

Sepacore 应用谱图

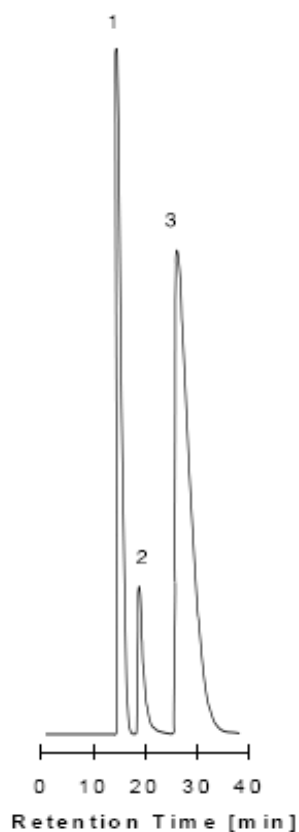
1. 天然产物分离提纯

1.1. 分离制备咖啡因，茶碱和可可碱

应用领域： 制药/生化

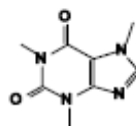
样品： 咖啡因（Caffeine） m=24mg
 茶碱（Theophylline） m=50mg
 可可碱（Theobromine） m=61mg

Preparative Separation of Xanthines

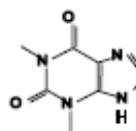


Structure of the compounds

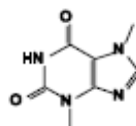
1) Caffeine



2) Theophylline



3) Theobromine



分离条件：

进样体积：

V=20mL

色谱柱规格：

36×460 mm

色谱柱装填方法：

干法填充

固定相：

Lichroprep Si 60, 粒径: 25~40 μm

流动相：

二氯甲烷/乙醇/氨水 (90: 10: 0.25, v/v/v)

流速/压力：

28mL/min / 8bar

检测波长：

254nm

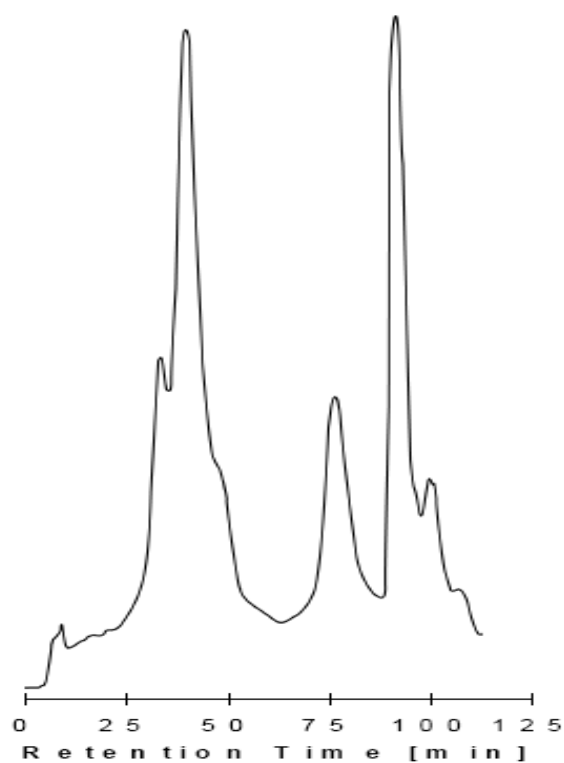
1.2. 蛇麻草萃取液的分离纯化

应用领域： 制药/生化

参数：

粗提物样品量：	m=250mg
进样体积：	V=20mL
色谱柱规格：	26×460 mm
色谱柱装填方法：	干法填充
固定相：	C-18， 粒径： 30 μ m
流动相：	乙腈/水/乙酸（800： 350： 2.5, v/v/v）
流速/压力：	16mL/min / 30bar
检测波长：	276nm

