LC-908 (Detector : UV)
Column : JAIGEL-1H × 2 pcs
Mobile phase : Chloroform
Flow rate : 3.0 mL/min



Separation of bis(triptycyl) compounds

結論

JAIGEL-1H × 2本を使用して57回リサイクルを続けることによってXの相違を完全に分離した。通常、この程度の分子量の化合物でイオウ原子1個の差であれば、10回程度のリサイクルで完全分離できる。57回という分離時間を要したということは、イオウ原子1個の長さがGPC的にイオウ原子1個の長さとして反映されていないものと推定される。

References

Yuzo Kawada, Joji Ishikawa, Hiroshi Yamazaki, Gen Koga, Shigeru Murata, and Hiizu Iwamura, *Tetrahedron Letters*, Vol. 28, No.4, pp 445-448 (1987)