

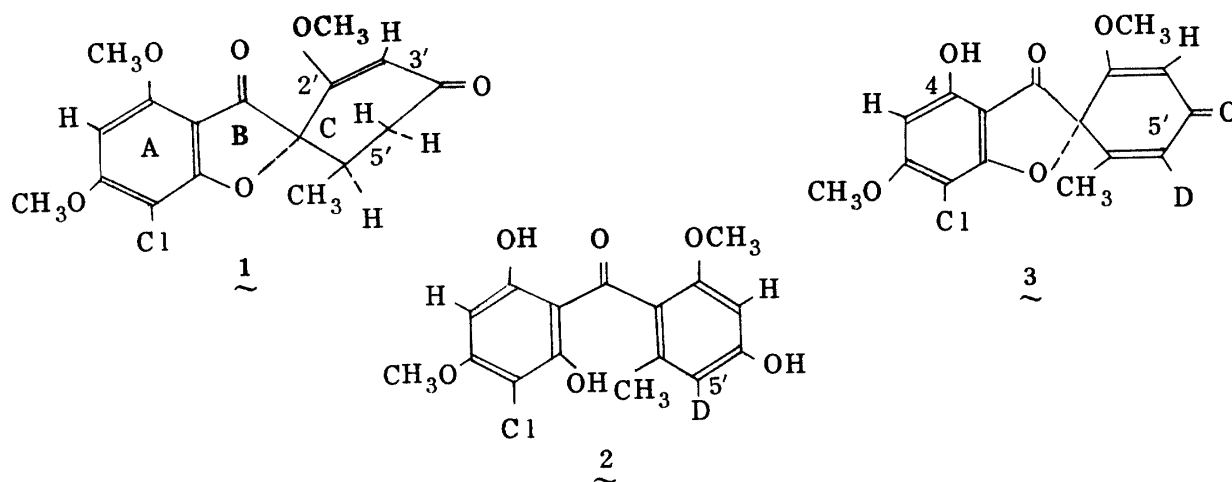
Title	ベンツ[a]アントラセン類の高速液体クロマトグラフィー
Sub Title	
Author	紺野, 勝信(Konno, Katsunobu) 篠原, 宣(Suzuki, Masao) 鈴木, 政雄(Takitani, Shoji) 滝谷, 昭司(Tada, Keizo) 多田, 敬三(Takitani, Reiko) 滝谷, 玲子
Publisher	共立薬科大学
Publication year	1977
Jtitle	共立薬科大学研究年報 (The annual report of the Kyoritsu College of Pharmacy). No.22 (1977.) ,p.151- 153
JaLC DOI	
Abstract	
Notes	学会講演要旨
Genre	Technical Report
URL	https://koara.lib.keio.ac.jp/xoonips/modules/xoonips/detail.php?koara_id=AN00062898-00000022-0152

慶應義塾大学学術情報リポジトリ(KOARA)に掲載されているコンテンツの著作権は、それぞれの著作者、学会または出版社/発行者に帰属し、その権利は著作権法によって保護されています。引用にあたっては、著作権法を遵守してご利用ください。

The copyrights of content available on the Keio Associated Repository of Academic resources (KOARA) belong to the respective authors, academic societies, or publishers/issuers, and these rights are protected by the Japanese Copyright Act. When quoting the content, please follow the Japanese copyright act.

[2- ^{13}C]-, and [1, 2- $^{13}\text{C}_2$] acetate, and demonstrated that griseofulvin is composed of two types of disposition with respect to acetate units on ring A.⁷⁾

In this congress, we shall present further ^2H and ^{13}C nmr studies on griseofulvin biosynthesis. In the ^2H nmr studies, it was demonstrated that [5'- ^2H]griseophenone B (2) and [5'- ^2H]-4-normethyldehydrogriseofulvin (3) are transformed to [5' α - ^2H] griseofulvin. These results regarding the 5' α - ^2H configuration coincide with the previous experiments⁶⁾ in which [2- $^2\text{H}_3$]acetate was used as a tracer.



In the ^{13}C nmr studies, first, the feeding experiments with 0.5% of diethyl [2- ^{13}C]malonate and 0.5% of sodium acetate showed that all expected carbons are enriched with unexpected 6'-methyl carbon. The results in other feeding conditions will be also discussed. And, ^{13}C - ^2H couplings were examined in order to elucidate the behavior of hydrogen in the griseofulvin biosynthesis. Samples were [2', 3'- ^2H]- and [5' α , 5' β - ^2H]-griseofulvin, [5' β - ^2H]griseofulvin derived from [2- ^{13}C]acetate-enriched griseofulvin, and [^{13}C , ^2H]-griseofulvin derived from [2- ^{13}C , 2- $^2\text{H}_3$]acetate.

