

30D-am15

中圧クロマト用キラルカラム“CHIRALFLASH[®]”および2次元キラルTLCの開発

○蓑田 稔治¹, 中井 康人¹, 能勢 悟¹, 竹谷 徳朗¹, 金井 一吉¹, 池田 勇¹(¹ダイセル化学)

【目的】中圧クロマト法は、目的成分を簡易に分離精製する手段として現在広く普及している。しかしながら、中圧クロマトでのキラル化合物の直接分離の適用例はこれまでほとんど報告されていなかった。そこでキラル分離を目的とした中圧クロマト用キラルカラム、および分離条件検討用の2次元キラルTLCを検討・開発したので報告する。

【方法】アミロース3,5-ジメチルフェニルカルバメートをシリカゲルに固定化し耐溶剤性を持たせたキラル充填剤（IA型、粒子径20 μ m）を充填して、中圧クロマト用キラルカラム（樹脂製、内径3cm ϕ 、充填長10cm）を作製した。また、同じキラル充填剤を使用して2次元キラルTLCを作製した。幾つかのラセミ化合物を用いて中圧クロマト用キラルカラムによるキラル分離及び負荷量試験を実施し、また、2次元キラルTLCとの相関性について評価した。

【結果および考察】作製した中圧クロマト用キラルカラムを用いて、例えばラセミ化合物に催眠鎮痛剤Hexobarbitalを使用して、移動相にn-ヘキサン/IPA = 90/10 vol/volを使用したところ、 $k' = 2.5$ 、 $\alpha = 2.0$ のキラル分離性能を示した。また、過負荷濃度条件下で約90mg/injectionのサンプル負荷性能を示した。

一方で、2次元キラルTLCにおいても同一溶媒条件下でのキラル分離を観察し、中圧クロマト法の分離条件検討用として使用できることを確認できた。

本検討の結果から、既に普及している中圧クロマト装置に搭載が可能な中圧クロマト用キラルカラムおよび中圧クロマト分離条件検討用の2次元キラルTLCを用いることによって、従来にない簡便なキラル分離法を見出すことができた。