

# Other Substance 有機半導体関連以外の分離



## 2010 HPLC SEPARATION APPLICATION DATA 2

### CONTENTS



DADを用いた蛍光プローブ材料の精製

- ペリレン誘導体の粗分離 (P.3)
- ペリレン誘導体の精密分離 (P.4)



酸性官能基を有するポルフィリンの精製

- リサイクルにより分離が促進しない例 (P.5)
- リサイクル分離により分離が促進した例 (P.6)



天然物の分離

- フィステロールの分離 (P.7)

# アプリケーションデータの見方

- データ中のこの部分にはサンプル名もしくは分離概要が書かれています。

- データ中のこの部分には分離条件が書かれています。

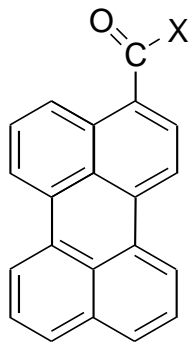
- データ中のこの部分にはサンプルの構造式が書かれています。

- データ中のこの部分には取得クロマトグラムが書かれています。クロマトグラム上の「C」はコレクト部を示し、「R」はリサイクル部を示しています。

# ペリレン誘導体の精製(粗分離)

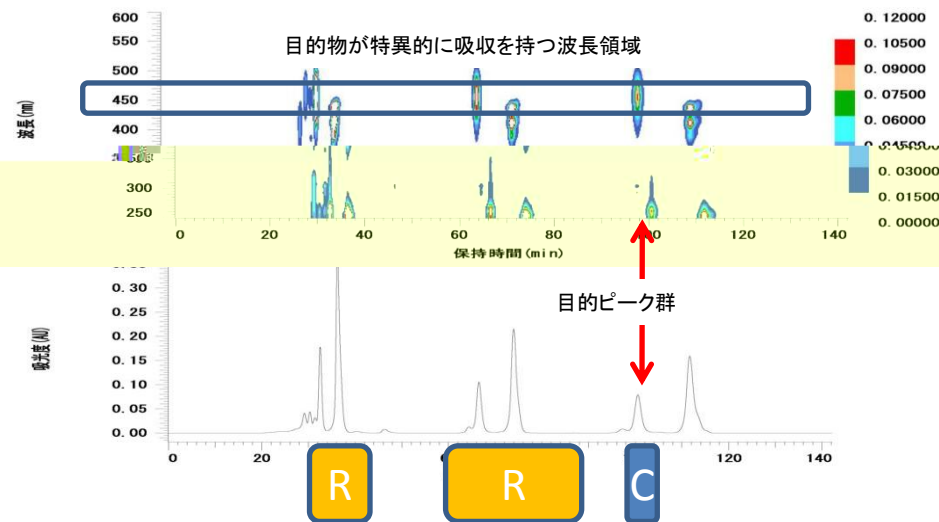
- 有機合成後の過剰反応物や未反応物を含むサンプルをGPC分離し、目的ピークの選定を行うためフォトダイオードアレイ検出器により検出しました。

下段のクロマトグラムは目的ピーク群にできる限り不純物を含ませないために、比較的物質をとらえやすい254 nmで取得した特定波長クロマトグラムを示しています。



- Instrument: LC-9110 NEXT
- Column: JAIGEL-1H+2H
- Eluent: Chloroform
- Detector: L-2455\* (上3D 下特定波長254 nm)

