

44

JUNE · 2013

Organic Square

有機化学情報誌
【オーガニックスクエア】



P.21 株式会社ダイセル CHIRALFLASH®

特別講座

- 02 ターボ Grignard 試薬の展開
サイエンスライター 佐藤 健太郎

グリーンケミストリー

- 04 ターボグリニャール試薬
06 Kawabata Acylation Catalyst (川端アシル化触媒)
08 pre-MIBSK
22 NAD(P)非依存な不斉酸化触媒 SanCat の有効性

合成材料

- 07 次亜塩素酸ナトリウム五水和物
09 光塩基発生剤 WPBG シリーズ
10 4,7,13,16,21,24-Hexaoxa-1,10-diazabicyclo [8.8.8] hexacosane
12 フラーレン・カーボンナノチューブ試薬
14 11-AUPA
15 ITO ガラス受託サービス

合成関連機器

- 16 eVol® XR
17 Presep® 分取シリーズ
21 CHIRALFLASH®, 2L-ChiralTLC®

分析

- 20 NMR テストチューブ

ターボ Grignard 試薬の展開

サイエンスライター 佐藤 健太郎

・世紀の反応

エーテル溶媒に浸した金属マグネシウムに、ハロゲン化アルキルの溶液をゆっくりと滴下し、Grignard 試薬を生成させる。これは、有機合成化学者なら必ず経験する実験であろう。筆者も初めて Grignard 試薬を作った際には、先輩に見守ってもらいながら、反応が暴走しないようにおっかなびっくりで実験を行ったことをよく覚えている。無事実験を終えた後、何か化学者としてひとつステップを上がったようで、少し誇らしい気持ちになったものであった。

実際、Grignard 試薬の生成は、有機合成化学の一丁目一番地というべきものであり、誰もが身につけておくべきテクニックだろう。試薬メーカーから多くの Grignard 試薬が売り出され、容易に手に入るようになった今も、その重要性に変わりはない。

V. Grignard によってこの反応が報告されたのは 1900 年、その功績でノーベル化学賞が授与されたのは 1912 年のことだ。しかし Grignard 試薬は、一世紀以上を経た今も最も使用頻度の高い有機合成手法の一つであり続けている。人名反応は数あれど、これだけ長きにわたって化学者に愛用されている反応は、他にほとんど例を見ない。

Grignard 試薬は単に息が長いというだけでなく、様々な応用がなされ、有機合成化学の発展に大きな寄与をしている点でも傑出している。銅塩を併用する Michael 付加反応、パラジウム触媒を用いるクロスカップリングなどは、そのよい例だろう。

そして近年の大きな進歩としては、P. Knochel らによる「ターボ Grignard 試薬」の開発が挙げられる。これは Grignard 試薬の用途をさらに広げる方法論として、大きな注目を浴びている。今回は、その生成と性質についてご紹介したい。

・Grignard 試薬の限界

Grignard 試薬は、R-MgX の式で表される。R に当たる置換基としては、アルキル・アルケニル・アルキニル・アリールなど、幅広い範囲の化合物が使用可能である。また求電子剤の方も、アルデヒド・ケトン・エステル・ニトリル・アミドなどなど、様々な官能基が利用できる。この守備範囲の広さが、Grignard 試薬が長らく使われてきた大きな要因といえる。

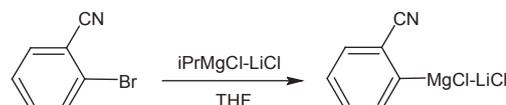
しかしこれは裏を返せば、基質が制限されることにもつながる。すなわち、エステルやニトリルなどの官能基が含まれる化合物は、自己反応してしまうために Grignard 試薬側としては利用できない。また、一部のヘテロ環化合物などにも、直接マグネシウムを作用させても分解してしまい、Grignard 試薬を生成できないものがある。このため従来 Grignard 試薬の生成には、構造が比較的シンプルなハロゲン化アルキル・ハロゲン化アリールなどが用いられるケースがほとんどであった。Knochel によるターボ Grignard 試薬の大きなポイントは、この限界を破ることに成功した点にある。

