


 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 環状分子数の異なるロタキサンの分離

### 緒言

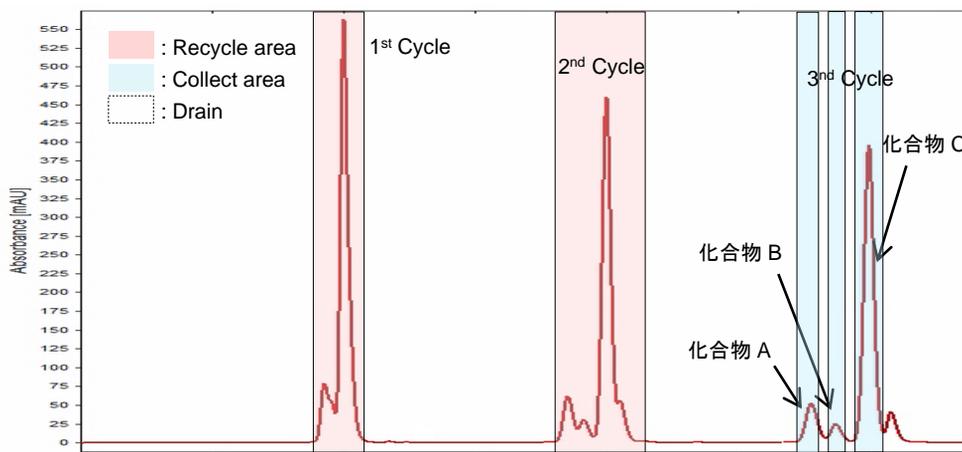
分取 HPLC において、より良い分離を得るためにはカラムの長さがひとつの鍵となるが、カラムの負荷圧力の問題により、カラムの長さには制限が生まれる。

そこで、リサイクル法を用いて、カラムから溶出した分離不十分な成分を何度もカラムを通すことにより、実際に長いカラムを使用したことと同等となり高分離能を得ることができる。

今回は、サンプルとして超分子ロタキサンでリサイクル分離を試みた例を紹介する。1回のカラムの溶出では分離しきれない目的物も、リサイクル分離法を用いて2回・3回とカラムを通すことで分離を向上させることが出来た典型的なリサイクル分離例である。

### 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、rotaxane-C16 と命名された pillar[5]arene を環状分子としたロタキサン分子である。環状分子の数の違うロタキサンをボールミル法を用いて合成されたものであった。それら約 100 mg を GPC カラムでリサイクル分離し、右に示した構造の pillar[5]arene が 1 個と 2 個入った化合物と原料の分離を試みた。

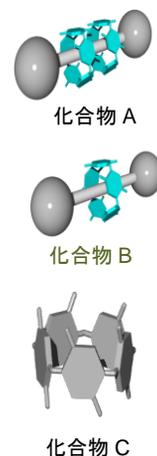


得られたリサイクルクロマトグラム

1<sup>st</sup> cycle でピーク全体をリサイクルし、2<sup>nd</sup> cycle で全体の様相が確認できる程に分離が進んだ。3<sup>rd</sup> cycle では、各成分がほぼ単離した状態まで分離することができた為、pillar[5]arene が 1 個入ったロタキサンと 2 個入ったロタキサン及び原料を分取した。

### POINT!!

環状分子の数が異なるロタキサンを GPC カラムとリサイクル分離を用いることによりそれぞれの成分を分離することができた。



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 254 nm

Diastereoselective Rotaxane Synthesis with Pillar[5]arenes via Co-crystallization and Solid-State Mechanochemical Processes  
Keisuke Wada, Kiichi Yasuzawa, Shixin Fa, Yuuya Nagata, Kenichi Kato, Shunsuke Ohtani, Tomoki Ogoshi  
*J. Am. Chem. Soc.* **2023**, *145*, 15324–15330. (DOI: 10.1021/jacs.3c02919)