\* 株式会社日立ハイテクノロジーズ製



# ペリレン誘導体の精製（精密分離）

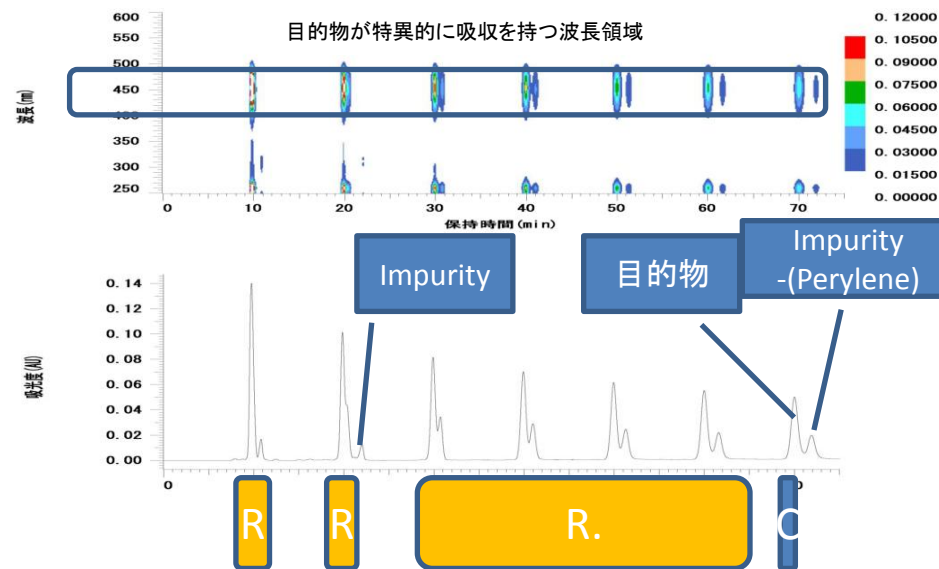
- 粗分離したコレクト部に非常に似通った構造を持つ不純物が混入している可能性が高いところが分かり、分離原理の異なる重層カラムを使用し、リサイクル分離を行いました。

下段のクロマトグラムは目的ピーク群にできる限り不純物を含ませないために、比較的物質をとらえやすい254 nmで取得した特定波長クロマトグラムを示しています。

リサイクル分離により不純物を除き、純度の高い精製物を得ることができました。

- Instrument: LC-9110 NEXT
- Column: JAIGEL-SIL, SH-043-15
- Eluent: Hexane/Chloroform (70/30)
- Detector: L-2455\* (上3D 下特定波長254 nm)

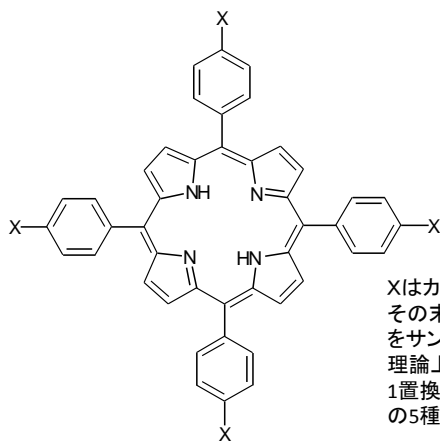
\* 株式会社日立ハイテクノロジーズ製



# 酸性側鎖を有するポルフィリンの精製

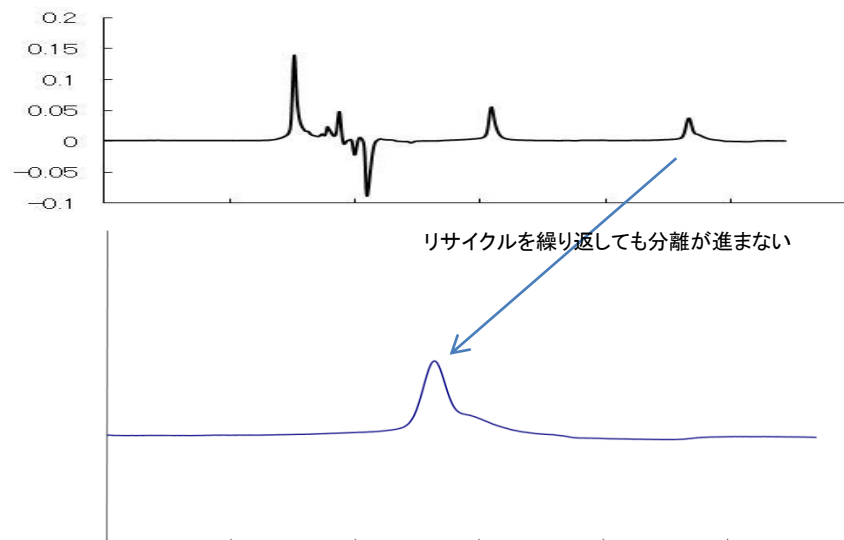
## 1 (分離が促進されない例)

