

단 신

N-아실-1-아릴아미노알칸류 화합물들의 광학분할을 위한 새로운 키랄정지상의 개발

柳 在 政

경북대학교 화학교육과

(1998. 8. 3 접수)

Development of a New Chiral Stationary Phase for the Enantioseparation of Racemic N-Acyl-1-arylaminoalkanes

Jae Jeong Ryoo

Department of Chemistry Education, Kyungpook National University, Taegu 702-701, Korea

(Received August 3, 1998)

생체는 광학활성인 L-아미노산으로 이뤄진 단백질이 주성분으로서 키랄성(chirality)이므로 라세미체를 구성하는 두 거울상 이성질체는 생체내에서 종종 서로 다른 생리활성을 나타낸다.^{1,2} 따라서 서로 상이한 생리활성을 나타내는 두개의 거울상 이성질체를 분리하는 것은 매우 중요하다.³ 두 개의 거울상 이성질체를 분리하는 방법에는 간접 분리방법과 직접 분리방법이 있다.⁴ 직접 분리방법은 두 개의 거울상 이성질체와 키랄선택자가 일시적인 부분입체 이성질체를 형성하는 과정에 의하여 순수한 광학이성질체를 분리하므로, 간접 분리방법에서 공유결합성 부분입체 이성질체를 만들기 때문에 생기는 여러 문제점들을 피할 수 있다. 액체 크로마토그래피를 이용한 직접 분리방법에는 키랄이동상 방법, 키랄이동상 첨가제 방법 그리고 키랄정지상(Chiral Stationary Phase: CSP) 방법이 있다.⁵ 이들 중 CSP 방법은 키랄선택자를 칼럼내 정지상에 고착시킨 키랄정지상을 이용하여 광학이성질체를 분리하는 방법으로, 입체화학에 관련된 세가지 문제점(순수 광학활성 물질 획득, 절대배열 결정, 광학순도 측정)을 해결하는 데 있어서 가장 이상적인 방법으로 인식되고 있다.

Pirkle 등에 의해서 라세미 화합물의 광학분할에 π - π 상호작용을 이용한 전하이동 착물형성 키랄정지상이 도입되면서⁶ 분자내 π -염기성 또는 π -산성

작용기를 가지는 키랄정지상들이 많이 개발되었다.⁷⁻¹⁰ 분자내 π -염기성기를 가지는 정지상은 분자내 π -산성 작용기를 가지는 라세미 화합물들을 효과적으로 광학분할하였고, 분자내 π -산성 작용기를 가지는 화합물들은 분자내 π -염기성 작용기를 가지는 라세미 화합물들을 효과적으로 광학분할하였다. 한편 분자내에 π -염기성 및 π -산성 작용기를 모두 가지는 키랄정지상도 Pirkle^{11,12}과 Hyun¹³ 등에 의하여 개발되었다. Pirkle이 개발한 키랄정지상은 상업적으로도 구할 수 있는데, 나프탈렌의 1, 2번 탄소를 포함하여 만들어진 6각 고리에 두 키랄중심이 서로 인접하게 위치해 있으며, 각 키랄중심에 3,5-디니트로벤조일(3,5-DNB)기와 실리카 겔에 결합된 탄소사슬이 연결되어 있다.^{11,12} 그리고 Hyun 등이 개발한 키랄정지상은 광학적으로 순수한 (S)-naproxen에 3,5-DNB기를 아마이드 형태로 연결하여 제조한 것이다.¹³

본 연구에서는 값싸고, 쉽게 구할 수 있는 아세나프텐퀴논을 출발물질로 사용하여 분자내에 π -염기성 및 π -산성 작용기를 모두 가지면서 인접한 두 키랄중심이 5각 고리 상에 위치한 새로운 형태의 키랄정지상(CSP I, Fig. 1)을 개발하였다. 또한 새로 합성한 키랄정지상을 π -염기성 또는 π -산성 작용기를 가지는 N-아실-1-아릴-1-아미노알칸류 라세미 화합물(2)의 광학분할에 적용하였다.