ベンツ [a] アントラセン類の高速液体クロマトグラフィー

紺野勝信, 篠原宣, 鈴木政雄, 滝谷昭司 (東理大・薬)
多田敬三, 滝谷玲子

〔日本分析化学会第25年会 (1976年10月) で発表〕

〔目的〕 多環芳香族炭化水素の高速液体クロマトグラフィーは、発ガン性環境汚染物質との観点から多くの研究がなされているが、置換基を有する化合物についての報告はすくない。

7) Y.Sato, T.Oda, and S.Urano, *ibid.*, 1976, 3971.

そこで、本研究報ではベンツ〔a〕アントラセンの誘導体として、おもに7位と12位に置換基を有する化合物について、逆相分配型の高速度液体クロマトグラフィーにより、圧力、温度、溶媒組成と溶出時間との関係をもとにして分離条件を設定し、さらにその定量を試みた。

〔方法〕 試料は、(8)：ベンツ〔a〕アントラセン、その誘導体で、(1) 7-NHAC, (2) 7.12-di-OCOCH₃, (3) 7-CH=NOH, (4) 7-NH₂, (5) 7-CHO, (6) 7-CN, (7) 7-NO₂, (9) 12-CH₃, (10) 7.12di-CH₃, (11) 7-Cl, (12) 5.6di-CH₃, (13) 7-Br, (15) 7.12di-C₆H₅, その他、(14)：ジベンツ〔a, h〕アントラセンを用い、ジオキサンで適当な濃度にしその3 μ lを注入した。装置は、島津デュポン高速液体クロマトグラフ830型、検出器は紫外線吸光度計、分光けい光光度計を用いた。

分析用カラムは“Permaphase” ODS (内径2.1mm, 長さ1 m), 対称用カラムは“Zipax” (内径2.1mm, 長さ1 m)を用い、溶媒は45~75%範囲のメタノール・水、カラム圧は50~110kg/cm², カラム温度は室温~60°Cの条件について検討した。

〔実験結果〕 はじめに基礎的検討として、溶出時間とカラム圧力、温度及び溶媒組成の関係を調べた結果、圧力、温度と溶出時間の対数値の間に直線関係が得られ、また、メタノール濃度は高いほど溶出時間が短くなり、Fig. 1に示す関係が得られた。これらの結果をもとにして、一定の溶媒組成における分離条件を検討し、圧力：70kg/cm², 温度：60°C, 溶媒：57.5%メタノール、の条件下で良い分離が得られた (Fig. 2)。各ピークの溶出時間の変動係数はほぼ3% (n=5)以下であった。なお、グラジエント法による分離について検討したところ、45→75%メタノール (1%/min)の溶媒条件で、分離が一層向上し、溶出時間を30分以内に短縮することができた。さらに、溶媒を57.5%メタノールの条件下で定量を試み、UVを検出器とした時、十数 ng 以上の試料量と内部標準物質 (ベンツ〔a〕アントラセン)とのピーク高比の間に良い直線関係が得られた。

