

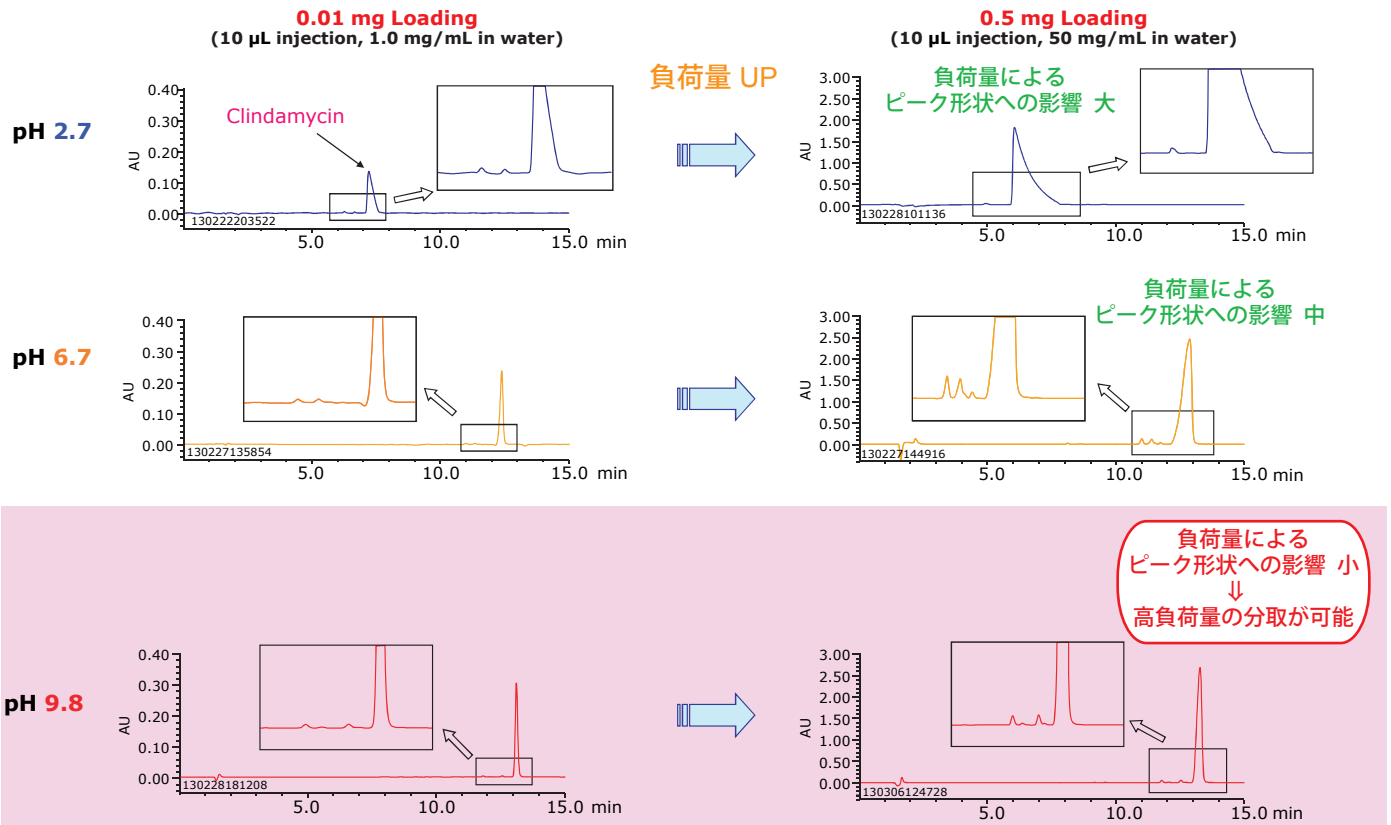
高耐久性セミ分取カラムによる効率的な分取精製条件の設定と分取の実施 ～塩基性医薬品 クリンダマイシンの分取精製～

S130502A

【分取精製条件の検討】

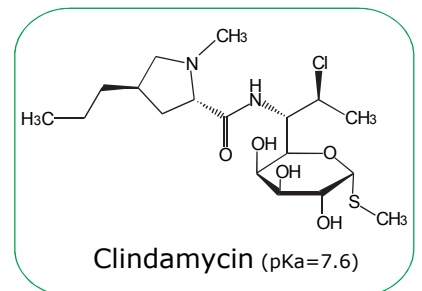
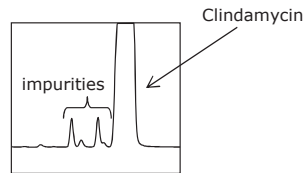
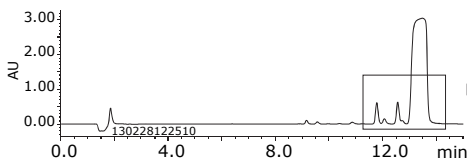
移動相pHのスクリーニング

YMC-Triart C18 5 μm, 150 X 4.6 mm I.D.



