

# Nexera UC 手性筛选系统用于 1- 萘醇的拆分

## SFC-017

**摘要：** 本实验使用岛津 Nexera UC 手性筛选系统结合 Method Scouting Solution 软件进行 1- 萘醇的两个对映异构体的拆分方法的优化。通过多种色谱柱和改性剂的参数组合的比较，结合分离度等参数的考察，最终得到较优拆分条件：色谱柱为 Daicel IC-3，改性剂为 IPA，在该条件分离度可达 2.07，两异构体可得到较好分离。

**关键词：** SFC-PDA 1- 萘醇 手性拆分

超临界流体色谱（Supercritical Fluid Chromatography, SFC）具有低黏度、高扩散性和高溶解性等特点，以超临界流体为主要流动相，通过添加改性剂或微量添加剂构成的二元或三元流动相的新型色谱分离技术。超临界流体使得 SFC 分析具有快速、高效、高分离等优势。

1- 萘醇（1-acenaphehenol）是一种常用的有机合成中间体，该物质具有成本低、反应条件温和，在医药和化工领域常用于苯并和酞并类等物质的合成中间产物。1- 萘醇具有一个手性中心，一对对映异构体，

如图1所示。本实验使用岛津 Nexera UC 手性筛选系统，对 1- 萘醇的两个手性异构体混合物进行拆分，通过考察多种色谱柱和流动相组合获得最优分析条件，为进一步开展该类物质的定性定量研究提供分离方法的参考。

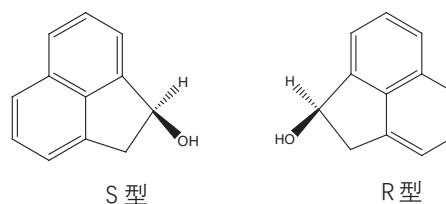


图 1 1- 萘醇手性异构体结构

### ■ 实验部分

#### 1.1 仪器

本实验采用 Nexera UC 手性筛选系统。具体配置：LC-30ADSF (CO<sub>2</sub> 输液泵)，LC-30AD+LPGE Unit (输液泵)，DGU-20A5 (在线脱气机)，SIL-30AC (自动进样器)，CTO-20AC (柱温箱) x 2，SFC-30A (背压调节单元)，SPD-M20A (二极管阵列检测器)，CBM-20A (系统控制器)，LabSolutions Ver. 5.97 (色谱工作站)。



Nexera UC 手性筛选系统

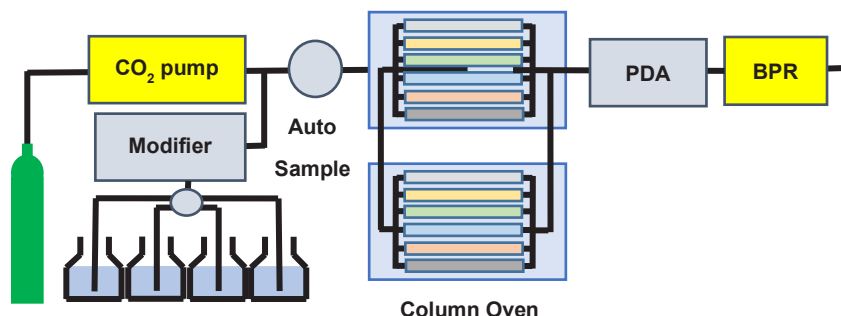


图 2 Nexera UC 手性筛选系统结构图

## 1.2 标准溶液的配制

取适量 1- 萘醇到 10 mL 容量瓶中，加乙醇溶解后定容，过滤后上机分析。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 色谱柱和改性剂的筛选