- ポルフィリン骨格を有する化合物は、錯体金属原子や側鎖に導入される官能基の影響により、GPC分離が困難な場合があります。通常はトリエチルアミンやトリエチルアミン塩酸塩などを移動相に加えることにより分離が改善することがありますが、酸性官能基が側鎖に導入された場合において、分離が改善できないケースがあります。



Xはカルボキシル基が導入されていて、その末端にベンジル保護基を導入したものをサンプルとしました。  
理論上、すべてがカルボキシル基のものとして1置換体、2置換体、3置換体および全置換体の5種が含まれているサンプルです。

- Instrument: LC-9110 NEXT
- Column: JAIGEL-2H+2.5H
- Eluent: TEA/Chloroform (0.5/100)
- Detector: UV-370 NEXT @ 254 nm



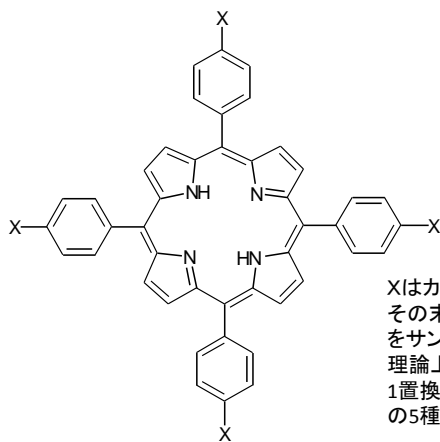
リサイクルを繰り返しても分離が進まない

# 酸性側鎖を有するポルフィリンの精製

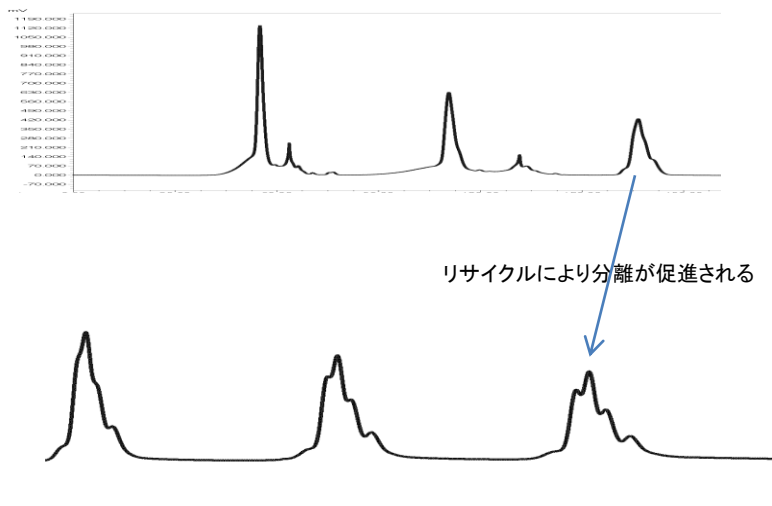
## 2 (分離が促進される例)

- 分離が不可能であった酸性官能基を有するポルフィリン混合サンプルが、移動相溶媒に酢酸を添加したものを使用することで、GPC分離が可能であることが分かりました。

- Instrument: LC-9110 NEXT
- Column: JAIGEL-2H+2.5H
- Eluent: Acetic acid/Chloroform (0.5/100)
- Detector: UV-370 NEXT @ 254 nm



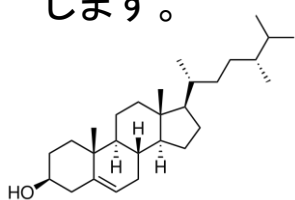
Xはカルボキシル基が導入されていて、その末端にベンジル保護基を導入したものをサンプルとしました。  
理論上、すべてがカルボキシル基のものと1置換体、2置換体、3置換体および全置換体の5種が含まれているサンプルです。



