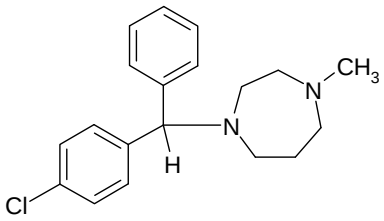
Application No. L3014

ホモクロルシクリジン　– pHと負荷量 –
Homochlorcyclizine

創薬、化学合成において、精製は欠かせません。精製の手法の一つとして、分取液体クロマトグラフィーがあります。
ここでは、ホモクロルシクリジン分解生成物(過塩素酸水素を添加して70時間放置したもの)を大量注入して分取条件を検討しました。
解離性物質は溶離液のpHによって、保持時間、負荷量が変化するので、条件の最適化が必要です。
化学的耐久性の高い*L-column3* は、幅広いpH範囲で使用可能なので、効率的な分取精製が期待できます。

キーワード　：　C18, ODS, オクタデシルシリル化シリガケル, 分取精製, ホモクロルシクリジン
Key words　：　Octadecyl silanized silica gel, Preparative purification, Homochlorcyclizine
Column　：　*L-column3 C18* (USP category: L1)

[Analytical conditions]
Column　：　*L-column3 C18* (C18, 5 μm, 12 nm); 2.1 mm I.D. × 150 mm L.; Cat. No. 812020
Eluent　：　A: CH_3CN; B: 25 mM Phosphate buffer
A/B, 5/95-75/25-75/25 (0-30-40 min)
Flow rate　：　0.2 mL/min
Temperature　：　40 ℃
Detection　：　UV 220 nm
Injection volume　：　5 μL (10 g/L)
System　：　NEXERA (SHIMADZU CORPORATION)
Sample　：　Homochlorcyclizine