SFC 法分析手性化合物时，需要探索各种色谱柱和改性剂，因此需要花费大量人力和时间。本文中的 Nexera UC 手性筛选系统能够最多切换 12 根色谱柱和 4 种改性剂及各种溶液混合比例，同时搭配 Method Scouting Solution 软件可节省大量时间。本实验使用采用 Daicel Chiralpak A 系列 AS-3、AY-3，Chiralpak I 系列 IA-3、IB-3、IC-3、ID-3、IE-3、IF-3、IG-3，Chiralcel O 系列 OD-3 和 OJ-3，共 11 根手性分析柱进行分离，规格均为 (4.6 mm I.D.×150 mm L., 3 μm)，在 scCO<sub>2</sub>-MeOH、scCO<sub>2</sub>-EtOH 和 scCO<sub>2</sub>-IPA 三种体系（三种有机溶剂中均含有 0.1%DEA），scCO<sub>2</sub> 和有机溶剂比例为 85/15，流速为 2 ml/min 条件下对 1- 萘醇进行手性拆分，利用 Method Scouting Solution 软件共设计 33 种组合，软件界面见图 3。

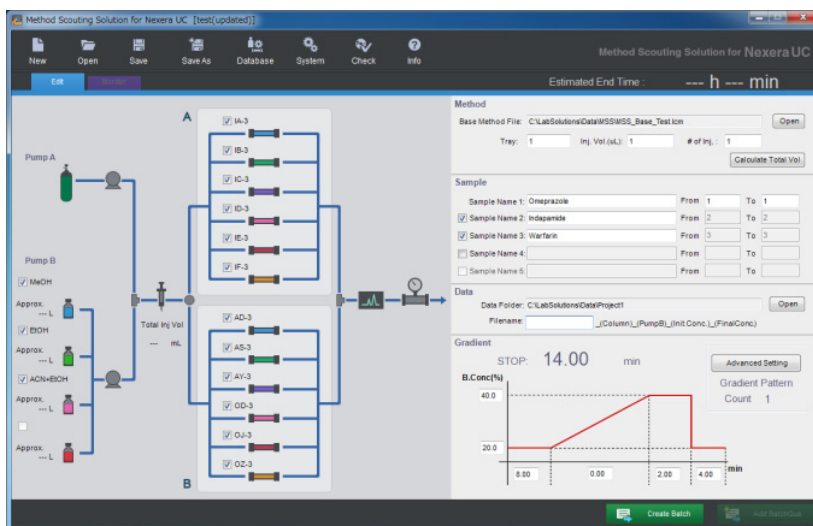
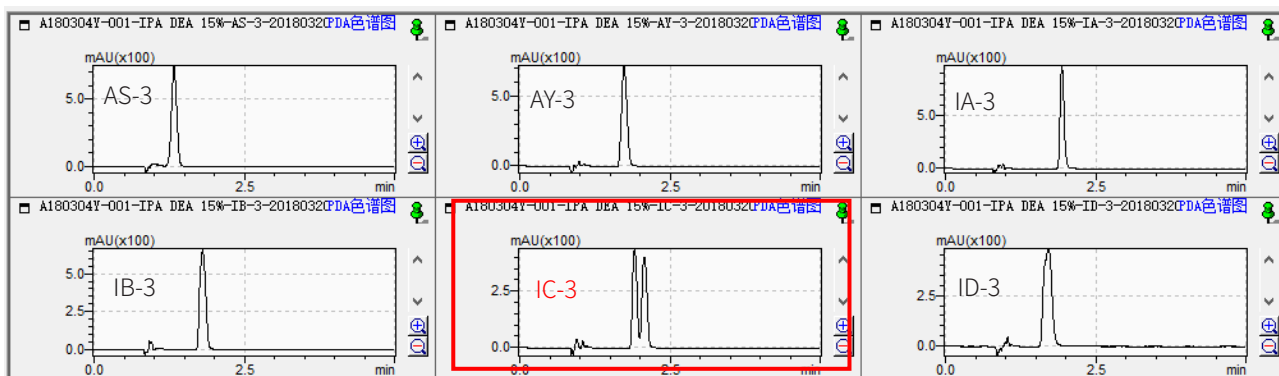


图 3 Nexera UC 用 Method Scouting Solution 的操作界面

结果显示如下：从色谱柱来看，IC-3 对 1- 萘醇的拆分效果最好，OD-3 其次，其他色谱柱在实验条件下未发现两异构体分离现象；从改性剂效果来看，IPA 效果相对较好，有三根色谱柱均可发现两峰分离现象，其次 EtOH，MeOH 效果最差。