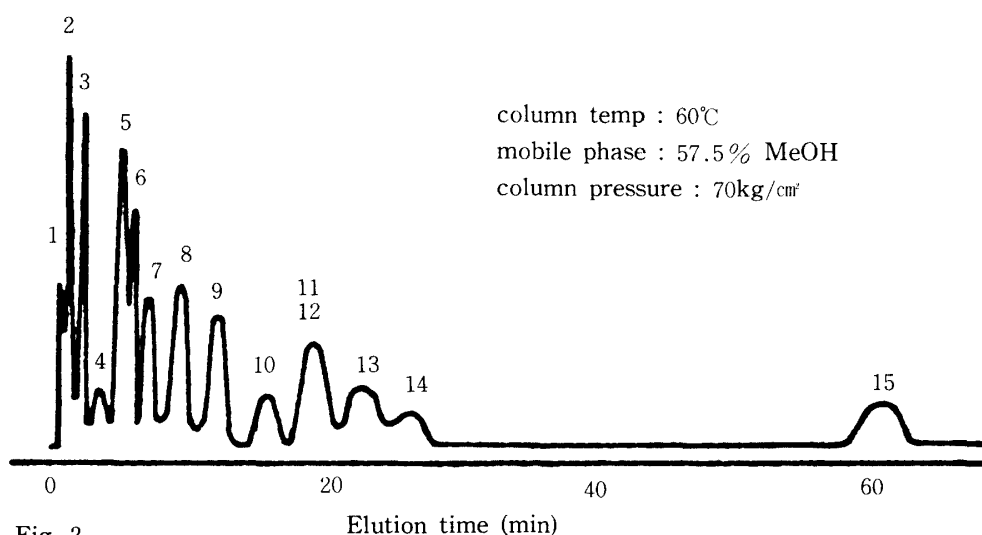


Fig. 2

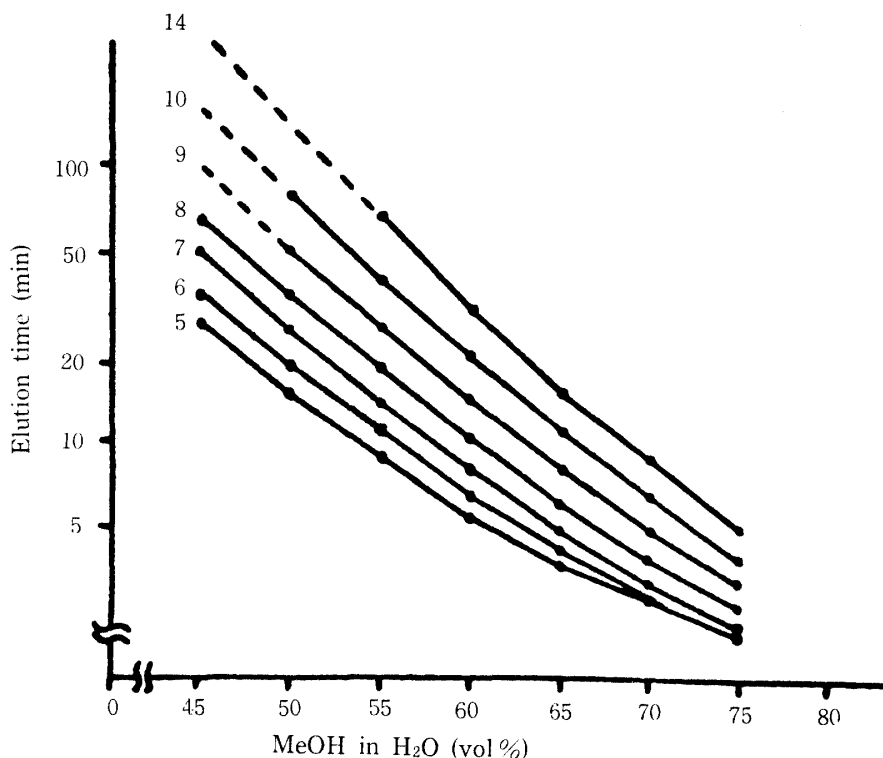


Fig. 1 Plot of logarithm elution time against MeOH in H₂O as mobile phase.

ベンツ〔a〕アントラセン類の高速液体クロマトグラフィー（第2報） けい光検出器を用いた分離定量

紺野勝信，鈴木政雄，滝谷昭司（東理大・薬）
多田敬三，滝谷玲子

〔日本薬学会 第97年会（1977年4月）で発表〕

〔目的〕 前報（日本分析化学会第25年会）において，がん原性多環芳香族炭化水素のうち，ベンツ〔a〕アントラセン（BA）類のUV検出器を用いた高速液体クロマトグラフィー（HPLC）につき報告したが，今回は，より微量な分離定量を行なうことを目的として，けい光検出器を用いたHPLCを試みた。

〔実験〕 試料は，主として7位と12位に置換基を有するBA誘導体十数種類を用いた。装置は，島津デュポン高速液体クロマトグラフ830型，検出器は，紫外線吸光度計及び島津分光けい光スペクトロモニタRF-510LC，充填剤は，ODSの化学結合型のものを用い，溶媒は，30～50%範囲のアセトニトリル-水系，カラム圧力は，50～100kg/cm²，カラム温度は，室温～60°Cの条件について検討を行なった。

〔結果・考察〕 移動相組成：40%アセトニトリル-水，カラム温度：60°C，カラム圧力：70kg/