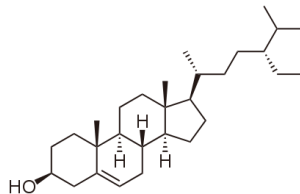
リサイクルにより分離が促進される

# 天然物の分離

- 天然物からの抽出試料には様々な物質が複雑に混在しています。その抽出サンプル中には異性体を含むものも少なくありません。生理活性物質として知られているフィトステロール(植物ステロール)においても多種のものが含まれており、その中には異性体も存在しています。本データでは下記の異性体を含むフィトステロールを逆相分離を用いたりサイクル分離により、完全に精製できたことを紹介します。

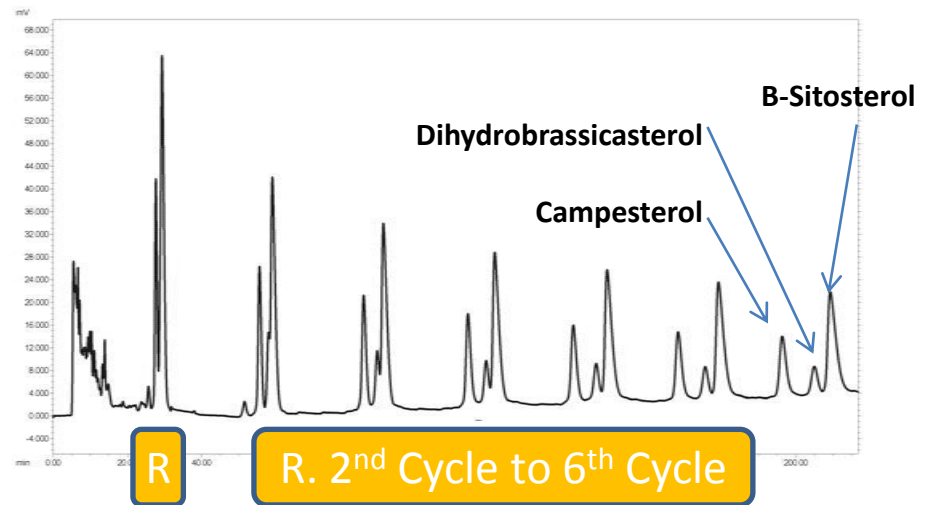


**Campesterol**  
**Dihydrobrassicasterol**  
(22-27位までの立体配置が異なる)

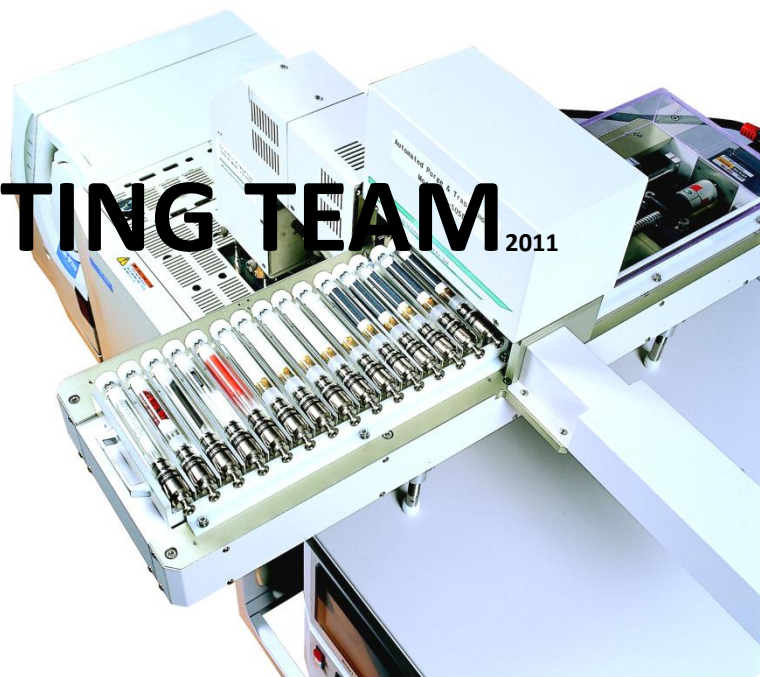


**B-Sitosterol**

- Instrument: LC-9130 NEXT
- Column: Cholester-20
- Eluent: Methanol/Ethanol (50/50)
- Detector: UV-370 NEXT@ 210 nm







PRESENTED BY

**JAI MARKETING TEAM** 2011

2011