

有機EL材料の分取精製 ～少量分取から大量分取への展開～

中嶋 康介

ユーザーベネフィット

- ◆ 分析SFCシステムを用いて、そのまま分取精製ができます。
- ◆ 分析用の条件をもとに、大量分取用の条件を容易に作成できます。
- ◆ 分取SFCシステムを用いて試料溶液を大量注入する場合でも、良好なピーク形状を維持します。

■はじめに

有機EL材料は有機ELディスプレイの材料となる化合物群を示し、主に蛍光を発する多環芳香族から構成されます。有機EL材料の合成や不純物の構造解析は、新しく高性能な製品の開発に不可欠ですが、多くの場合高純度な化合物が求められるため、目的成分の精製を必要とします。

本稿では、Nexera UCの分析フラクションシステムによる超臨界流体クロマトグラフを用いた少量分取の紹介と、Nexera UC Prepを用いた大量分取への展開を紹介します。

■SFCによる有機EL材料の分析について

既報のアプリケーションニュース01-00135では、超臨界流体クロマトグラフ Nexera UCのメソッドスカウティングシステムを用い、有機EL材料の分析条件確立のワークフローを紹介しました。図1に対象とした3種の有機EL材料を示し、分析条件を表1に、得られた結果を図2に示します。

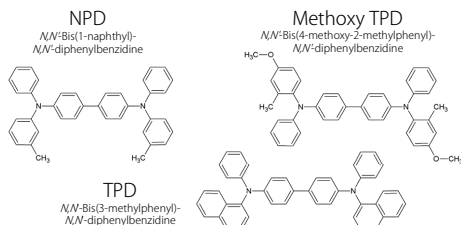


図1 有機EL材料の構造 (NPC、Methoxy TPD、TPD)

表1 分析条件 (分析スケールSFC)

Column	: Shim-pack™ UC Diol II*1 (250 mm×4.6 mm I.D., 5 μm)
Mobile phases	: A: CO ₂ B: acetonitrile
Flow rate	: 3 mL/min
Time program	: B conc. 2 % (0-1 min)→40 % (6-8 min) →0 % (8.01-10 min)
Column temp.	: 40 °C
Injection vol.	: 5 μL in tetrahydrofuran (containing 250 mg/L for each compound)
Vial	: SHIMADZU LabTotal™ for LC 1.5 mL, Glass*2
BPR Parameter	: 10 MPa
Detection	: PDA 350 nm (reference 400 nm)

*1 P/N : 227-32606-02、*2 P/N : 227-34001-01

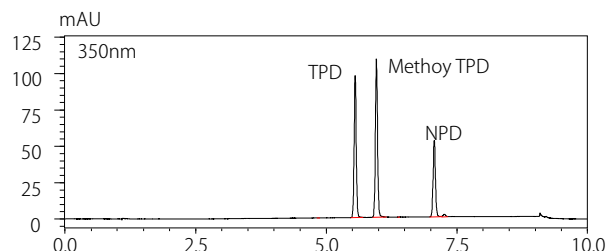


図2 有機EL材料の分析クロマトグラム

■分析フラクションシステムについて

島津製作所の超臨界流体クロマトグラフ Nexera UCは、フラクションコレクター FRC-40SFを接続することで分取精製を行うことが可能です。(図3 分析フラクションシステム)。Nexera UCメソッドスカウティングシステムもまた、分析フラクションシステムへのアップグレードに対応しているため、分析条件の検討から目的成分の精製へ、スムーズに移行することが可能です。



図3 分析フラクションシステム

■有機EL材料の少量分取と純度確認

分析フラクションシステムを用い、有機EL材料の分取精製を検討しました(図4)。分取条件は表1に示したものと同様で、精製対象として5 g/Lの試料溶液を使用しました。分取動作時には、分取ノズルと気液セパレーターを自動で洗浄するピーク間パーズ機能を用い、コンタミネーションを抑制しました(図4 青色区間)。

得られた画分を分析フラクションシステムにより再分析し、純度確認を行いました。得られた再分析クロマトグラムを図5に、純度確認の結果を表2に示します。分析フラクションシステムによる少量分取において、96%を超える高純度な分離精製ができました。

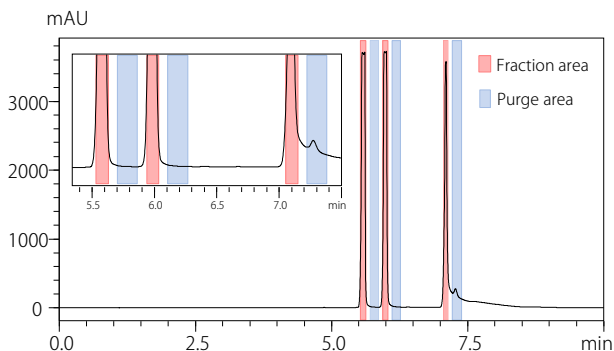


図4 分取クロマトグラム (分析フラクションシステム)

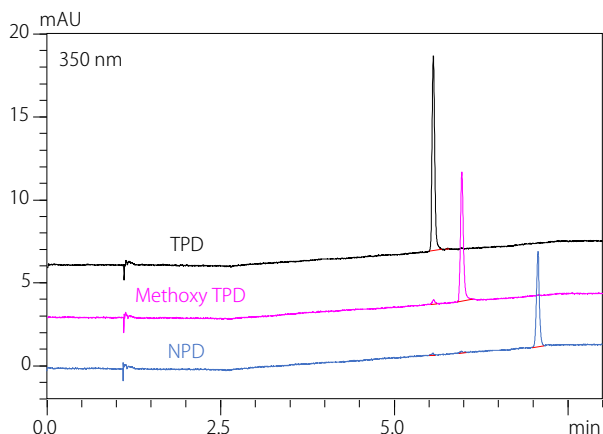


図5 回収液の再分析クロマトグラム

表2 画分に含まれる目的成分の純度 (面積百分率 UV 350 nm)