Preparative Separation Hops Extract Compounds



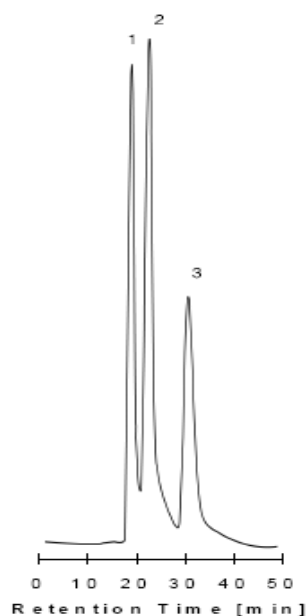
1.3. 分离制备植物荷尔蒙

应用领域： 制药/生化

样品：	Indol-3-acetic acid	m=17mg
	Indol-3-acetonitrile	m=17mg
	Indol-3-butyric acid	m=17mg

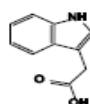
Appendix

Preparative Separation of Plant Hormones

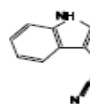


Structure of the compounds

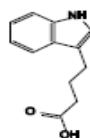
1) Indol-3-acetic acid



2) Indol-3-acetonitrile



3) Indol-3-butyric acid



分离条件：

进样体积：	V=20mL
色谱柱规格：	26×460 mm
色谱柱装填方法：	干法填充
固定相：	C-18， 粒径：30 μm
流动相：	乙腈/水/乙酸（800：350：2.5, v/v/v）
流速/压力：	16mL/min / 30bar
检测波长：	276nm

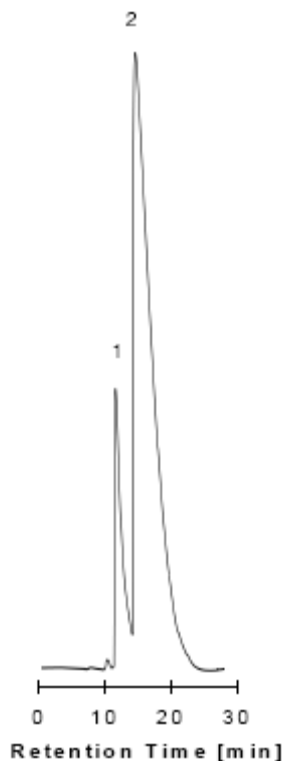
1.4. 分离制香芹酮和香芹酚

应用领域： 制药/生化

样品： 香芹酮 (Carvone) m=46mg
香芹酚(carvacrol) m=137mg

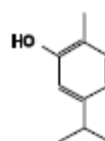
Appendix

Preparative Separation of Terpenoids

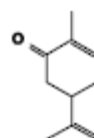


Structure of the compounds

1) Carvacrol



2) Carvone



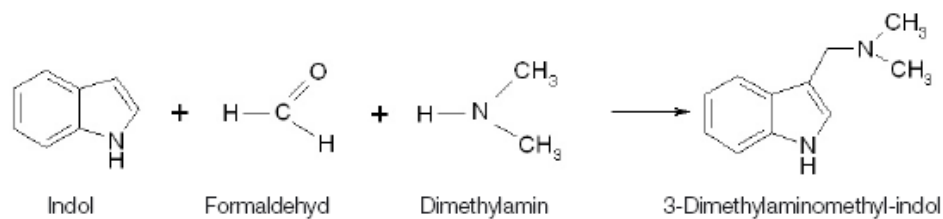
分离条件:

进样体积: V=20mL
色谱柱规格: 26×920 mm
色谱柱装填方法: 干法填充
固定相: Lichroprep Si 60, 粒径: 25~40 μ m
流动相: 二氯甲烷
流速/压力: 45mL/min / 28—29bar
检测波长: 254nm

2. 化学合成产物分离

2. 1. 快速分离3-Dimethylaminomethylindol

反应式:



目标产物必须从过量的反应物和副产物中分离出来。由于重结晶的回收率很低，因此选用制备色谱（正相硅胶填料，粒径 40~63 μm）进行提纯。

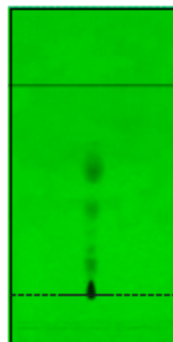
方法建立:

TLC 1:

固定相: Silica gel Si60_{F254}

流动相: 氯仿

结果: 复杂混合物
主要产品接近起点
有几个杂质被分开了



TLC 2:

固定相: Silica gel Si60_{F254}

流动相: 甲醇

结果: 目标产物可以被甲醇洗脱
杂质与目标产物清楚分开



试验仪器:

- ◆ Simple Flash System (including Pump Controller C-610, Pump Module C-601 and System Stand)
- ◆ Cartridge C-675 (Ø 12 mm / length 75 mm)
- ◆ Cartridge Adapter Set 12 mm
- ◆ Injection Valve
- ◆ Rack FC30
- ◆ Glass Tubes 50 ml for FC30
- ◆ Melting Point B-545 (not shown)

试验步骤:

起始条件:

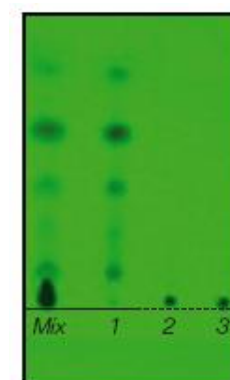
进样量: 1g 样品溶解在 3mL 氯仿中

色谱柱: Flash Cartridge 12×75mm, Silica gel Si60

流动相: 氯仿

流速: 10mL/min

在 4min (40mL) 左右, 洗脱液变成无色。流动相变为甲醇, 流速 10mL/min。收集两份 40mL 的馏分, 挥发掉溶剂。用 TLC 和熔点仪检测馏分的纯度。



试验结果:

TLC 3

固定相: Silica gel Si60_{F254}

流动相: 氯仿

结果:

馏分 1: 0.39 g 红色半晶体的副产品

馏分 2: 0.53g 白色晶体, 主要产品, 熔点 132.5°C

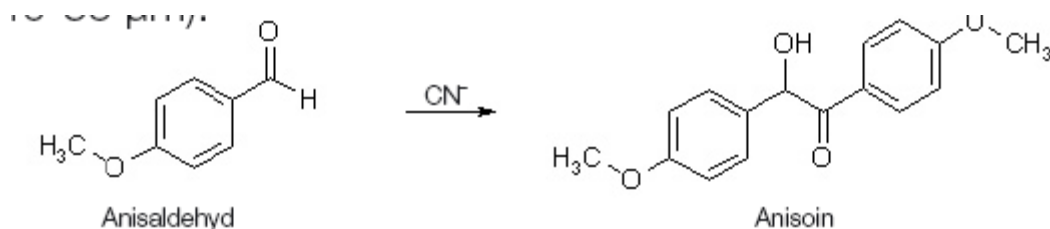
讨论:

本试验使用小而短的色谱柱 (12×75mm), 但是上样量较大, 整个分离过程非常迅速。分离过程更接近于固相萃取而不是典型的液相色谱分离。

馏分 1 也含有少量的目标产物。可以通过减少上样量或者使用较长的柱子来减少馏分 1 中目标产物的量, 但是分离时间和溶剂耗费都会增加。

2. 2. 从反应混合物中快速分离提纯 Anisoin

茴香醛（anisaldehyde，对甲氧基苯甲醛）与过量的氰化物催化剂在碱性条件下反应可以获得大量的 Anisoin。目标产物必须从反应物和副产物中分离出来。由于重结晶的回收率很低，因此选用制备色谱（正相硅胶填料，粒径 40~63 μm）进行提纯。



方法建立:

TLC 1:

固定相: Silica gel Si60F254

流动相: hexane: ethylacetate = 1:1

TLC 2:

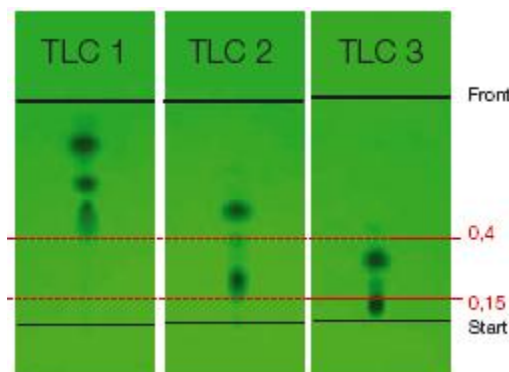
固定相: Silica gel Si60F254

流动相: hexane: ethylacetate = 3:1

TLC 3:

固定相: Silica gel Si60F254

流动相: hexane: ethylacetate = 9:1



图中红线表示最佳 Rf 值范围 (0.15 – 0.40)

结论: TLC-3 多用的条件能够获得最好的分离效果。组分 A 被洗脱后, 可以增加 ethylacetate 的百分比, 从而提高洗脱速度。

试验仪器:

- ◆ Gradient Flash System (including Pump Manager C-615, 2 x Pump Module C-601 and System Stand)
- ◆ Cartridge C-675 (Ø 40 mm / length 150 mm)
- ◆ Cartridge Adapter Set 40 mm
- ◆ Injection Valve
- ◆ Rack FC30
- ◆ 30 x Glass Tubes 50 ml for FC30
- ◆ Melting Point B-545 (not shown)

试验步骤:

进样体积: 3g 样品溶于 5mL 甲苯中

色谱柱: 40×150mm Flash 柱, Silica gel (40-63 μm)

流动相: 溶剂 A: Hexane

溶剂 B: Ethylacetate

流速: 60mL/min

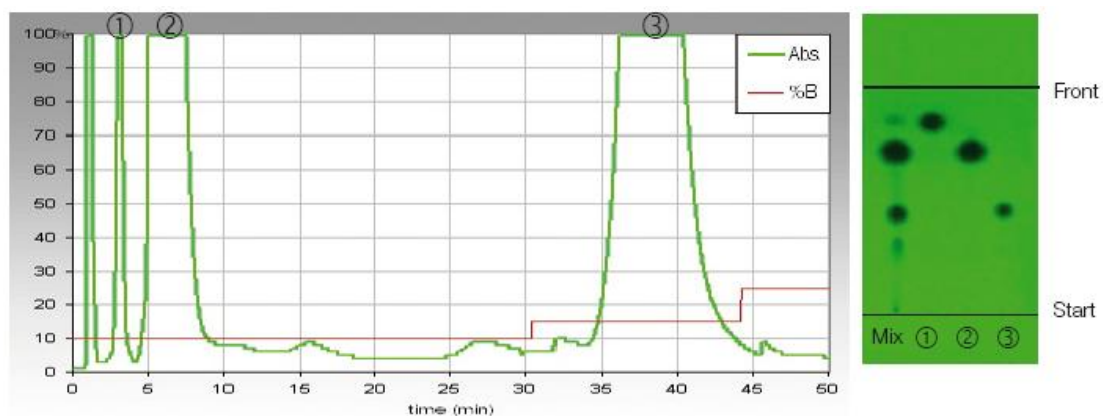
梯度条件: 10% B for 30 min

15% B for 14min

25% B for 15min

检测波长: 254 nm

试验结果:



馏分 1: 0.11 g 无色油状液体

馏分 2: 1.91 g 无色油状液体

馏分 3: 0.70g 白色晶体, 熔点: 111.6°C (Anisoin)

从谱图可以看出, 目标组分峰与杂质峰间隔很大, 可以轻易提高上样量或者通过改变梯度条件加速分离过程。