

オンラインNMR反応モニタリング ラボで活躍する新しく革新的な解析システム

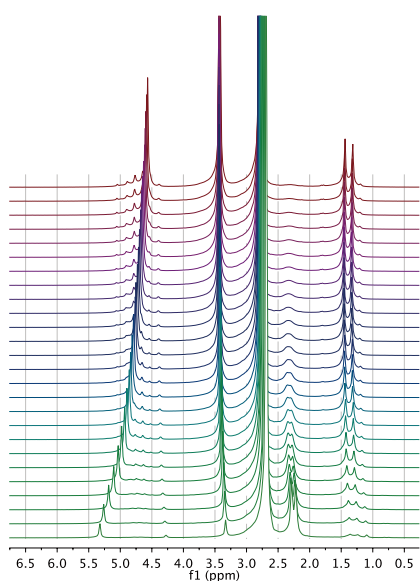
Spinsolve高解析ベンチトップNMRスペクトロメータはラボ内のヒュームフードにそのまま設置でき化学反応のオンラインモニタリングが可能。連続モードでは反応物がリアクターからマグネットへ送られ、スタンダードタイプのPTFEチューブを通り、送り返されます。

オンライン仕様の利点

- 反応エンドポイントの測定
- 中間体および副生成物の確認
- 反応速度の測定
- 収率を最大限に伸ばす
- 反応障害への早期対応
- サンプルの混合や単離を防ぐ
- リアルタイム解析
- 時間とコストの節約

Spinsolve NMRの選定理由

- 化学に特化
- 全ての化学種の数値化
- 構成情報の提供
- 溶液に依存しない校正
- 重水素化溶媒不要
- 高スペクトル解析
- 速い解析速度
- 外部ロック式の高安定性



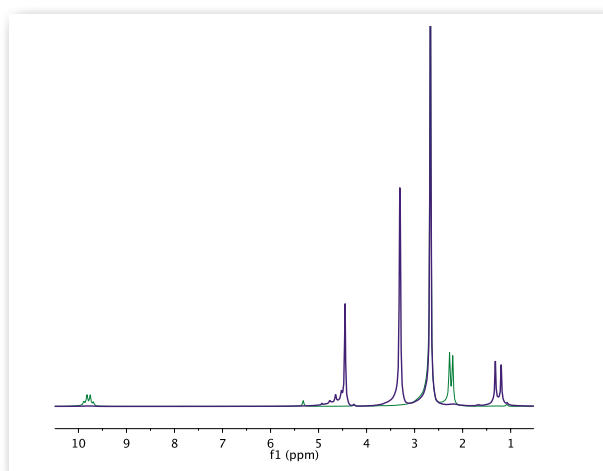
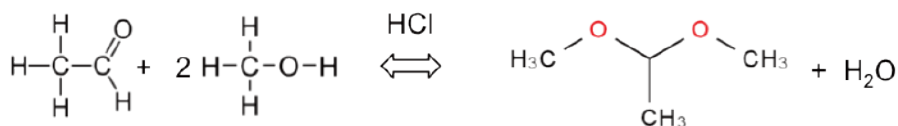
反応時に時間関数としてNMRスペクトルを示す
ウォーターフォールプロット



Spinsolve NMRスペクトロメータをヒュームフードに設置し
バッチ反応をリアルタイムモニタリングできる

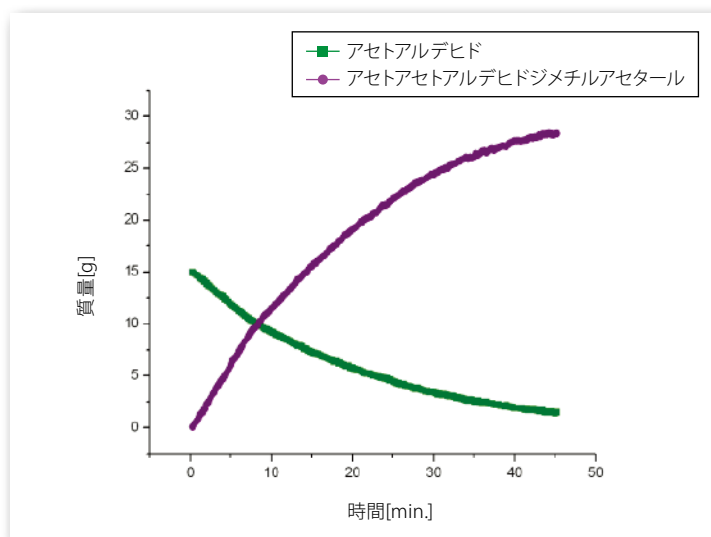
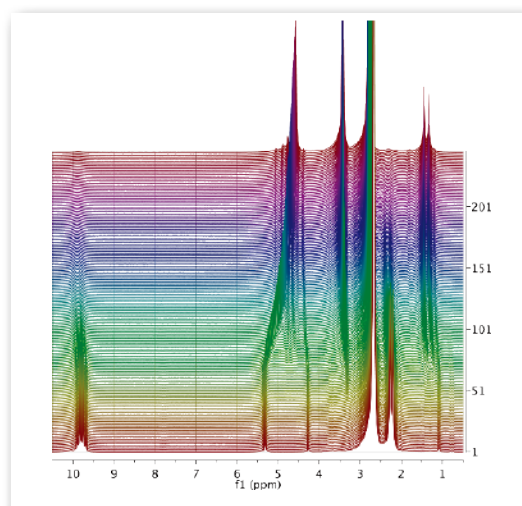
オンライン仕様の利点

