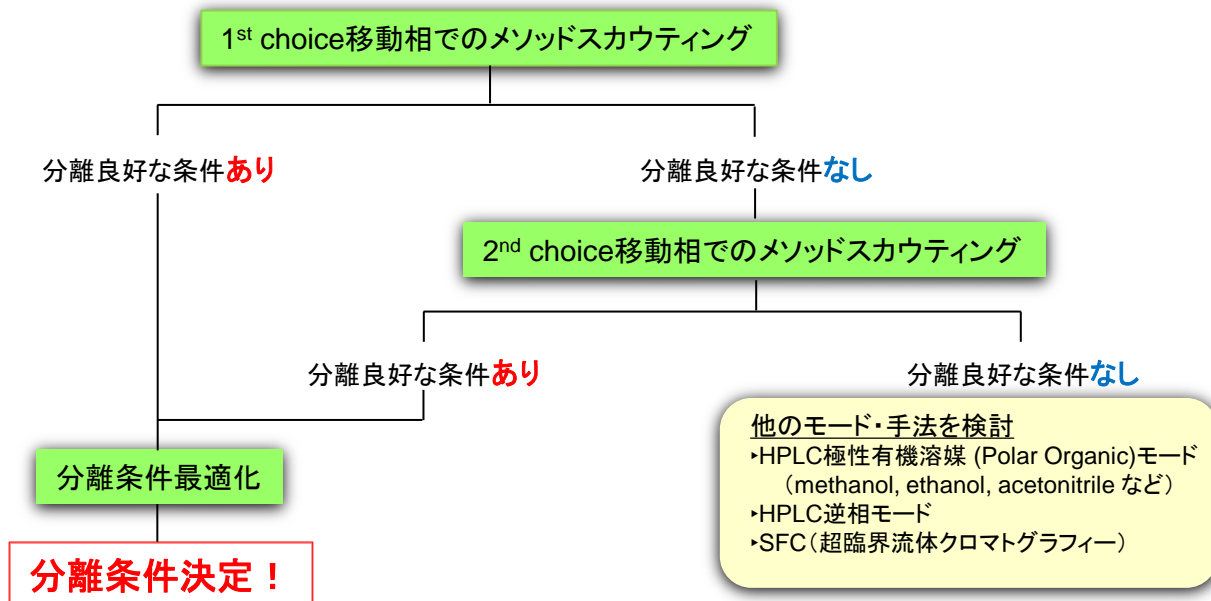


キラル分離用カラムCHIRAL ARTを用いた光学異性体の分離メソッド迅速開発法

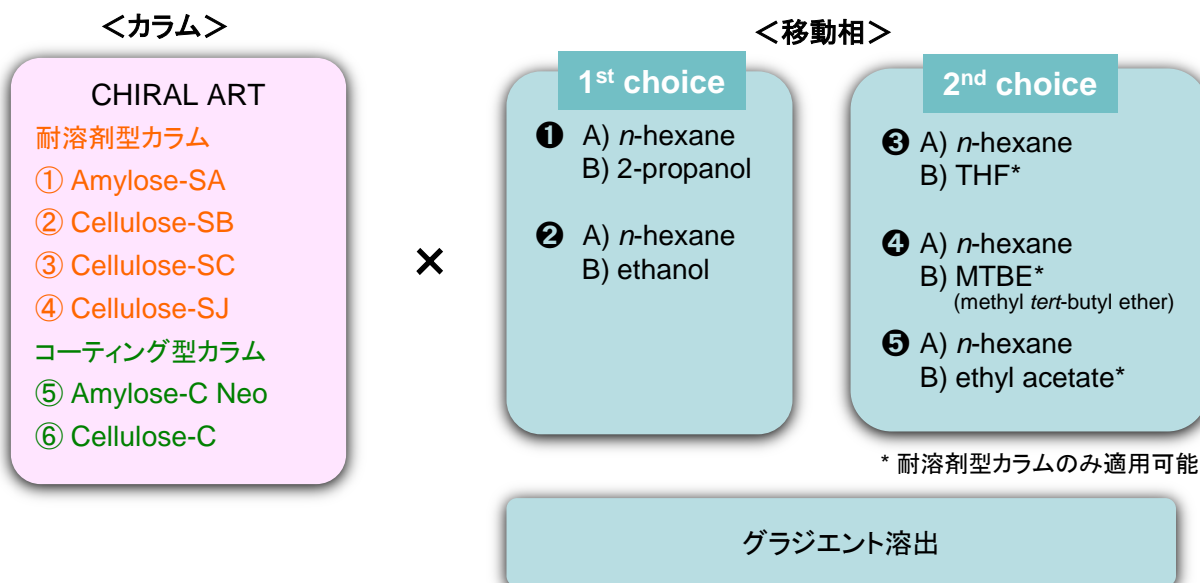
U190520A

光学分割や光学純度の測定に用いられるキラルクロマトグラフィーでは、最適なカラムや移動相を予測することは困難です。そのため、迅速な分離メソッド開発には、網羅的にカラムや移動相を検討するメソッドスカウティングが有用です。