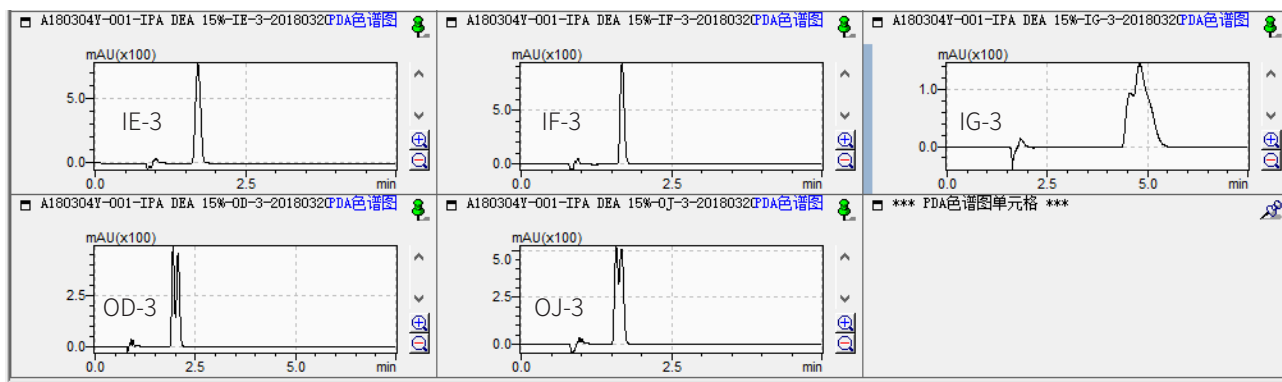


图 4 以异丙醇为改性剂时分离效果图

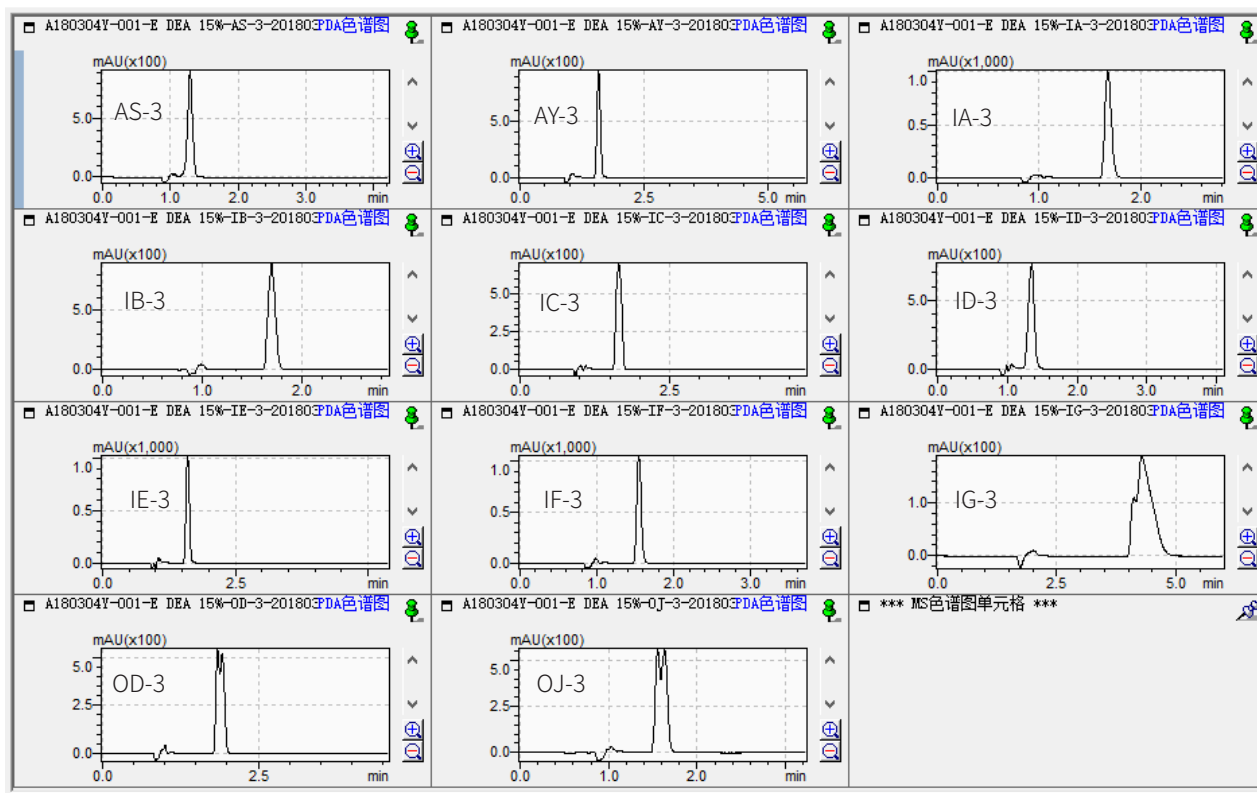
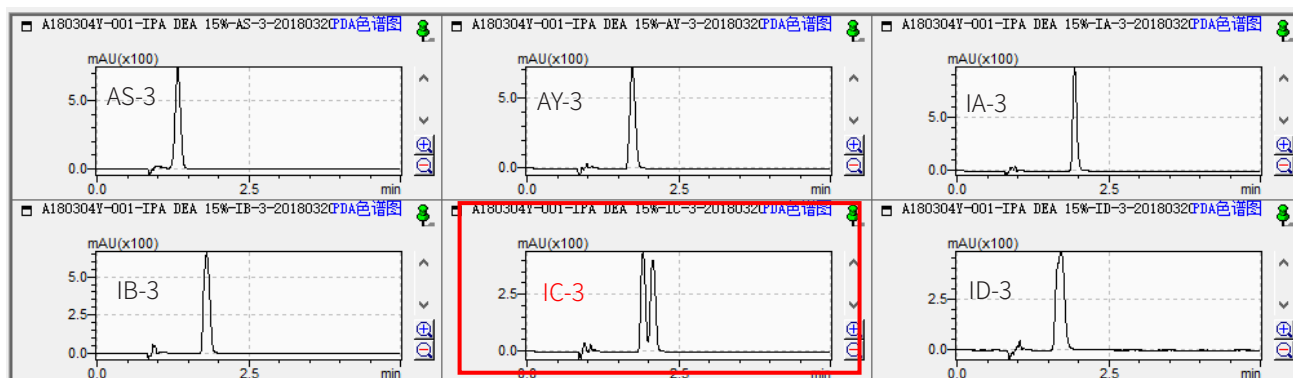