	Area %
TPD	99.7
Methoxy TPD	97.2
NPD	96.7

■ Nexera UC Prep と Shim-pack UC シリーズを用いたスケールアップ

前述の分析フラクションシステムを用いた少量分取では、一度の分析で25 µgの粗試料を精製することができました。さらに多くの粗試料を精製するため、分取精製のスケールアップを実施しました。

同一充填剤でカラム内径を太くした製品を選択することで、容易に大量分取へのスケールアップが可能です (参照: テクニカルレポート C190-0500)。ここでは内径20 mmのカラムを選択し、このカラムに対応した大量分取装置、Nexera UC Prepを使用しました。

表3にNexera UC Prepによる分取精製の条件を示し、試料溶媒を200 µL注入した場合の分取クロマトグラムを図6に示します。Nexera UC Prepにより、分析フラクションシステムと同等の分析時間で約40倍の粗試料を精製することができました。

表2 分析条件 (分取SFC)

Column	: Shim-pack UC Diol II* ³ (250 mm×20 mm I.D., 5 µm)
Mobile phases	: A: CO ₂ B: acetonitrile
Flow rate	: 60 mL/min
Make up Flow	: 5 mL/min (tetrahydrofuran)
Time program	: B conc. 2 % (0-1 min) → 40 % (6-8 min) → 0 % (8.01-10 min)
Column temp.	: 40 °C
Injection vol.	: 200 µL in tetrahydrofuran (containing 5 g/L for each compound)
Vial	: 10 mL screw vial* ⁴
BPR Parameter	: 10 MPa
Detection	: PDA 350 nm (reference 400 nm) Prep cell

*3 P/N : 227-32606-04、*4 P/N : 18 09 1306-1 (島津ジーエルシー)

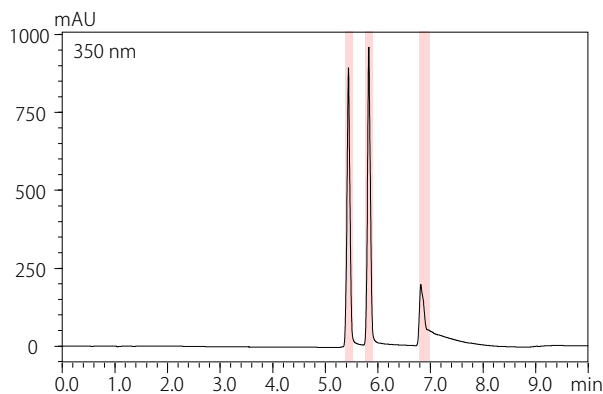


図6 分取クロマトグラム (Nexera UC Prep)

■ 試料溶液を大量注入した場合に起こるピーク形状の悪化を低減

大量分取では、一度に負荷する化合物量が重要ですが、試料溶媒の注入量を増やした場合、溶媒効果によりピーク形状が悪化することがあります。Nexera UC Prepでは試料溶媒を任意の比率に希釈しながら注入するOn-column dilution法を採用しており、溶媒効果によるピーク形状の悪化を最小限に抑えることが可能です。

ここではテトラヒドロフランを試料溶媒とし、大量注入時のピーク形状の悪化について検討しました。試料溶媒の注入量を、200 µLから1800 µLまで変化させた場合のクロマトグラムを図7に示します。

1800 µLの注入を行った場合も良好なピーク形状が維持されていることがわかります。

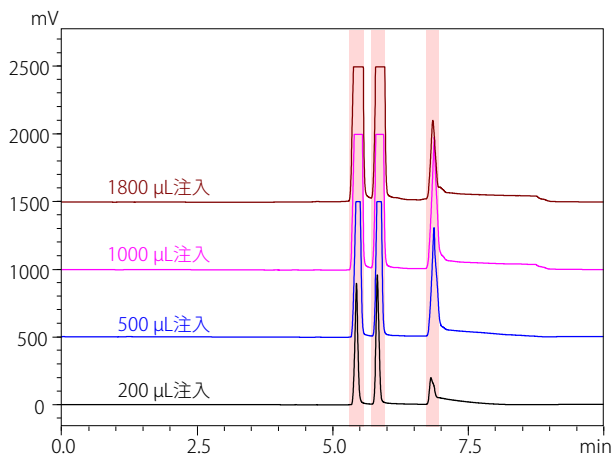


図7 分取クロマトグラム (注入量: 200 µL、500 µL、1000 µL、1800 µL)

■ まとめ

本稿では超臨界流体クロマトグラフを用い、有機EL材料を対象とした少量分取と、大量分取へのスケールアップを紹介しました。有機EL材料の開発や品質管理では、目的成分の合成、精製、分析のすべてが重要となります。条件検討から少量分取に対応したNexera UC、大量分取へのスケールアップに対応したNexera UC Prepにより、有機EL材料の開発や品質管理に関わる業務の効率化が期待されます。

Nexera、Shim-pack、および Shimadzu LabTotalは、株式会社島津製作所の日本およびその他の国における商標です。

株式会社 島津製作所 分析計測事業部
グローバルアプリケーション開発センター

01-00136-JP 初版発行: 2021年 3月

島津コールセンター ☎ 0120-131691

本文中に記載されている会社名および製品名は、各社の商標および登録商標です。本文中では「TM」、「®」を明記していない場合があります。

本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。

改訂版は会員制サイト Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>
閲覧には、会員制情報サービス Shim-Solutions Club にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>

© Shimadzu Corporation, 2021