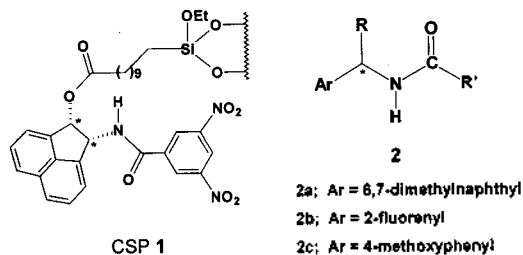


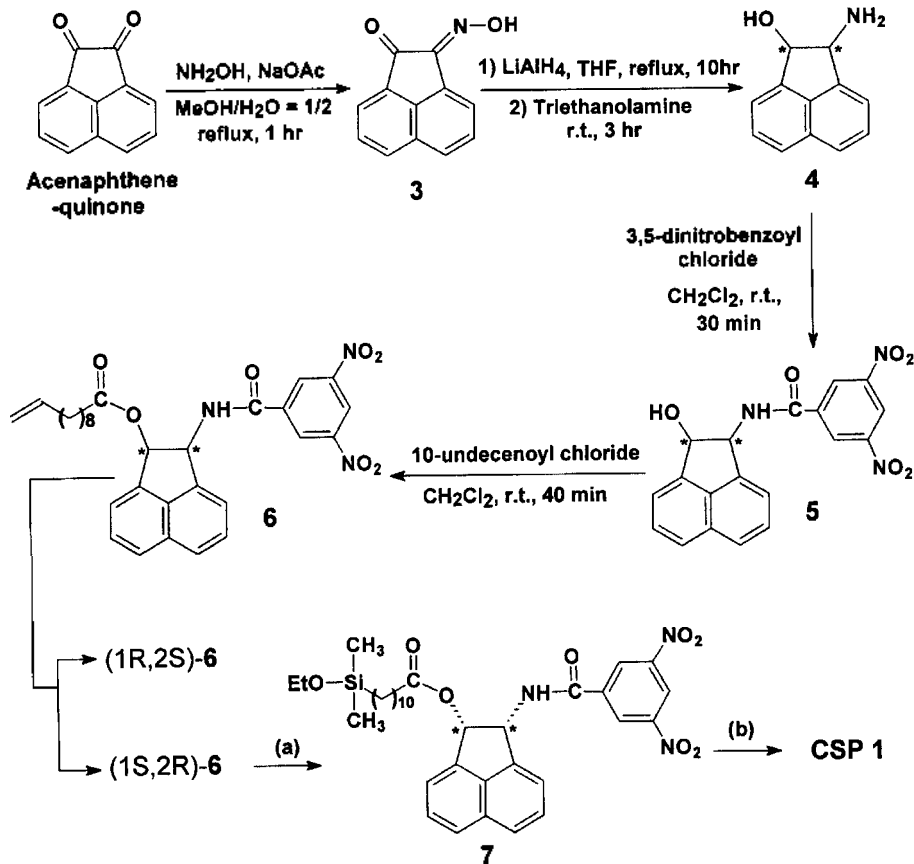
Fig. 1. Structures of CSP 1 and N-acyl-1-aryl-1-aminoalkanes (2).

결과 및 고찰

분자내에 π -염기성 및 π -산성 작용기를 모두 가지고 있는 새로운 키랄정지상의 합성과정은 Scheme 1과 같다.

시판되는 아세나프테퀴논(acenaphthenequinone)을 $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ 과 반응시켜 옥심 화합물 3을 만든 다음 화합물 3을 과량의 LiAlH_4 로 환원시켜 아미노 알코올 4를 합성하였고, 이를 곧바로 염화 3,5-디니트로벤조일과 반응시켜 화합물 5를 합성하였다. 이렇게 합성된 화합물 5를 염화 10-운데센오일(10-undecenoyl chloride)과 반응시켜 90% 이상의 수율로 화합물 6을 얻을 수 있었다.