キラル分離用カラムCHIRAL ARTとして耐溶剤型4種、コーティング型2種の計6種類のラインナップがあり、これらのカラムでメソッドスカウティングを行うことで、迅速に分離メソッドの設定を行うことができます。

分離条件検討の流れ



メソッドスカウティングの方法



良好なピークが得られない場合には移動相への添加剤を検討

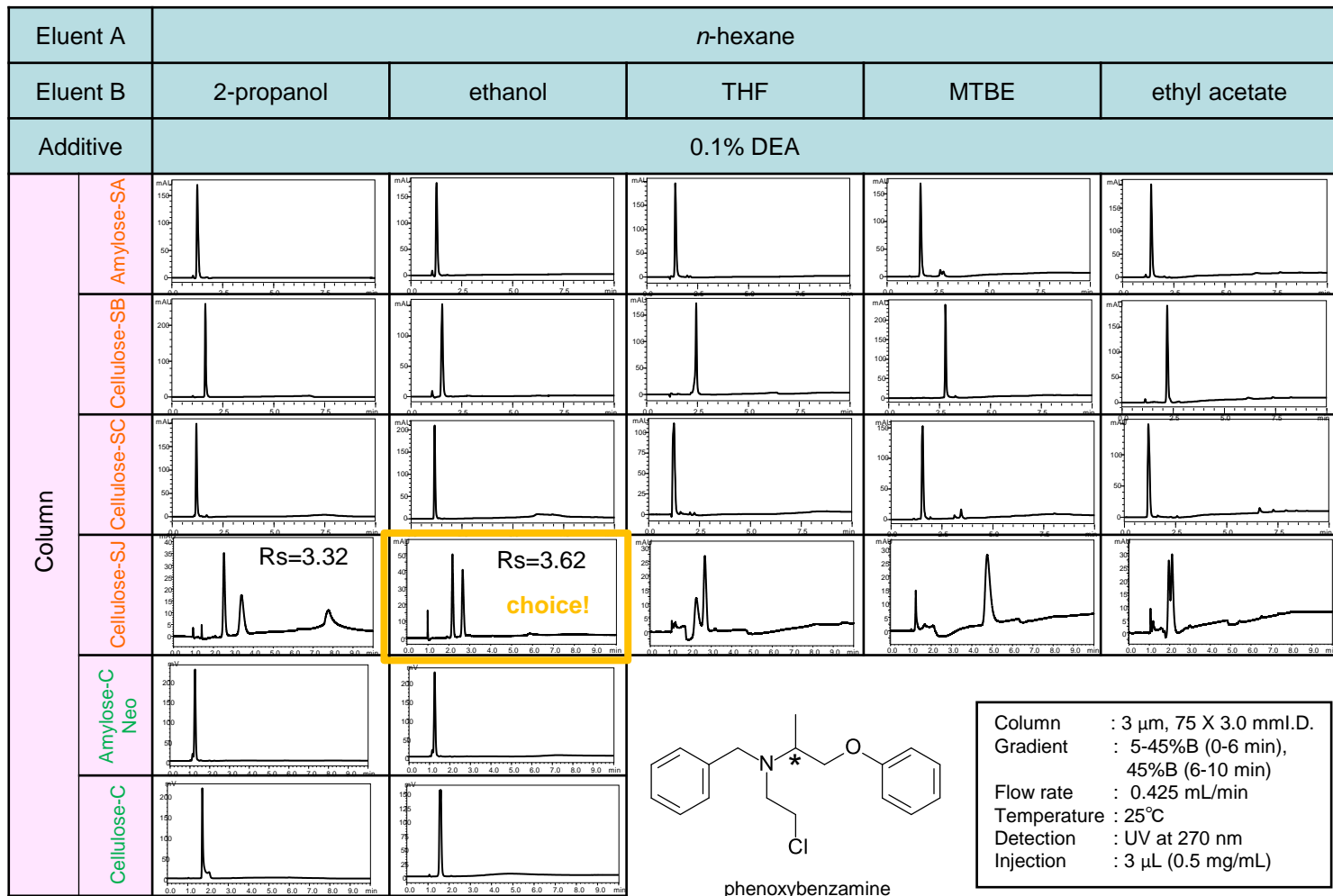
塩基性化合物 : 塩基添加剤 (ジエチルアミン (DEA) など)

