


 リサイクル分取HPLC
LaboACE LC-5060

GPCカラムによるリサイクル分離例

リサイクル分離によるピラーアレーンの高純度化(その1)

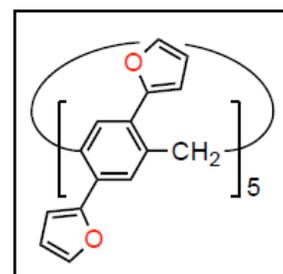
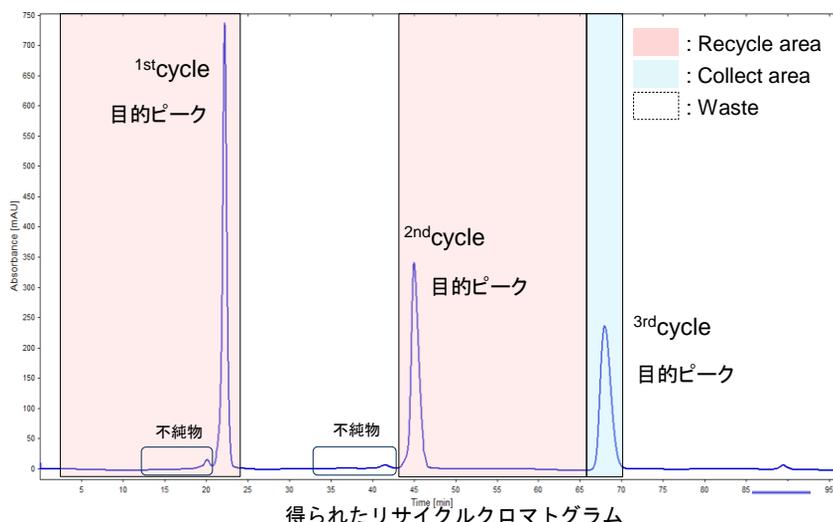
緒言

リサイクル分取HPLCでは、短いカラムでもリサイクルすることで擬似的に長いカラムを通したのと同じ分離を得られることが特徴のひとつであるが、今回はリサイクルにより分離を向上させ、目的物を単離させて分取するというニーズではなく、不純物を除去して目的成分を高純度で分取したいという目的でリサイクル分取HPLCを有効に使用した例を紹介する。

リサイクルしながら移動相の溶出（Waste）時に不純物を上手に除去し、目的物を高純度化していく興味深い使い方のひとつである。新規化合物を合成される方々が新規目的化合物の高純度精製の目的でよく用いられる手法である。

実験・結果

試料は京都大学工学研究科 生越研究室で合成されたピラーアレーンで per-2-furanyl-substituted pillar[5]arene と命名された5角柱の新規環状分子を修飾した化合物である。修飾部位の違う数種類の反応生成物およそ6mgをGPCカラム+リサイクル分離を用いて不純物除去した後、高純度に精製した目的物を分取しました。



目的物（分取物）の構造式

Column : JAIGEL-2HR × 2
Mobile phase : Chloroform
Flow rate : 10.0 mL/min
Instrument : LaboACE LC-5060
Detector : UV 300 nm

- 1) 試料注入後まもなく、リサイクルを ON にして目的ピーク溶出後でリサイクルを OFF にしました。
- 2) 2nd cycle の目的ピーク溶出までの不必要な溶出部分（不純物）のを Waste しました。
- 3) 2nd cycle の目的ピーク溶出のタイミングで再びリサイクル ON にして 3rd cycle の目的ピークの溶出を分取しました。

POINT!!

2nd cycle で再びリサイクルを ON にした段階で不必要なピークは全て除去され、リサイクル流路内には目的ピークのみがリサイクルされています。このようにリサイクルを重ねて目的ピークの前後の不純物ピークを Waste し、目的物を高純度化して分取することができます。

Per-Arylation of Pillar[n]arenes: An Effective Tool to Modify the Properties of Macrocycles
Kenichi Kato, Tomoya Kaneda, Shunsuke Ohtani, Tomoki Ogoshi
J. Am. Chem. Soc. **2023**, *145*, 6905–6913. (DOI: 10.1021/jacs.3c00397)