생성된 화합물 6은 300MHz NMR을 이용하여 에스테르와 아미드가 서로 시스 위치에 있음을 확인하였다. 시스 화합물 6은 서로 겹쳐지지 않는 두 거울상 이성질체 즉 (1S,2R)-6과 (1R,2S)-6이 50대 50의 비율로 섞여있는 라세미 화합물이며 분자내에 π -염기성 작용기와 π -산성 작용기를 모두 가지고 있



- (a) i. Me_2SiClH , $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, THF, reflux, 2hr
ii. EtOH, Et_3N , THF, r.t., 20 min
(b) 5 μm silica gel, toluene, reflux, 3 days

Scheme 1.

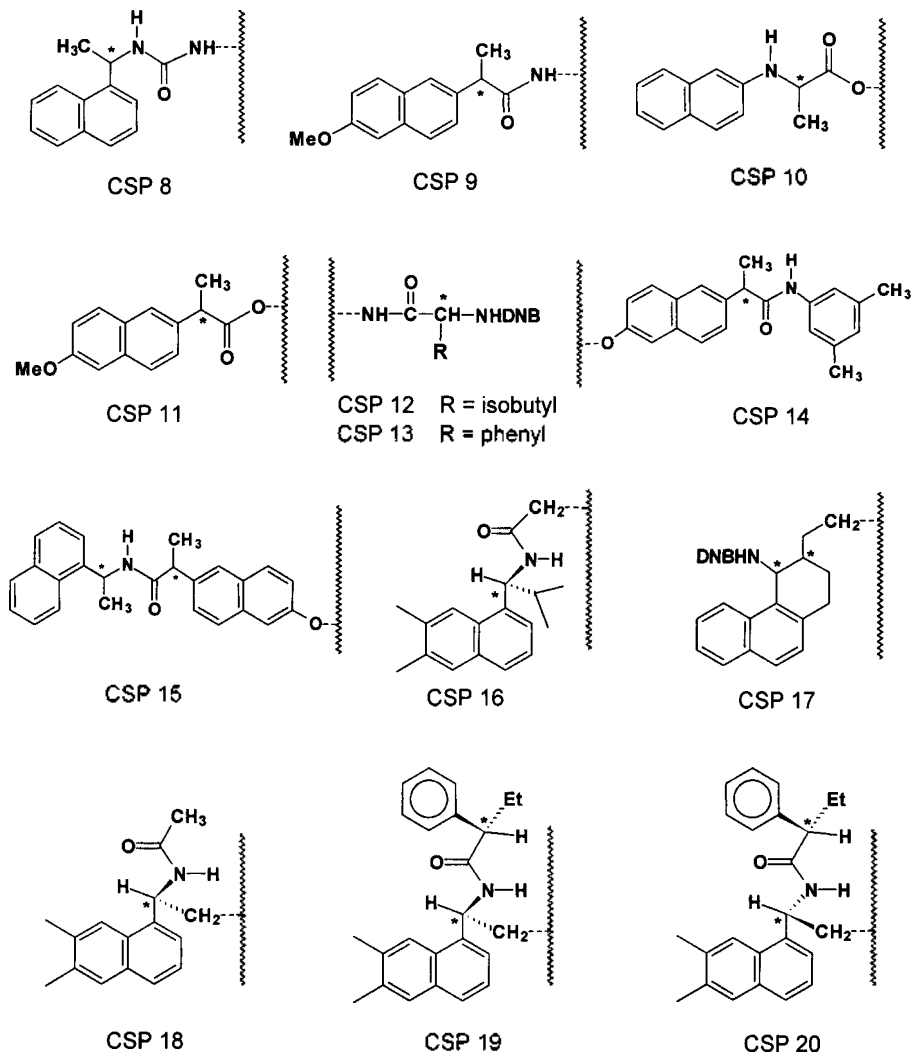


Fig. 2. Structures of various CSPs.

다. 라세미 화합물 6을 광학분할하기 위하여 우선 라세미 화합물 6을 가장 잘 광학분할할 수 있는 CSP를 찾아내는 과정으로서 여러 가지의 CSP 상에서(Fig. 2) 라세미 화합물 6을 광학분할하였으며 그 결과를 Table 1에 요약하였다.

