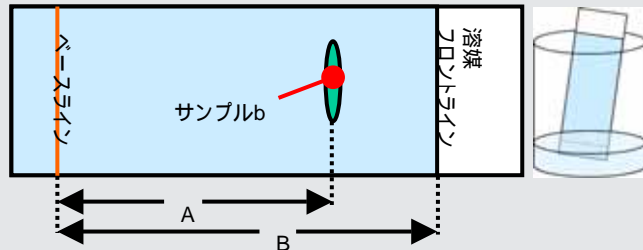


TLCからの条件検討 有機合成された化合物の精製例

TLCからの条件検討

TLC展開でFlashクロマトのカートリッジタイプ、溶媒組成がわかります。例えば、TLCにおいてより強く保持される物質は、Flashクロマトで溶出力の強い移動相を選択します。更に、ステップまたは、グラジエント分析を行うことで溶出溶媒量の節約が可能です。HPLCの溶出条件より算出することも可能です。方法は保持時間 (ti) までの溶出液量 (Vi) がカラムボリューム (V0) の何倍に相当するかを求め、VersaFlashでの溶出ボリュームを計算します。



$$R_f = A/B$$

ここでカートリッジの溶媒体積 (Vo) mL とするとサンプルbの溶出体積 (Vb) mL は

$$V_b = V_o / R_f \text{ (mL)} = V_o \times B / A \text{ (mL)}$$

有機合成された化合物の精製例

VersaPakカートリッジ : シリカ, 80 x 300 mm (700 g) (Cat.No. 97710-U)

サンプルロード : 60g, 直接シリンジ注入

移動相 : 酢酸エチル:オクタン (80:20)

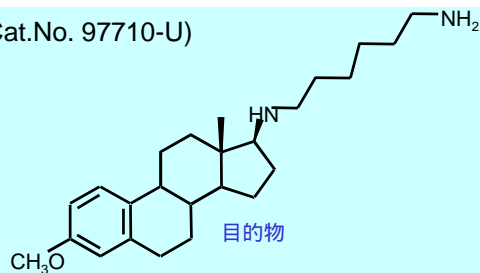
回収量 : 50g

純度 : 95%以上(TLC検定)

操作時間 : 3時間



BL



VersaPak : シリカ, 80 x 150 mm (340 g)

カートリッジ (Cat.No. 97708-U) を2層に連結

サンプルロード : 27g, 固体試料カートリッジで導入

移動相 : ステップグラジエント

1段; ジクロロメタン:メタノール:アンモニア水 (98.5:1:0.5)

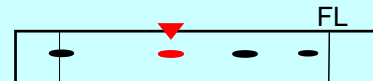
2段; イソプロピルアルコール:アンモニア水 (97:3)

TLC条件 : メタノール:ジクロロメタン (1:1) Iodo染色

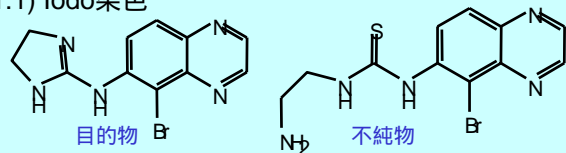
回収量 : 8g

純度 : 98%以上(TLC検定)

操作時間 : 3.5時間



BL



VersaPakカートリッジ : シリカ, 40 x 150 mm (96g) (Cat.No. 97706-U)

サンプルロード : 4g, 直接シリンジ注入

移動相 : ジクロロメタン:メタノール (5:95)

回収量 : 2.1g

純度 : 100% (TLC検定)

操作時間 : 3時間