アセタール化はアセタールがアルデヒドおよびアルコールから生成される有機合成においてみられる典型的な反応である。酸に触媒作用がはたらき副生成物として水を取り除く。下の図はアセトアルデヒドがメタノールに反応しアセトアルデヒドジメチルアセタール/Acetaldehyde Dimethyl Acetalを生成する反応式を表したものである。



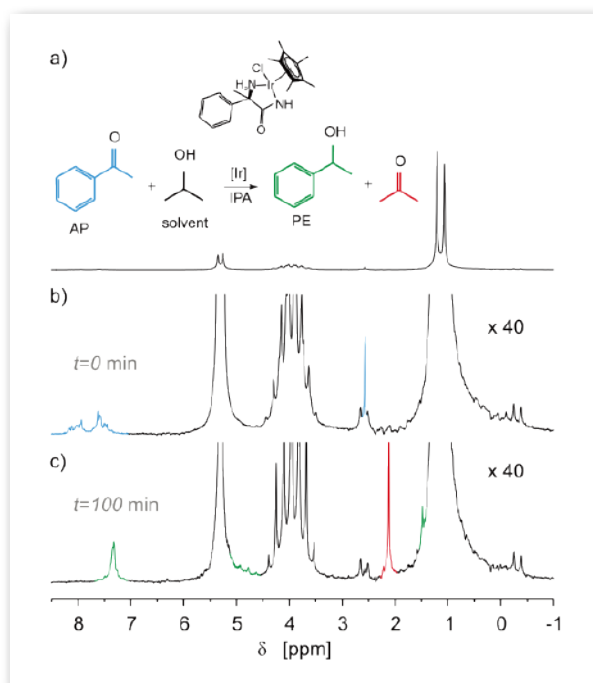
DMSO/ジメチルスルホキシドにおける反応

最初の混合物のスペクトル（ブラウン）はアセトアルデヒド（カルボニル9.7ppm、メチル2.25ppm）のシグナルを表している。反応（緑）の終わりではアセトアルデヒドジメチルアセタール（CH 4.8 ppm、CH₃ 1.4 ppm、-O-CH₃ 3.5 ppm）および水4.7ppmが見られる。DMSOのシグナルが2.7ppmで観測されたが、これが反応物質や生成物に影響を及ぼすことはない。重水素化したDMSOを使用する必要はない。



30mlのDMSO（蒸発を防ぐため）に溶解した20mlのアセトアルデヒドおよび0.5mlの塩酸（触媒）が入ったフラスコ内で反応を行った。35mlのメタノールを毎分1mlのペースで反応物質にスポイトで加え、1時間のあいだ反応をモニタリングし15秒毎にスペクトルで表示した（ウォーターフォールプロット）。緑と紫で表されたエリアを統合するとアルデヒド（緑）と反応物質内のアセトアルデヒドジメチルアセタールの合計質量は簡単に測定できる。

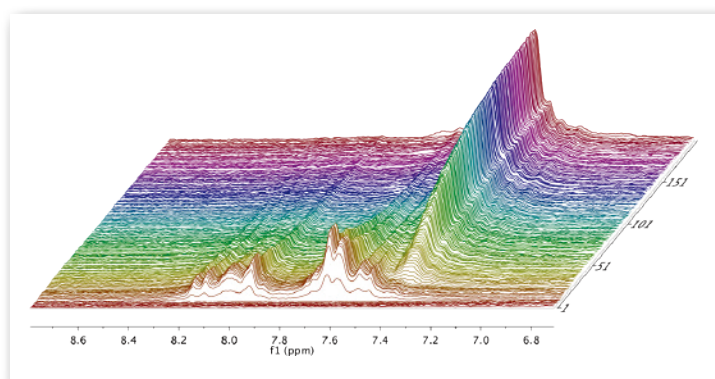
アセトフェノンから1-フェニルエタノールへの還元



例2で示す通り、アセトフェノン (AP) から1-フェニルエタノール (PE) への還元をイソプロパノールを使用した移動水素化反応を通してモニタリングを行った。

最初の実験は反応物質中にイソプロパノールのみを使用した。ポンプを起動させた後、AP2%がNMRスペクトロメータの反応物質に加えられ、10秒ごとの一定間隔でNMRスペクトルが得られた。