여러 가지 CSP들 중에서 화합물 6의 광학분할에 가장 좋은 분리능($\alpha=4.32$)을 보이는 CSP 19가 충전된 분석용 칼럼을 이용하여 화합물 6의 광학분할을 실시하였으며, 그 결과 광학적으로 순수한 화합물 6을 약 0.1 g 얻을 수 있었다.

라세미 화합물 6을 광학분할하였을 때 뒤에 용출되는 광학 이성질체의 절대배열을 결정하기 위하여

화합물 6과 비슷한 구조를 가지면서 절대배열이 알려진 화합물 21(Fig. 3)을 CSP 19 상에서 광학분할하였다. 광학분할 결과 CSP 19 상에서 (1R,2S)-21이 먼저 용출됨을 확인하였다. 이러한 결과로부터 화합물 6의 두 거울상 이성질체 중 CSP 19 상에서 뒤에 용출되는 거울상 이성질체의 절대배열은 (1S,2R)-6인 것으로 추정하였다.

광학적으로 순수한 (1S,2R)-6을 히드로실릴화 반응에 의해 실릴 화합물 7로 전환하였고, 화합물 7을 실리카 겔에 공유결합시켜 CSP 1을 합성하였다. 합성한 CSP 1을 내경 2.1 mm, 길이 10 cm의 세미 마이크로 스텐레스 스틸 칼럼에 충전시켜 새로운 키랄

Table 1. Resolution of compound **6** on various CSPs^a

Column	k_1^b	k_2^c	α^d	Column	k_1^b	k_2^c	α^d
CSP 8	6.43	7.23	1.12	CSP 15	16.43	16.	1.03
CSP 9 ^e	28.69	45.63	1.62	CSP 16	2.57	87	2.36
CSP 10	4.41	5.58	1.33	CSP 17	16.28	6.06	1.25
CSP 11	2.66	2.85	1.07	CSP 18	7.63	20.	2.03
CSP 12	2.52	2.73	1.08	CSP 19	3.66	27	4.32
CSP 13	13.83	23.05	1.67	CSP 20	4.60	15.	3.07
CSP 14	12.00	15.72	1.31			47	

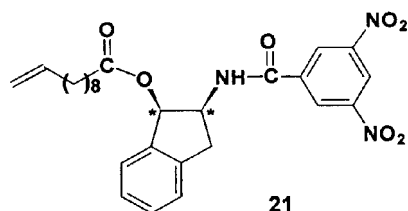
^a Mobile phase; 20% 2-propanol in hexane, flow rate; 2.0 ml/min. Detector; 254 nm UV.

^b Capacity factor of the first eluted enantiomer.

^c Capacity factor of the second eluted enantiomer.

^d Separation factor.

^e Resolution of compound **6** on CSP **9** was done with the mobile phase of 10% 2-propanol in hexane.

Fig. 3. Structure of compound **21**.

칼럼을 제조하였다.

이렇게 제조된 새로운 키랄칼럼은 특히 라세미 N-아실-1-아릴아미노알칸의 유도체들을 광학분할하는데 유용할 것으로 판단하였다. Table 1에서 보는 바와 같이 라세미 화합물 **6**은 광학활성인 N-아실-1-아릴아미노알칸이 키랄선택자로 작용하는 키랄정지상들에서 효과적으로 광학분할되고 있다. 키랄성 인지의 교호성(reciprocity of chiral recognition) 개념에 의하면,¹⁴ 광학적으로 순수한 화합물 **6**으로부터 제조된 CSP **1**상에서는 N-아실-1-아릴아미노알칸류 화합물들이 잘 분리될 것으로 기대되었다. 이에 따라 새로 개발된 CSP **1**을 이용하여 여러 종류의 N-아실-1-아릴아미노알칸류 화합물들을 광학분할하였으며 그 결과를 Table 2에 요약하였다.

