

## 多糖誘導体型光学異性体分離用カラムを用いたキラル化合物の逆相分離のポイント —pH値による保持挙動の変化と分離最適化例—

F140718A

### 多糖誘導体型光学異性体分離用カラム CHIRAL ART の特長

CHIRAL ART (キラルアート)は、キラルセクターとして多糖誘導体をシリカゲルに導入した光学異性体分離用カラムです。高い立体認識能を有するため、広範囲のキラル化合物の分離が可能です。また、cis-trans異性体や位置異性体の分離にも有効です。コストパフォーマンスも優れ、分析用カラムから分取カラム・大量分取用のバルク充填剤まで用途に応じて幅広く対応します。

CHIRAL ART 耐溶剤型カラムは、多糖誘導体をシリカゲルに固定化したカラムで、一般的なHPLC用カラムに使用可能な溶媒を適用できます。非水系から水系溶媒まで使用できるため、順相と逆相の両モードでの使用が可能です。分析対象物がヘキサンなどの非水系有機溶媒に溶解しにくい水溶性化合物の場合、逆相モードを用いることで分離最適化が容易になるケースがあります。

#### ラインナップ(耐溶剤型)

カラム/充填剤	粒子径 (μm)	キラルセクター	分離モード 使用pH範囲	使用温度範囲 使用圧力上限
CHIRAL ART Amylose-SA	3	Amylose tris(3,5-dimethylphenylcarbamate)	順相・逆相 2.0 - 9.0	0~40°C 30 MPa
CHIRAL ART Cellulose-SB	5	Cellulose tris(3,5-dimethylphenylcarbamate)		
CHIRAL ART Cellulose-SC	10	Cellulose tris(3,5-dimethylphenylcarbamate)		
	20	Cellulose tris(3,5-dichlorophenylcarbamate)		
使用可能な溶媒	順相	<i>n</i> -ヘキサン、 <i>n</i> -ヘプタン、メタノール、エタノール、2-プロパノール、アセトニトリル、酢酸エチル、テトラヒドロフラン、ジクロロメタン、クロロホルム、 <i>t</i> -ブチルメチルエーテルなど		
	逆相	アセトニトリル、メタノール、エタノール、2-プロパノール、テトラヒドロフラン、水、緩衝液など		

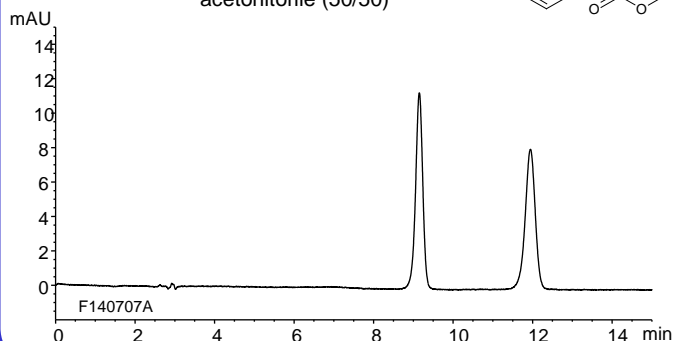
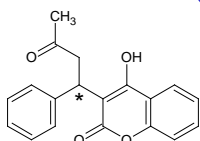
### 逆相条件下でのイオン性化合物分離最適化のポイント

- 移動相 ⇒ 分析対象化合物のイオン化を抑制するpH値を選択する  
(保持が増大し、分離の可能性up)
- カラム ⇒ 耐久性に優れた「CHIRAL ART 耐溶剤型カラム」が最適

#### 分離最適化例

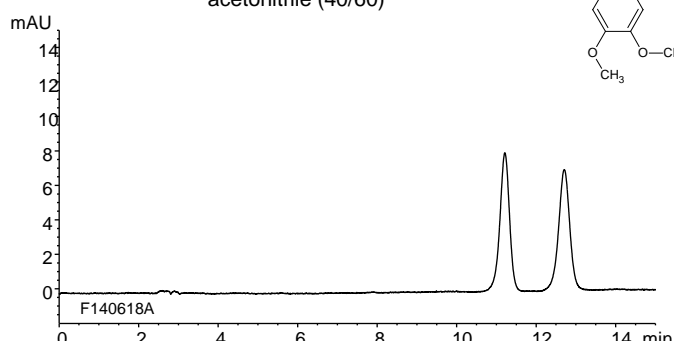
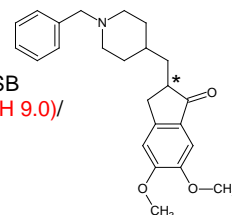
##### Warfarin (pKa 5.56)

Column : CHIRAL ART Cellulose-SB  
Eluent : 20 mM phosphoric acid (pH 2.1)/  
acetonitrile (50/50)