酸性化合物 : 酸添加剤 (トリフルオロ酢酸 (TFA), ギ酸など)

0.1%程度添加

メソッドスカウティング例

Phenoxybenzamine について、メソッドスカウティングを実施した例を示します。分離達成した条件のうち分離度や保持時間、不純物との分離などから良好な条件を選択し、最適化を実施します。



分離条件最適化

メソッドスカウティングの結果をもとに、分離条件を最適化します。メソッドスカウティングでのグラジエント条件からアイソクラティック条件に移行する際には、下に示すように1本目のピークが溶出した移動相比率から、極性の高い有機溶媒の比率を10-15%程度下げて検討します。粒子径やカラムサイズなどは、目的に合わせて選択します。短時間で分析条件を確立したい場合は、粒子径3 μmのショートカラムが有効です。分取精製を目的とした場合には、粒子径5 μm, 250 X 4.6 mm.I.D.のカラムで最適化し負荷量検討を実施すると、スケールアップが容易に行えます。

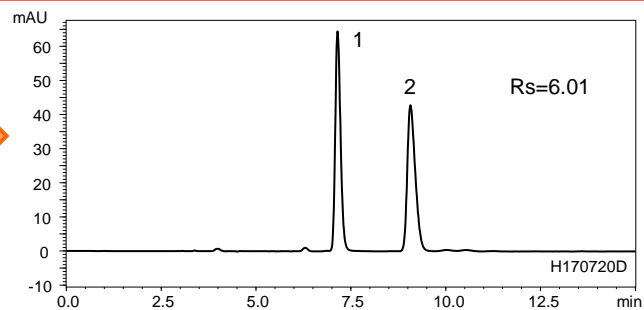
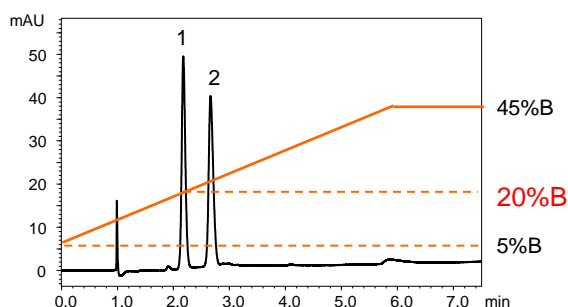
分離条件最適化における検討項目

- 移動相 (グラジエント⇒アイソクラティック)
- 粒子径、カラムサイズ
- 流速
- 注入量 など

スカウティング結果から選択した条件

Column : CHIRAL ART Cellulose-SJ
 3 μm, 75 X 3.0 mm.I.D.
 Eluent : A) *n*-hexane/DEA (100/0.1)
 B) ethanol/DEA (100/0.1)
 5-45%B (0-6 min)

最適化



Column : CHIRAL ART Cellulose-SJ
 5 μm, 250 X 4.6 mm.I.D.
 Eluent : *n*-hexane/ethanol/DEA (95/5/0.1)
 Flow rate : 1.0 mL/min
 Temperature : 25 °C
 Detection : UV at 270 nm
 Injection : 5 μL (1.0 mg/mL)