Table 2에서 보는 바와 같이 본 연구에서 개발한 새로운 CSP **1**은 π -염기성기를 가지고 있는 N-아실-1-아릴아미노알칸류 화합물들(**2a**, **2b**)을 광학분할할 뿐만 아니라 N-아실기의 위치에 π -산성 작용기를 도입한 N-(3,5-디니트로벤조일)-1-아릴아미노알칸류 화합물(**2c**)들도 모두 성공적으로 광학분할하고 있음

Table 2. Resolution of racemic N-acyl-1-aryl-1-aminoalkanes (**2**) on CSP **1**^a

Racemic analyte		k_1^b	k_2^c	α^d
R	R'			
	methyl	3.20	3.66	1.14
	methyl ethyl	3.18	3.59	1.13
	methyl butyl	2.29	2.67	1.17
2 α	methyl hexyl	1.34	1.67	1.25
	methyl undecyl	0.95	1.16	1.22
	isopropyl methyl	3.59	3.85	1.07
	isopropyl methyl	5.55	5.55	1.00
2 b	isopropyl propyl	2.65	2.85	1.08
	isopropyl hexyl	1.50	1.73	1.15
	isopropyl undecyl	1.12	1.29	1.15
	butyl 3,5-DNB ^e	4.29	5.37	1.25
2 c	nonyl 3,5-DNB	3.56	4.52	1.27
	tridecyl 3,5-DNB	2.95	3.69	1.25

^a Mobile phase; 10% 2-propanol in hexane, flow rate; 2.0 ml/min. Detector; 254 nm UV.

^b Capacity factor of the first eluted enantiomer.

^c Capacity factor of the second eluted enantiomer.

^d Separation factor.

^e 3,5-DNB means 3,5-dinitrobenzoyl.

을 확인할 수 있다. 이것은 CSP **1**이 분자내에 π -산성 작용기와 π -염기성 작용기를 모두 가지고 있으므로 가능했던 것으로 판단된다. Table 2에 의하면 CSP **1**은 라세미 N-아실-1-아릴아미노알칸(**2a**, **2b**)을 광학분할할 때 보다 라세미 N-(3,5-디니트로벤조일)-1-아릴아미노알칸(**2c**)을 광학분할할 때에 더 좋은 광학분할 결과를 보여주고 있는데 이것은 CSP **1**의 아세나프텐 작용기가 우수한 π -염기성기로 작용한 결과로 예측된다. 한편 본 연구 결과들은 앞서 Pirkle과 Hyun 등에 의하여 개발된 유사한 기능의 키랄정지상들에서의 광학분할 결과에 비해 전반적으로 분리능이 떨어졌다. 이들의 비교는 서로 키랄선택자의 구조가 다르므로 비교자체에 큰 의미는 없지만 CSP **1**의 5각 고리 상에 서로 인접하여 위치한 두 키랄중심에 분석질의 접근이 기존 키랄정지상들에 비해 상대적으로 용이하지 못하였던 것으로 생각된다.

결론적으로 본 연구에서 개발한 CSP **1**은 π -염기성기와 π -산성기를 모두 가지고 있기 때문에 π -산성기를 가지고 있는 라세미 화합물이나 π -염기성기를 가지고 있는 라세미 화합물을 광학분할하는데 유용하게 응용될 수 있는 광범위한 광학분할용 키랄정지

상이라고 할 수 있다. 본 연구에서는 CSP 1이 π -염기성 N-아실-1-아릴아미노알칸과 π -산성인 N-(3,5-디니트로벤조일)-1-아릴아미노알칸의 광학분할에만 적용되었으나 앞으로 다른 종류의 π -염기성 혹은 π -산성 라세미 화합물들의 광학분할에도 응용될 수 있을 것으로 기대된다.

실 험

모든 반응은 잘 건조된 유리기구와 정제된 용매 및 특급 시약을 사용하여 아르곤 혹은 질소 하에서 실시하였다.

합성된 물질의 확인은 IR 분광기(KBr tablet, Mattson Polaris FT-IR), NMR 분광기 [Varian EM-360A(60MHz) 혹은 Varian Gemini 300 (300MHz)], 및 질량분석(VG Trio 2000 GC/MS) 분광기를 이용하여 실시되었다. 녹는점은 DTA(Rigagu Thermal Analyzer TAS 100) 또는 Electrothermal Capillary Melting Point Apparatus를 사용하여 얻었으며, 보정하지 않고 그대로 보고하였다. 원소분석과 고유 광회전도의 측정은 유기반응 연구센터(사강대학교)에 의뢰하여 데이터를 얻었다. TLC판은 Art 5554 실리카 겔 60F(Merck, 독일)를 적당한 크기로 잘라서 사용하였고, 칼럼용 실리카 겔 역시 Merck제(Art 7734, silica gel 60)를 사용하였다.

