

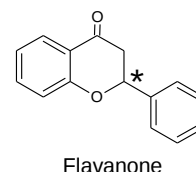
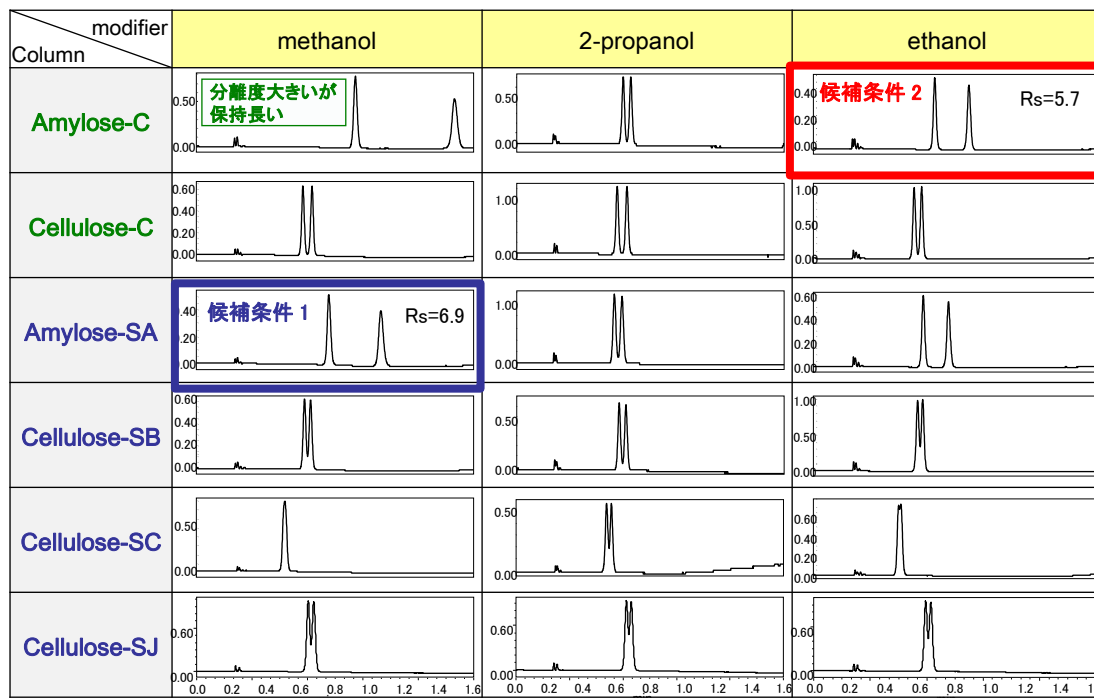
キラル化合物のSFC高速メソッドスカウティングと分取へのスケールアップ

R161220B

迅速に分離メソッド開発を行うためには、メソッドスカウティングが有効です。
Alcyon SFC CSPカラムによるメソッドスカウティングを用いたフラバノンの分離メソッド開発、および分取へのスケールアップ例を紹介します。

3 μ mカラムを用いた高速メソッドスカウティング

Alcyon SFC CSPのショートカラムを用い、6種類のカラムと3種類の移動相を組み合わせたメソッドスカウティングを行うことで、短時間で適切な分離条件を見つけることが可能です。