图 5 以乙醇为改性剂时分离效果图



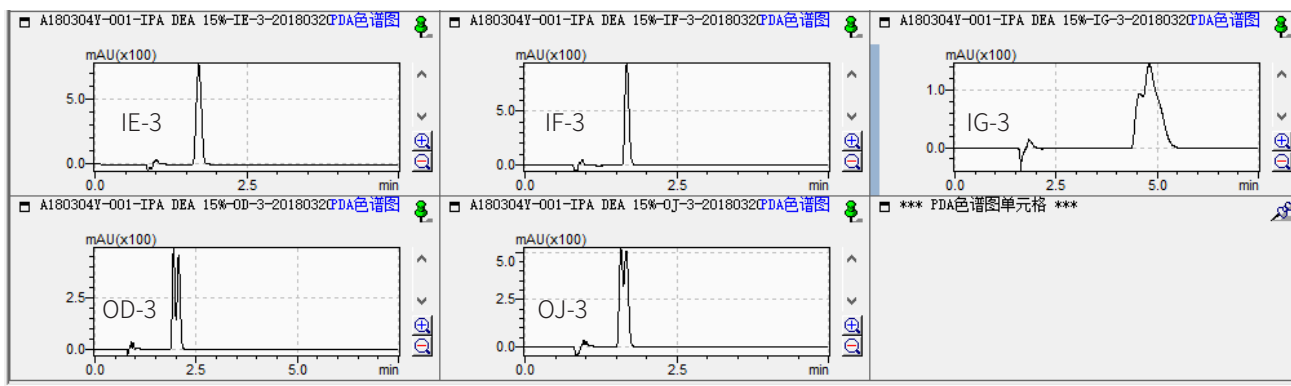


图6 以甲醇为改性剂时分离效果图

## 2.2 改性剂比例优化

改性剂的比例对色谱分离影响也很大。根据以上色谱柱筛选结果，选择 IC-3 和 OD-3 色谱柱以及 IPA 为改性剂，将有机相比例从 15% 降至 5%，进行改性剂比例优化。