액체 크로마토그래피의 분석에는 Waters 510 Pump, Rheodyne 7125 Injector(20 μ l sample loop), Young-In 710 Absorbance Detector(254 nm UV Filter), 그리고 Young-In D520B Integrator로 구성된 HPLC 시스템을 사용하였다.

라세미 화합물 6의 광학분할에 사용한 사용한 대부분의 키랄칼럼들(CSP 8-20)은 Regis사로부터 구입하였거나 부산대학교 입체 유기화학 연구실 것을 사용하였다. HPLC 측정시 배제부피는 TTBB(1,3,5-tri-*t*-butylbenzene)로 확인하였다.

아세나프텐퀴논 모노옥심(3). 200 ml의 둥근바닥 플라스크에 아세나프텐퀴논(5.45 g, 30 mmol), $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ (2.29 g, 33 mmol) 및 $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{Na} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (4.49 g, 33 mmol)를 가하고 60 ml MeOH과 30 ml H_2O 를 첨가하여 환류조건에서 90분간 가열하였다. 반응이 종결되면 반응 용기를 상온으로 냉각시키고, 반응 혼합물을 500 ml의 차가운 물에 부어서 생성물을

고체로 침전시킨 후 여과하였다. 건조된 고체 결정을 뜨거운 에탄올에 녹여 소량의 활성탄으로 처리한 다음 뜨거운 상태로 여과하여, 그 여액을 다시 결정화시켜 황색 결정(4.31 g, 73%)을 얻었다. m.p.: 209.0 ~ 212.0 °C $^1\text{H NMR}(\text{DMSO-}d_6)$ δ : 3.4(broad s, 1H), 7.6~8.4(m, 6H) IR(KBr) cm^{-1} : 3225, 1737, 1649, 1615, 1438, 1287, 999, 819, 788 MS(EI) m/e: 197(M⁺)

아미노알코올 유도체(4). 100 ml의 이구 플라스크에 LiAlH_4 (3.23 g, 85 mmol)를 넣고, 정제한 THF 10 ml를 소량씩 조심스럽게 첨가한 후 0 °C에서 10분간 저어 주었다. 여기에 화합물 3(1.98 g, 10 mmol)을 10 ml의 정제한 THF에 녹여 천천히 가하였다. 그후 반응 용기의 온도를 70 °C로 올려 18시간 동안 환류한 뒤, 반응 용기를 상온으로 식혔다. 여기에 3 ml의 트리에탄올아민을 가하고 3시간 동안 저어 주었다. 반응이 끝나면 반응 용기의 온도를 -10 °C로 내리고 차가운 물을 천천히 가하여 과량의 LiAlH_4 를 파괴하였다. 반응 혼합물을 celite를 써서 여과한 후 60 ml의 디에틸에테르로 두번 추출한 후, 유기층을 무수 MgSO_4 로 건조하고 여과, 감압 농축하여 노란색을 띤 생성물 1.9 g을 얻었으며 다음 반응에 그대로 사용하였다.

아미노알코올 DNB 유도체(5). 앞의 과정에서 합성된 화합물 4(1.8 g, 9.7 mmole)를 30 ml CH_2Cl_2 에 녹인 후 Et_3N (1.39 ml, 10 mmol)을 가하고 -10 °C에서 20분간 저어 주었다. 여기에 염화 3,5-디니트로벤조일(2 g, 8.7 mmol)를 정제한 CH_2Cl_2 에 녹여 천천히 가하였다. 30분 뒤 반응생성물을 아세트산 에틸로 추출하고, 유기층을 무수 MgSO_4 로 건조시킨 후 감압 농축하고, 이것을 THF/디에틸에테르로 재결정하여 노란색을 띤 고체결정 5(0.95 g, 25%)를 얻었다. m.p.: 251.0 ~ 252.0 °C $^1\text{H NMR}(\text{DMSO-}d_6)$ δ : 5.40(br., 1H), 5.61(t, 1H), 6.04(t, 1H), 7.42(d, 1H), 7.54(m, 3H), 7.74(m, 2H), 8.98(t, 1H), 9.20(d, 2H) IR(KBr) cm^{-1} : 3553, 3421, 3281, 3107, 1661, 1535, 1346, 1032, 789, 730