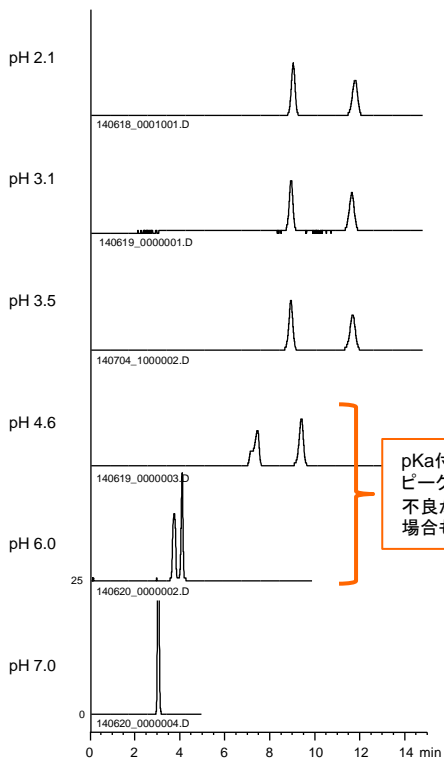
##### Donepezil (pKa 8.62)

Column : YMC CHIRAL Cellulose-SB  
Eluent : 20 mM NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub>-DEA (pH 9.0)/  
acetonitrile (40/60)

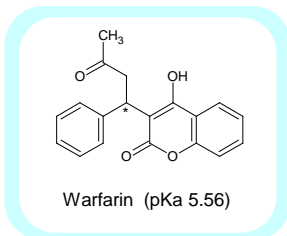


## 逆相条件下での酸性化合物の保持挙動

### ● 移動相のpH変更に伴う保持挙動の変化

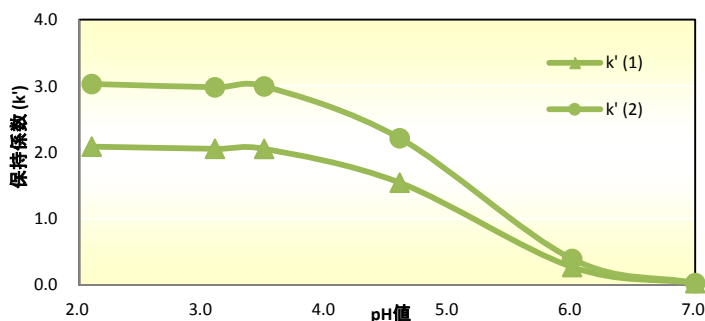


pKa付近では  
ピーク形状  
不良が生じる  
場合もある



Column	: CHIRAL ART Cellulose-SB 5 $\mu$ m 250 X 4.6 mm.I.D.
Eluent	: 20 mM phosphate buffer/acetonitrile (50/50)
Flow rate	: 1.0 mL/min
Temperature	: 25°C
Detection	: UV at 254 nm
Injection	: 2 $\mu$ L (0.2 mg/mL)

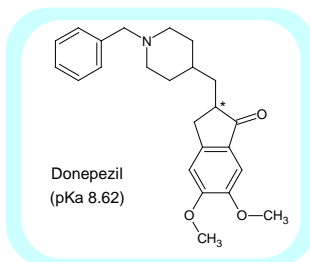
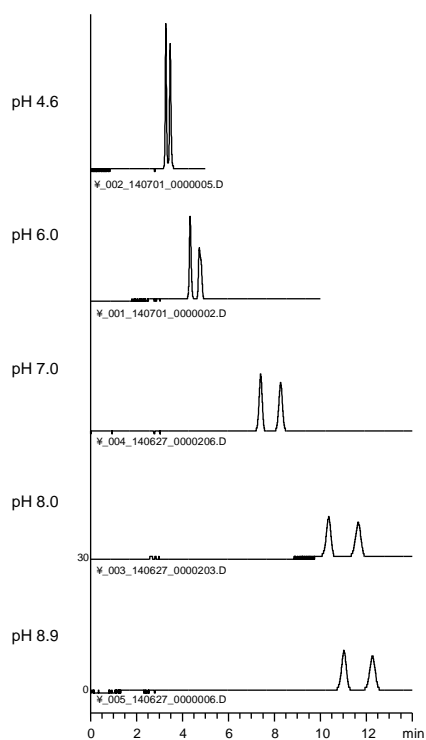
Warfarinの保持挙動



酸性化合物はpKaより移動相pHを低くすることにより  
イオン化が抑制されて保持が大きくなり、分離達成

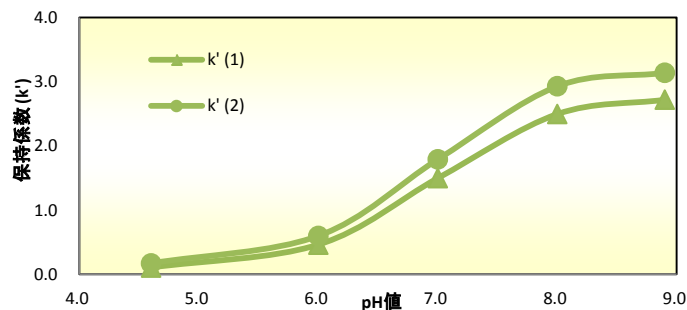
## 逆相条件下での塩基性化合物の保持挙動

### ● 移動相のpH変更に伴う保持挙動の変化



Column	: CHIRAL ART Cellulose-SB 5 $\mu$ m 250 X 4.6 mm.I.D.
Eluent	: 20 mM phosphate buffer/acetonitrile (40/60)
Flow rate	: 1.0 mL/min
Temperature	: 25°C
Detection	: UV at 254 nm
Injection	: 2 $\mu$ L (0.2 mg/mL)

Donepezilの保持挙動



塩基性化合物はpKaより移動相pHを高くすることにより  
イオン化が抑制されて保持が大きくなり、分離達成