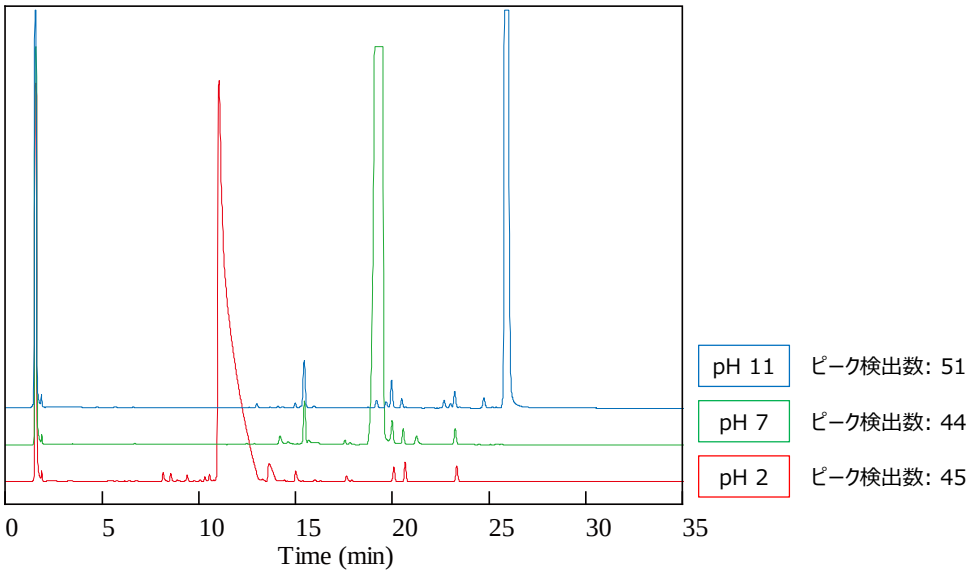


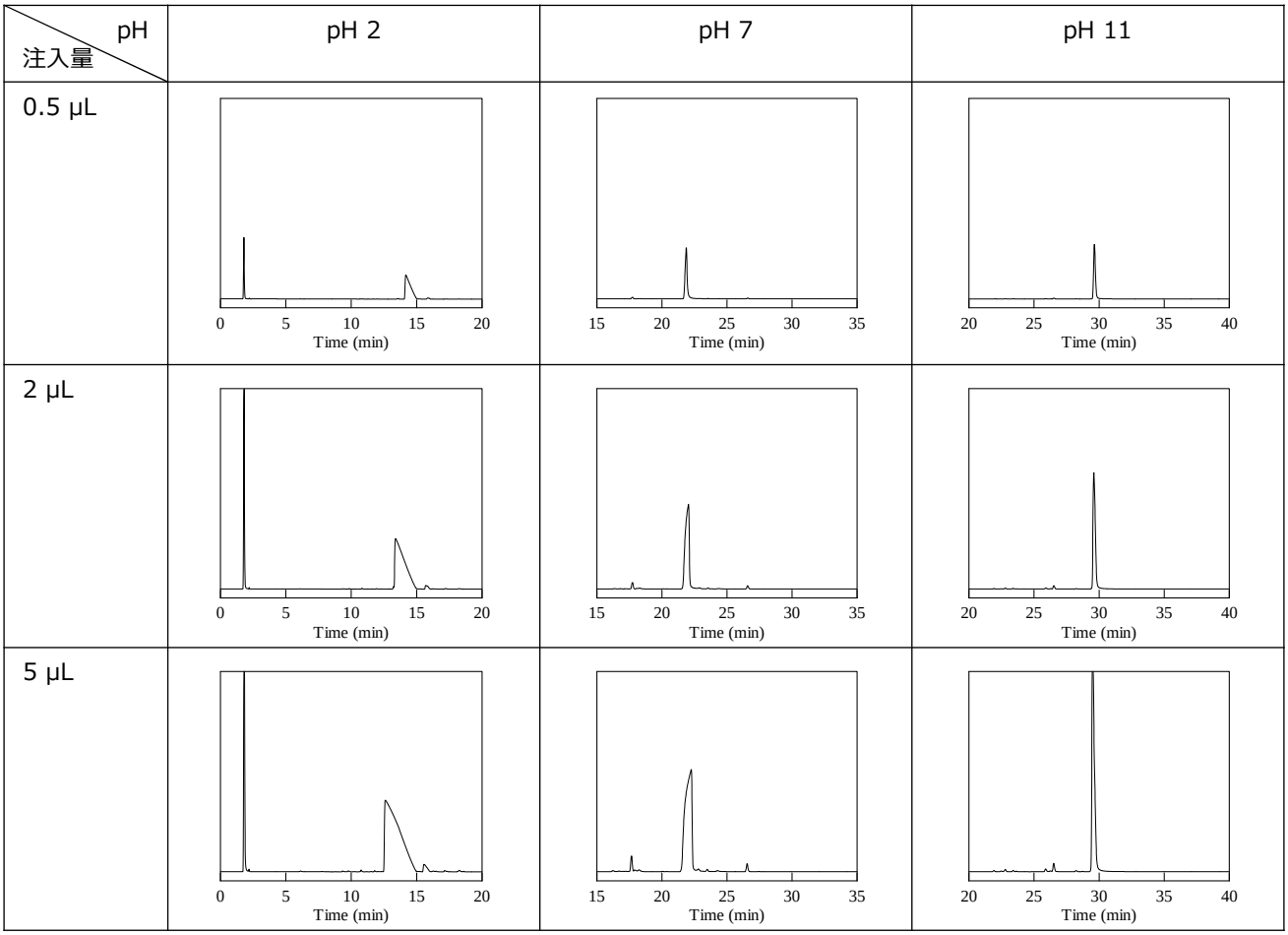
Fig. 1 Chromatogram of Homochlorcyclizine. (Injection volume: 5 μL)

溶離液のpHによって、各ピークの保持時間が変化します。
ホモクロルシクリジンは、アルカリ性溶離液での分析において、主ピークと夾雑ピークの分離が良好で、シャープなピークが得られました。

一般財団法人 化学物質評価研究機構
Chemicals Evaluation and Research Institute, Japan
東京事業所 クロマト技術部
Chromatography Department, CERI Tokyo
〒345-0043 埼玉県北葛飾郡杉戸町下高野1600番地　TEL: 0480-37-2601　FAX: 0480-37-2521　E-mail: chromato@ceri.jp

無断転用禁止

[Analytical conditions]
Column : *L-column3 C18* (C18, 5 μm, 12 nm); 2.1 mm I.D. × 150 mm L.; Cat. No. 812020
Eluent : A: CH_3CN; B: 25 mM Phosphate buffer
A/B, 5/95-75/25-75/25 (0-30-40 min)
Flow rate : 0.2 mL/min
Temperature : 40 ℃
Detection : UV 240 nm
Inject volume : 0.5 μL, 2 μL, 5 μL (10 g/L)
System : NEXERA (SHIMADZU CORPORATION)
Sample : Homochlorcyclizine



分取を行なう前に、分析用のカラムで分離状態、
分離を損なわない程度の最大注入量を把握します。

負荷量を超えると、隣接するピークと未分離になる、ピーク形状が悪くなる、保持時間の再現性がなくなる、といったクロマトグラムになります。

Fig. 2 Chromatogram of Homochlorcyclizine. (Comparison of Injection volume)

ホモクロルシクリジンは、アルカリ性溶離液での分析において、保持時間の再現性が良好で、大量注入によるピーク形状の悪化がありません。この条件を分取に用いると、効率的な分取精製が期待できます。

(第24回LC&LC/MSテクノプラザ2018)ポスター発表

一般財団法人 化学物質評価研究機構
Chemicals Evaluation and Research Institute, Japan
東京事業所 クロマト技術部
Chromatography Department, CERI Tokyo
〒345-0043 埼玉県北葛飾郡杉戸町下高野1600番地　TEL: 0480-37-2601　FAX: 0480-37-2521　E-mail: chromato@ceri.jp

無断転用禁止