아미노알코올 유도체(6). 30 ml의 둥근 바닥 플라스크에 화합물 5(0.76 g, 2.0 mmol)를 10 ml의 정제한 CH_2Cl_2 에 녹여 넣고, 여기에 Et_3N (0.27 ml, 2.4 mmol)과 2 ml CH_2Cl_2 에 녹인 염화 10-운데센오일(0.44 ml, 2.0 mmol)를 첨가한 후 상온에서 5분간 저어 주었다. 반응이 종결되면 0.5N HCl 수용액, 포화

NaHCO₃ 수용액, 그리고 포화 NaCl 수용액으로 차례로 씻고, 유기층을 무수 MgSO₄로 건조시킨 후 여과하고, 감압농축하여 연노랑색을 띤 고체(1.02 g, 94%)를 얻었다. m.p.: 164.5~166.5 °C ¹H NMR (CDCl₃) δ: 0.99(br, 10H), 1.14(q, 2H), 1.38(q, 2H), 1.86(q, 2H), 2.14(m, 2H), 2.21(s, 2H), 4.80(m, 2H), 5.65(m, 1H), 6.26(t, 1H), 6.66(d, 1H), 7.45(m, 4H), 7.67(m, 2H), 8.51(d, 1H), 9.03(t, 1H), 9.14(d, 2H) IR (KBr) cm⁻¹: 3255, 1703, 1250, 910

화합물 6의 광학분할. 0.5 g의 화합물 6를 25 ml의 THF에 녹인 후 분석용 칼럼인 CSP 19상에서 30% 2-프로판올/헥산을 이동상으로 사용하여, 흐름 속도 2.0 ml/min으로 광학분할을 반복하였다. Sample loop를 200 μl 용량으로 교체한 후, 시료주입량을 두 봉우리가 겹쳐지지 않는 최대량인 150 μl로 하여 200회 이상 분리분석하였다. 4개의 시험관에 나눠 받은 각 시료의 광학순도를 CSP 19로 측정된 결과 가장 뒤에 모은 시험관의 시료가 가장 순수한 것으로 확인되었다. 용매를 제거하여 광학적으로 순수한 화합물 100 mg을 얻었다. 광학분할된 (1S,2R)-6의 광학순도(ee)는 CSP 19상에서 분석한 결과 99% 이상인 것으로 확인되었다. 절대배열이 알려진 화합물 21과 비교하여 이것의 절대 배열을 결정하였고, 편광계로 고유 광회전도를 측정하였다. [α]_D²⁰ +85.8°

화합물 7. (1S,2R)-6(75 mg, 0.14 mmol)을 30 ml 둥근 바닥 플라스크에 넣고, 여기에 10 ml의 Me₂SiClH과 촉매량의 H₂PtCl₆·6H₂O를 잘 건조된 2 ml의 THF에 녹여 첨가한 뒤 아르곤 하에서 3시간 동안 환류시켰다. TLC로 출발 물질이 모두 없어진 것을 확인하고, 단순 증류하여 용매와 Me₂SiClH을 모두 제거한 뒤, 다시 THF 10 ml를 가하여 반응 혼합물을 녹이고 저어 주었다. 이 용액에 EtOH와 Et₃N의 1:1 혼합 용액 1 ml를 가한 뒤 30분 후 반응을 중단하고, 반응 혼합물을 감압 농축한 후 아세톤:CH₂Cl₂ = 1:20의 전개 용매로 칼럼 크로마토그래피를 실시하여 약간 노란빛을 띤 백색의 고체(81 mg, 90.4%)를 얻었다. m.p.: 155~157 °C ¹H NMR(DMSO-d₆) δ: 0.40(s, 1H), 0.47(m, 2H), 0.95~1.45(m, 19H), 2.22(m, 2H), 3.50~3.75(m, 2H), 6.29(t, 1H), 6.69(d, 1H), 7.47(m, 4H), 7.77(t, 2H), 9.03(t, 1H), 9.31(d, 2H), 9.66(d, 1H, amide NH) IR(KBr) cm⁻¹: 3384, 3090,