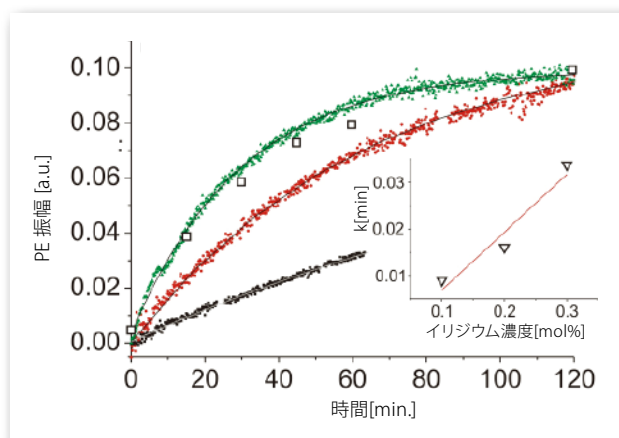
(a) イソプロパノールとAPシグナル (青) の3つの異なる化学基に相当するメインピークが1桁以上スペクトルを拡大した際のみに見られた (b)。そしてイリジウム触媒を溶液に加え数時間反応をモニタリングした。最後のスペクトル (c) ではAPのシグナルがアセトンのピーク (赤) と1-フェニルエタノール (緑) に変わっている。



スペクトルの芳香エリアを拡大したものである。このエリアは溶媒の大きいピークに影響されることはなく、シグナルを統合するとAP (7.85~8.3ppm) およびPE (7.1~7.45ppm) の両方の濃度を測定することができる。

3つの異なる触媒濃度を測定した時間関数として示すPEの濃度。結果はGCと比較され見事に一致している。

- GC測定
- Ir 0.1 mol%/イリジウム 0.1 mol%
- Ir 0.2 mol%/イリジウム 0.2 mol%
- ▲ Ir 0.3 mol%/イリジウム 0.3 mol%



これらの結果はSpinsolveスペクトロメータを使用し濃度1%以下のプロトン化した溶剤に希釈した反応物質をオンラインで正確に数値化できることを示している。

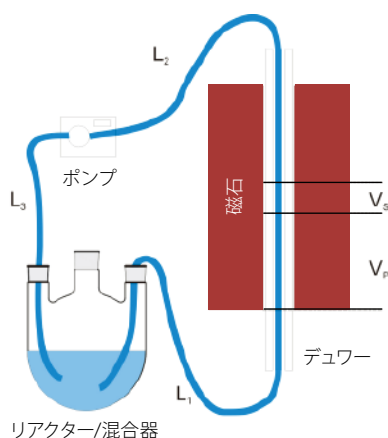
設置方法

オンラインモニタリングの設置手順は以下のとおりです。

流れるサンプルと磁石間の熱を下げるため、5mm o.d.と 2.25mm i.d.のデュワーをspinsolve本体の穴に取り付けてください。反応混合物は2mm o.d. PTFEチューブを使用し磁石の穴部分を通して送り出されます。

リアクターからSpinsolve有効容積へとつづくL1のチューブの長さを短くしたい場合はポンプを磁石の後ろに設置してください。ポンプは連続モードまたは停止モードで作動するように設定すると、約15秒毎の時点ごとに解析を行うことが可能です。スペクトロメータの安定性を保つためには磁石に接触する反応混合物の温度を30℃以下に保つ必要がありますが、反応は約100℃の環境でも行われます。

常温の場合、反応混合物はL1のチューブを通過する際に30℃以下まで冷却されます。



- チューブタイプ: PTFE
- 最大OD (Optical Density/光学濃度): 約2mm
- ID: 約1.5mm
- 長さ: 約3m (L1+L2+L3)
- L1の容量: 約1.5ml
- 総容量: 約5ml
- リアクター最高温度: 100℃
- 磁石最高温度: 30℃

新しく革新的な
反応モニタリングについて
更に詳細を知りたい方は
(株)朝日ラボ交易 または
Magritekまでお気軽に
お問い合わせください。

製品概要

- 周波数: 42.9MHzプロトン、10.8MHzカーボン
- 解析: 線幅50% < 0.7Hz (16ppb)
- 線形: 線幅0.55% < 20Hz
- 大きさ: 縦43cm×横58cm×高さ40cm
- 重さ: 約55kg
- 磁石: 永久磁石、冷媒不使用
- 漂遊磁場: < 2G、システム周辺全域



お見積り、デモ使用または試料測定をご希望の方はお気軽にご連絡ください。

製造元

Magritek Limited www.magritek.com

国内代理店

株式会社朝日ラボ交易



〒650-0044 神戸市中央区東川崎町1-8-4
Tel 078-335-8613
Fax 078-335-8614
Website <http://www.asahilab.co.jp>

お問合せは info@asahilab.co.jp にご連絡願います