負荷量の最適化

pH 9.8
2.5 mg Loading
(50 μL injection, 50 mg/mL in water)



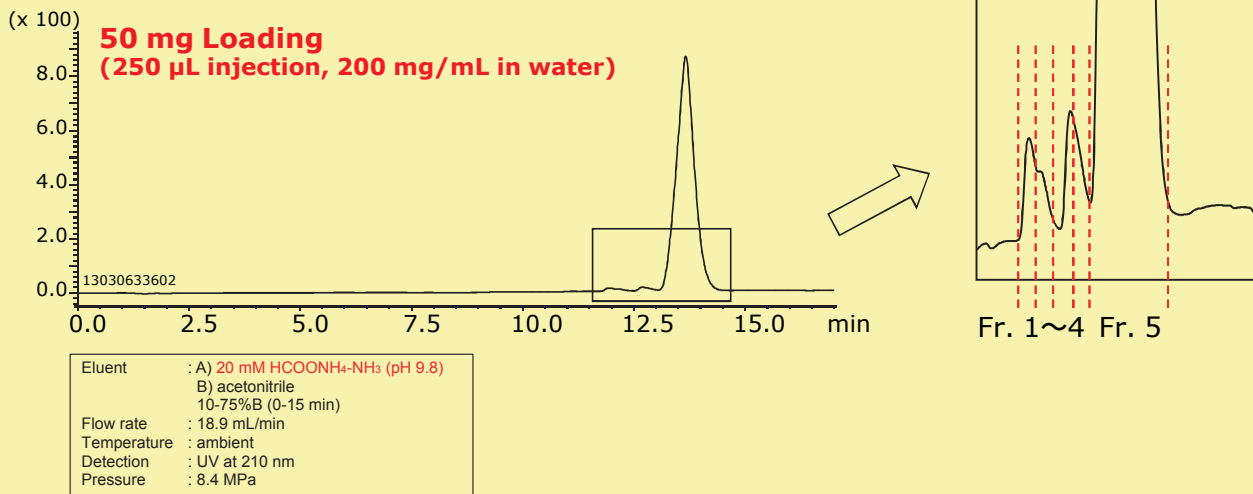
分取カラムへのスケールアップ
(分取精製の実施) へ

Eluent	: A) 20 mM HCOOH for pH 2.7 20 mM HCOONH ₄ for pH 6.7 20 mM HCOONH ₄ -NH ₃ for pH 9.8
	B) acetonitrile
	10-75%B (0-15 min)
Flow rate	: 1.0 mL/min
Temperature	: 25°C
Detection	: UV at 210 nm
Pressure	: 7.0 MPa

塩基性医薬品成分であるクリンダマイシンの分取精製条件の検討例を示しています。イオン性化合物は、非イオン化状態で保持が大きくなるとともに、負荷量が向上する傾向があります。移動相pHを変えてクリンダマイシンの分離を比較すると、移動相pHが高いほど保持が大きく分離能に優れ、負荷量によるピーク形状の変化は小さくなっています。YMC-Triart C18は耐アルカリ性に優れているために、塩基性化合物を高負荷量で分離可能な高pH条件で使用することができます。

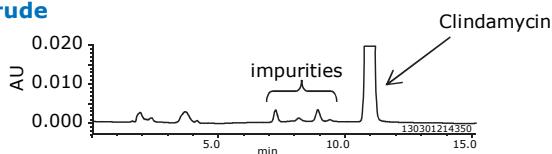
【分取カラムへのスケールアップ（分取精製の実施）】

YMC-Actus Triart C18 5 μm, 150 X 20 mmI.D.

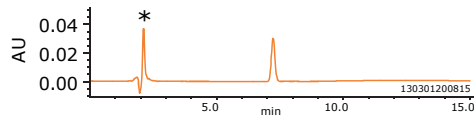


【分取画分の分析】

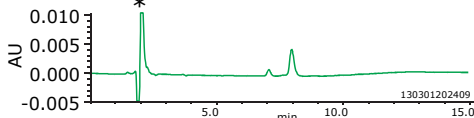
Crude



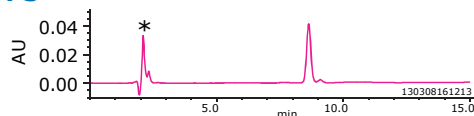
Fr. 1



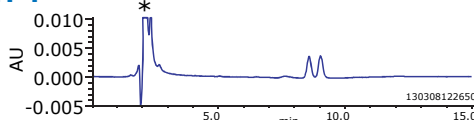
Fr. 2



Fr. 3

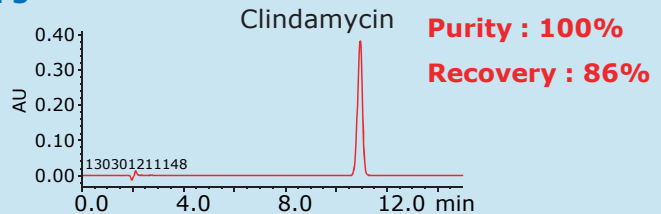


Fr. 4



*: solvent peak

Fr. 5



Column	: YMC-Triart C18 5 μm
	150 X 4.6 mmI.D.
Eluent	: 50 mM KH ₂ PO ₄ (pH 7.5 adjusted by 8 M KOH)/acetonitrile (55/45)
Flow rate	: 1.0 mL/min
Temperature	: 25°C
Detection	: UV at 210 nm
Injection	: 20 μL

分析カラムで設定した分取精製条件から分取カラムへスケールアップして分取精製を実施しています。YMC-Actus Triart C18カラムは、従来の分取カラムと比較して充填密度が高く優れた耐久性と分離能を有しています。また、分析用のYMC-Triart C18と同等の分離能を有しているためスケールアップも容易です。分析カラムと分取カラムの断面積の比に応じて負荷量と流量をスケールアップすることで、分析カラムでの分離を再現することができ、高純度のクリンダマイシンが効率よく得られています。