2923, 2853, 1720, 1670, 1541, 1347, 1258, 1089, 826, 781, 725

CSP 1의 제조 및 칼럼 충전. Dean-Stark trap을 장치한 50 ml 일구 플라스크에 HPLC 칼럼용 실리카 겔(Rexchrom silica, 5 μm/100 Å) 0.51 g과 벤젠 30 ml를 조심스럽게 넣어 주었다. 반응 용기의 온도를 100~105 °C로 유지하며, 3시간 동안 환류시켜 실리카 겔에 흡착된 물을 완전히 제거한 다음 아르곤 하에서 반응 용기의 온도를 상온으로 식히고, 화합물 7(81 mg)을 첨가한 뒤 100 °C에서 3일간 환류시켰다. 상온에서 반응 용기를 충분히 식히고, 반응 혼합물을 감압 여과한 후 MeOH, 아세톤, 아세트산 에틸, 에테르, 헥산, 에테르 순으로 씻어 주었다. 이렇게 얻은 실리카 겔을 50~60 °C 오븐에서 충분히 건조시켜 CSP 1을 제조하였다.

원소 분석(%): C 2.31, H 0.37, N 0.23

키랄 정지상 1 g에 공유결합된 키랄선택자의 몰 수: 0.060 mmole(based on C).

제조된 CSP 1은 Alltech 슬러리 충전기를 사용하여 내경 2.1 mm, 길이 100 mm 크기의 HPLC용 빈스텐레스 스틸 칼럼에 보통의 충전법¹⁵으로 충전하였다. 충전 후 실리카 겔의 잔여 실란올기는 HMDS(1,1,1,3,3,3-hexamethyldisilazane)로 처리하였다.

인 용 문 헌

1. Taylor, D. R.; Maher, K. J. *Chromatographic Science* **1992**, *30*, 67.
2. Marshall, E. *Science* **1985**, *229*, 1071.
3. Elie, E. L.; Wilen, S. H. *Stereochemistry of Organic Compounds*, John Wiley & Sons, New York, 1994.
4. Touchstone, J. C. *J. Liq. Chromatogr.* **1993**, *16*, 1647.
5. Pirkle, W. H.; Pochapsky, T. C. *Chem. Rev.* **1989**, *89*, 347.
6. Pirkle, W. H.; Adams, P. E.; Touchstone, J. C. *J. Org. Chem.* **1979**, *44*, 2169.
7. Hyun, M. H.; Hwang, S. R.; Ryoo, J. J. *Chemistry Letters*, 1021 (1994).
8. Pirkle, W. H.; Hyun, M. H.; Bank, B. *J. Chromatogr.* **1984**, *316*, 585.
9. Hyun, M. H.; Kim, M. H. *J. Liq. Chromatogr.* **1990**, *13*, 3229.
10. Hyun, M. H.; Kim, M. H. *Bull. Kor. Chem. Soc.* **1990**, *11*, 189.

11. Pirkle, W. H.; Welch, C. J. *J. Liq. Chromatogr.* **1992**, *15*, 1947.
12. Pirkle, W. H.; Welch, C. J.; Lamm, B. *J. Org. Chem.* **1992**, *57*, 3854.
13. Hyun, M. H.; Jin, J. J.; Ryoo, J. J.; Jyung, K. K. *Bull. Kor. Chem. Soc.* **1994**, *15*, 497.
14. Pirkle, W. H.; Finn, J. M. *J. Org. Chem.* **1981**, *46*, 2935.
15. Meyer, V. R. *Practical High-Performance Liquid Chromatography*; 2nd Ed.; John Wiley & Sons Ltd.: Chichester, England, 1994; p 101.