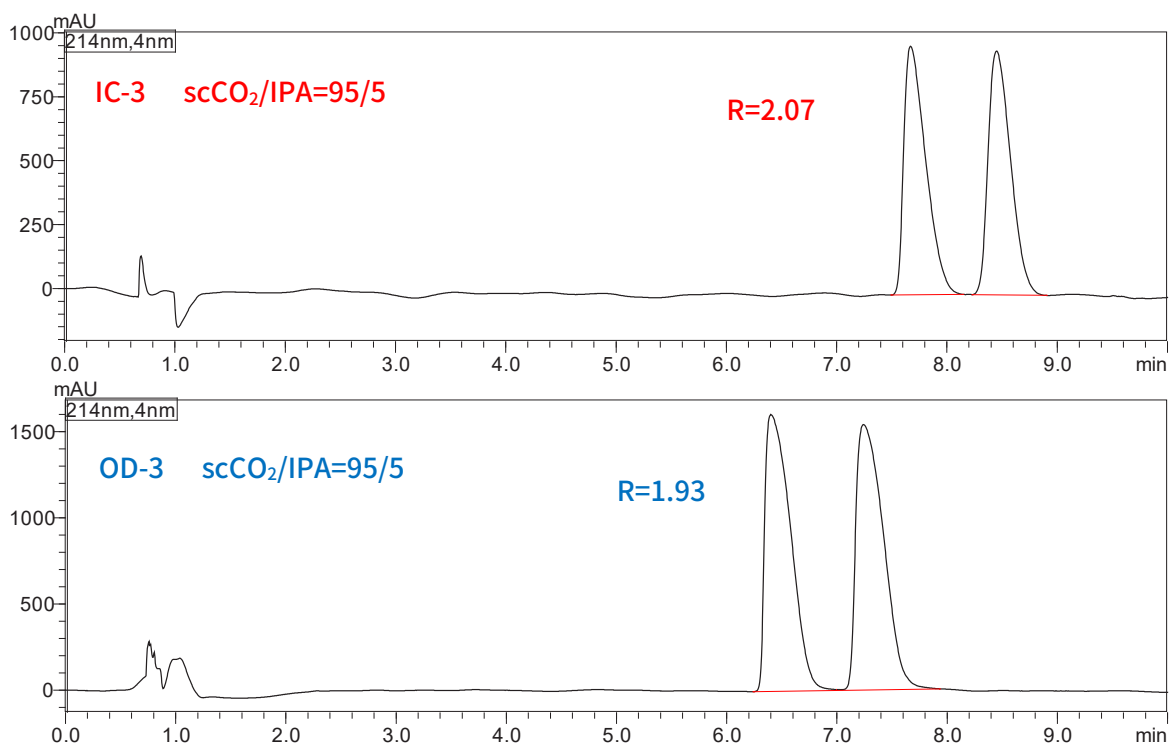


图7 改性剂比例优化

从分离度、峰形综合来看，1- 萘醇手性异构体分离最佳色谱柱为 IC-3，改性剂为 5%IPA。

最终确定分析条件如下：

色谱柱：ChiralPak IC-3 4.6 mm I.D.×150 mm L.，

柱温：35°C

3 μm

检测波长：214 nm

流动相：scCO<sub>2</sub>/IPA (含 0.1% DEA)=95/5

背压：10 MPa

流速：2 mL/min

进样量：10 μL

## ■ 结论

本文使用岛津 Nexera UC 手性筛选系统结合 Method Scouting Solution 软件对 1- 萘醇两个对映异构体的拆分条件（包括色谱柱、改性剂、改性剂比例等）进行了优化。得到较优的 1- 萘醇拆分条件：色谱柱为 IC-3，改性剂为 IPA。由于 SFC 分析具有快速、高效、高分离等优势，可节省大量时间，该设备在手性拆分方面有广阔的应用前景。

岛津应用云

