

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カゲル, 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 μ m, 12 nm); 2.1 mm I.D. \times 150 mm L.; Cat. No. 812020
 Eluent : A: CH₃CN; 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 $^{\circ}$ C
 Detection : UV 220 nm
 Injection volume : 5 μ L (10 g/L)
 System : NEXERA (SHIMADZU CORPORATION)
 Sample : Homochlorcyclizine

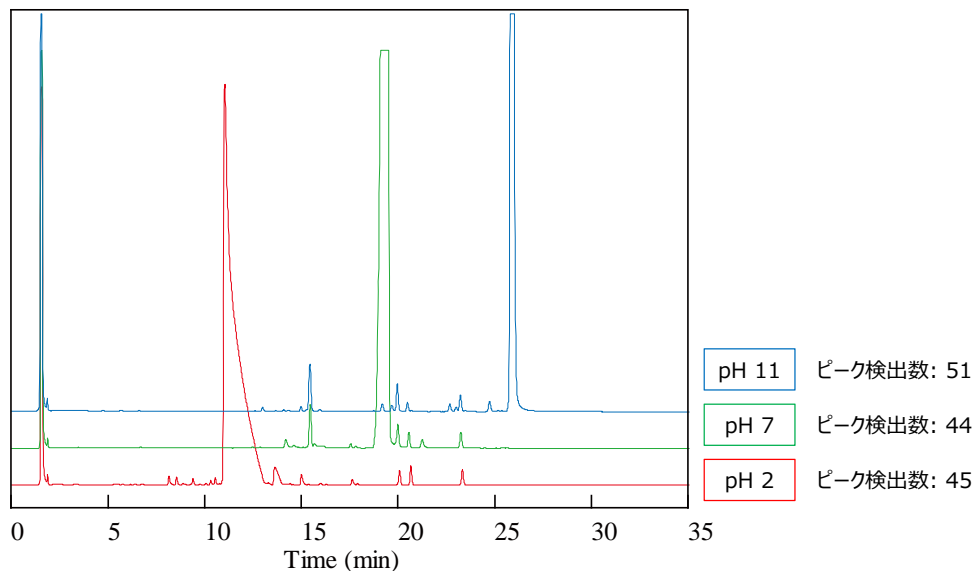
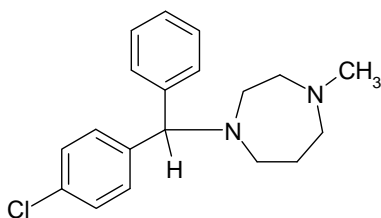
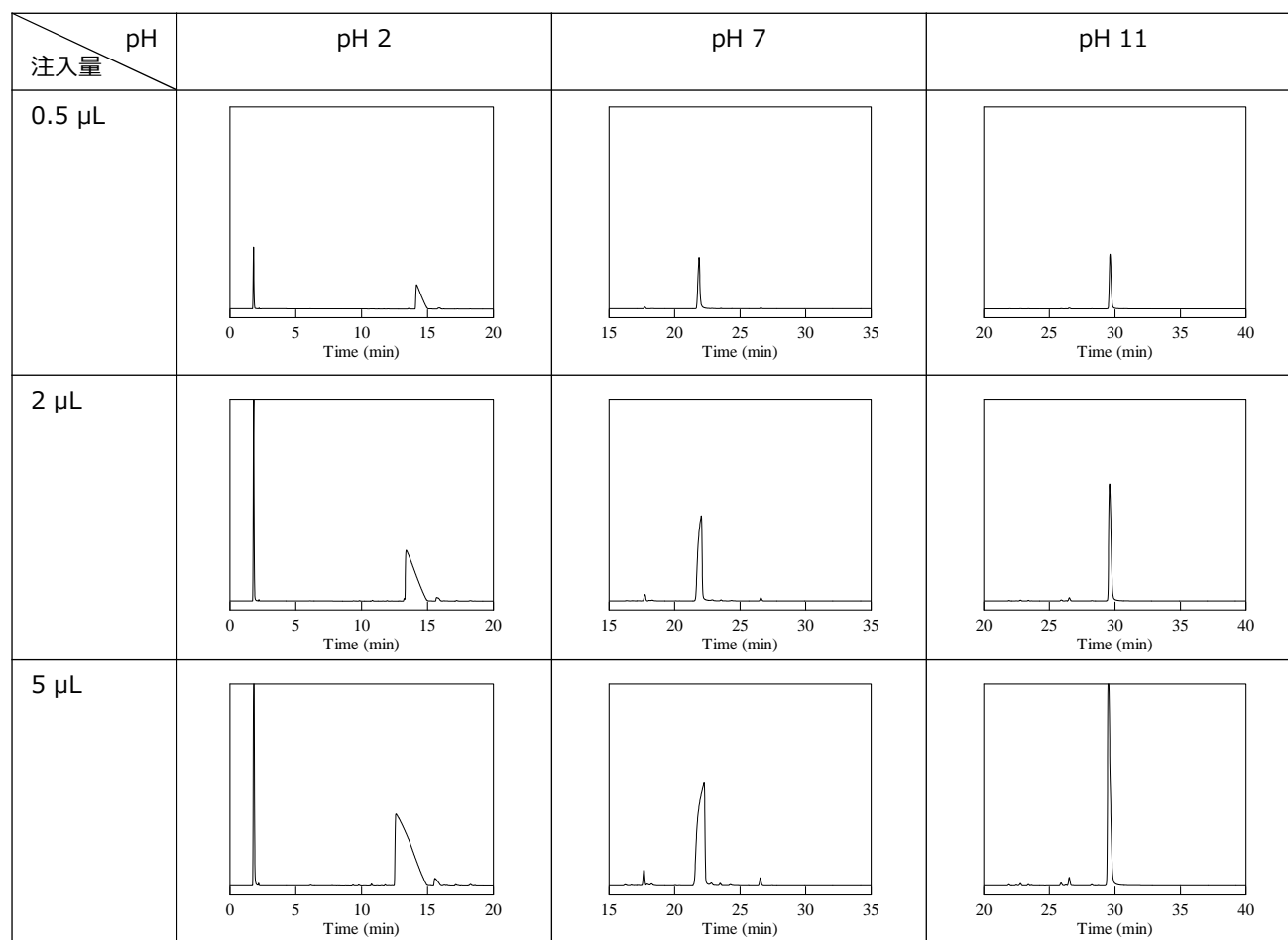


Fig. 1 Chromatogram of Homochlorcyclizine. (Injection volume: 5 μ L)

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。

[Analytical conditions]

Column : L-column3 C18 (C18, 5 μ m, 12 nm); 2.1 mm I.D. \times 150 mm L.; Cat. No. 812020
 Eluent : A: CH₃CN; 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 $^{\circ}$ C
 Detection : UV 240 nm
 Inject volume : 0.5 μ L, 2 μ L, 5 μ L (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。