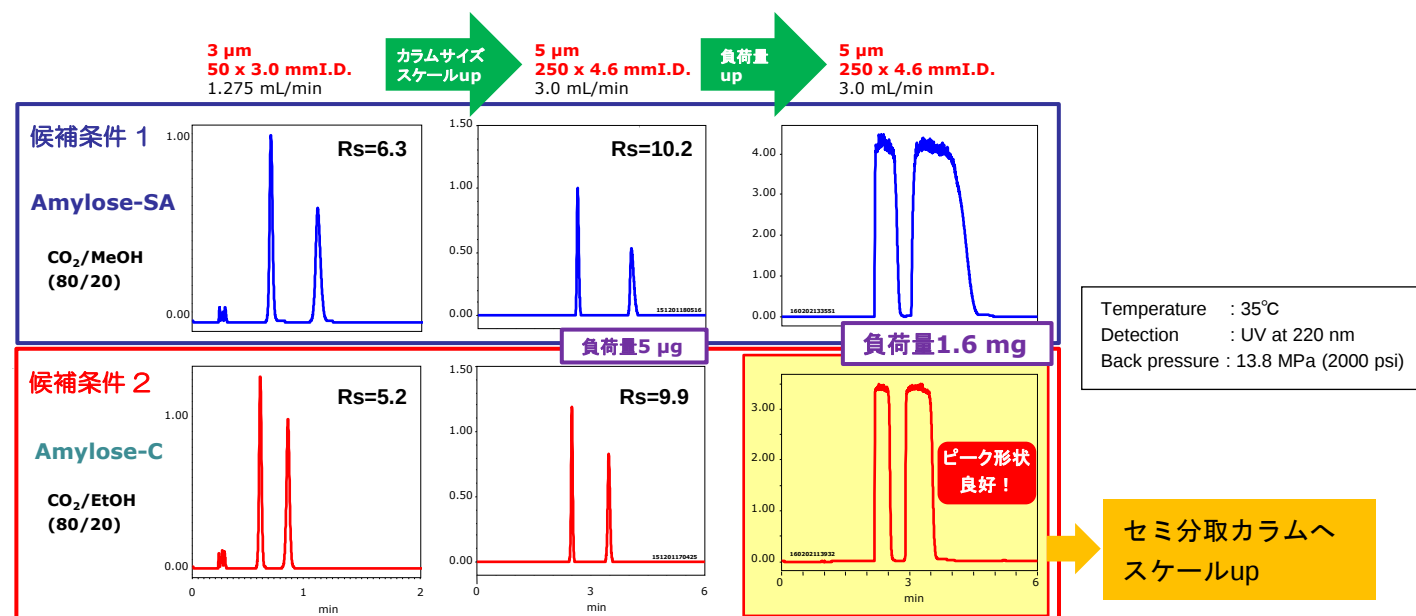


Column : Alcyon SFC CSP
3 μ m, 50 X 3.0 mmI.D.
Eluent : A) CO₂
B) modifier
10-50%B (0-1.67 min)
Flow rate : 1.275 mL/min
Detection : UV at 220 nm
Temperature : 40°C
Back pressure : 13.8 MPa (2000 psi)
Sample : 1.0 mg/mL
Injection : 0.7 μ L

* Cellulose-SJは5 μ mを使用

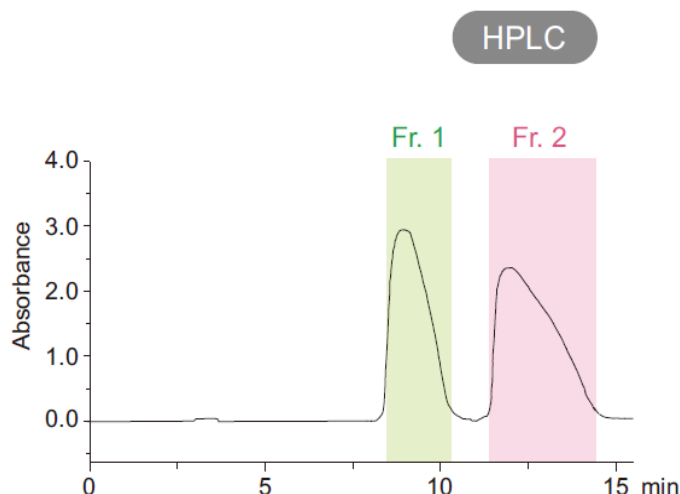
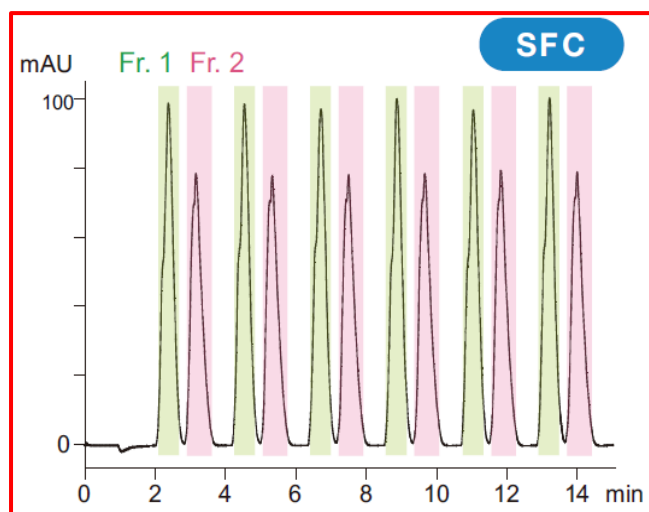
条件の最適化と負荷量の検討

スカウティング結果より、条件の最適化を行います。グラジエント条件からアイソクラティック条件に変更する場合は、最初のピークが溶出する移動相条件からmodifier比率を5-10%下げて検討します。分離条件を最適化した後、カラムサイズや負荷量など分取へのスケールアップ検討を行います。



分取精製

SFCでは超高速分離でも優れたピーク形状が得られるため、分取精製においても高純度かつ高回収率で目的物を精製することができます。高速分離に加えスタッキングインジェクションを利用することで、高効率かつ省溶媒・低コストの精製を実現します。



<分取SFC条件>

Column : Alcyon SFC CSP Amylose-C
5 μ m, 250 X 20 mmI.D.
Eluent : CO₂/ethanol (80/20)
Flow rate : 60 mL/min
Detection : UV at 280 nm
Injection : 1.5 mL (20 mg/mL)
Temperature : 30°C
Back pressure : 15 MPa (2180 psi)

<分取HPLC条件>

Column : CHIRAL ART Amylose-C
5 μ m, 250 X 20 mmI.D.
Eluent : *n*-hexane/ethanol (90/10)
Flow rate : 20 mL/min
Detection : UV at 220 nm
Injection : 3 mL (20 mg/mL)
Temperature : ambient

Column : 250 X 20 mmI.D.		SFC		HPLC	
		Fr. 1	Fr. 2	Fr. 1	Fr. 2
光学純度	(%ee)	> 99.9	99.8	> 99.9	99.7
回収率	(%)	94.5	95.6	95.7	93.7
生産性*	(mg product / hr)	340	344	172	169
分画液量	(L solvent / g product)	0.39	0.57	1.15	2.88
溶媒消費量	(L solvent / g product)	2		7	

*生産性について、HPLC分取は9 minごと、SFC分取は2.5 minごとにスタックインジェクトした場合で計算。



SFC用カラムAlcyon SFC

超臨界流体クロマトグラフィー (SFC)カラム Alcyon SFCは、キラルはもちろん、アキラルな化合物の分離にも対応できる高性能カラムを豊富にラインナップしています。

充填剤・カラムは自社製造で、HPLCカラムと同様に厳格な品質管理を行っているため、ピーク形状、再現性に優れ、トレーサビリティも確保しています。SFCでは高速で分離できるため分析・分取の処理量アップが可能です。

