


 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2）

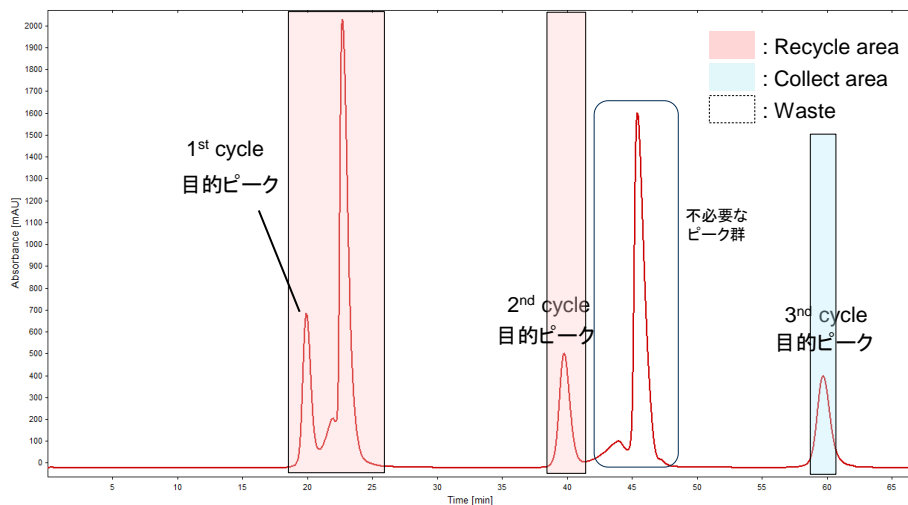
緒言

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ニーズでリサイクル分取HPLCを有効に使用した例を紹介する。

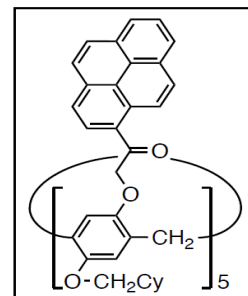
リサイクルしながら移動相の溶出（Waste）時に不純物を上手に除去し、目的物を高純度化していく興味深い使い方のひとつである。新規化合物を合成される方々が新規目的化合物の高純度精製の目的でよく用いられる手法である。

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、cyclohexylmethoxy- and (pyrene-1-carbonyl)methoxy-substituted pillar(5)arene と命名された5角柱の環状分子を修飾した新規化合物である。反応合成生成物はヘキサンへの溶解性が低くシリカゲルカラム分離が困難であった。そこで反応合成生成物約 50 mg を GPC カラム+リサイクル分離を用いて不純物を除き、高純度化した目的ピークの分取した。



得られたリサイクルクロマトグラム



目的物の構造式

Column : JAIGEL-2HR × 2
Mobile phase : Chloroform
Flow rate : 10.0 mL/min
Instrument : LaboACE LC-5060
Detector : UV 254nm

- 1) 目的ピークを含むピーク群の溶出をリサイクルし、その後の不必要な溶出部分は Waste しました。
- 2) 2nd cycle の目的ピークの溶出で再びリサイクルを ON にし、目的ピークの立下りでリサイクルを OFF にし、その後溶出する不必要なピーク群は Waste しました。
- 3) 3rd cycle で溶出してきた目的ピークを分取しました。

POINT!!

2nd cycle で再びリサイクルを ON にし、目的ピーク付近の溶出のみを再度カラムに戻しました。3rd cycle の溶出でピーク前・後半の裾部分は分取せずに中央部の溶出のみを高純度で分取し、目的物を高純度で分取することができました。

Cyclic arrays of five pyrenes on one rim of a planar chiral pillar[5]arene
Kenichi Kato, Shunsuke Ohtani, Masayuki Gon, Kazuo Tanaka, Tomoki Ogoshi
Chem. Sci. **2022**, *13*, 13147–13152. (DOI: 10.1039/d2sc04168e)