・ターボ Grignard 試薬の登場

前述のように、Grignard 試薬生成には、ハロゲン化物とマグネシウムの反応によるのが最も一般的である。これと別に、ハロゲン-金属交換反応によって Grignard 試薬を作る方法もある。すなわち、ハロゲン化物 (R-X) と Grignard 試薬 (R'

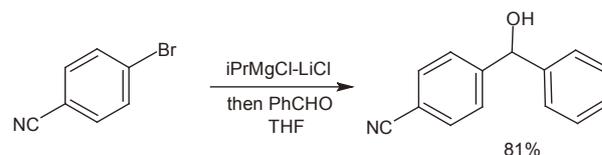
-MgX) を混合しておく、と、交換反応が起きて R-MgX という化学種が生成してくる。

この反応は比較的高い温度を必要とし、基質の分解など副反応を起こしやすい。しかし Knochel らは、この反応の際にリチウム塩を共存させておくと、交換が低温でも素早く進むことを発見した。条件を最適化した結果、イソプロピルマグネシウムクロリドと塩化リチウムの錯体 (iPrMgCl·LiCl) を、ハロゲン化アルケニルまたはハロゲン化アリールと低温 (-40°C) で反応させることで、対応するアルケニル及びアリール Grignard 試薬が効率よく得られることが判明した¹⁾。

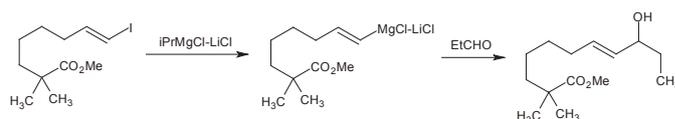


この iPrMgCl·LiCl は、高速で交換反応を起こすため、「ターボ Grignard 試薬」と通称される (場合により、イソプロピルでなく sec-ブチルマグネシウムクロリドが用いられるケースもある)。リチウムイオンの存在によって Grignard 試薬の会合状態が分解されること、リチウムが結合することによって、マグネシウムが負電荷に近い性質を帯び、求核性が向上することなどが高い反応性の原因と考えられている。

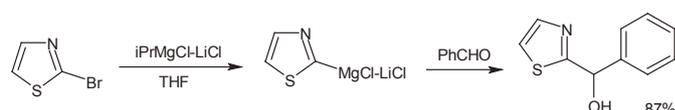
このターボ Grignard 試薬は、低温で生成させることができ、この温度ではエステル・ニトリルなどの比較的求電子性の低い官能基とは反応しない。これにより、たとえば下図のような基質から対応する Grignard 試薬を生成させ、その後でアルデヒドを加えてやれば、分子内のニトリル部分は無傷のままに付加体を得ることが可能になる。今までであれば、ニトリル部分をあとで導入するか、別の形にいったん変換しておき、Grignard 反応の後に酸化してニトリルに戻すといった手順が必要であった。すなわちターボ Grignard 試薬の導入は、合成工程数の大幅な短縮につながる。



同様に、ヨウ化アルケニルにターボ Grignard 試薬を作用させることで、対応する Grignard 試薬を生成させることもできる。こちらでも、分子内のエステルなどの官能基は影響を受けない²⁾。

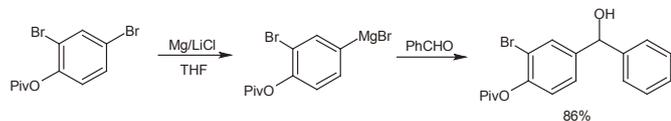


通常 Grignard 試薬を作りにくいヘテロ環化合物なども、同様に反応する。たとえば 3,5-ジブロモピリジン、3-ブromoチオフェン、2-ブromoチアゾールなども、ターボ Grignard 試薬と交換反応し、アルデヒドとの付加体を収率よく与える¹⁾。



・直接法

塩化リチウムは、ハロゲン-金属交換のみならず、通常の Grignard 試薬生成においても有効である。削状あるいは粉末状の金属マグネシウムと、塩化リチウムを THF に加え、ここにハロゲン化アリールの溶液を滴下すると、通常の場合（塩化リチウムがない場合）よりもずっと低温で、Grignard 試薬が生成する。例えば下図の例では、 -20°C 、60 分で反応が進行する³⁾。

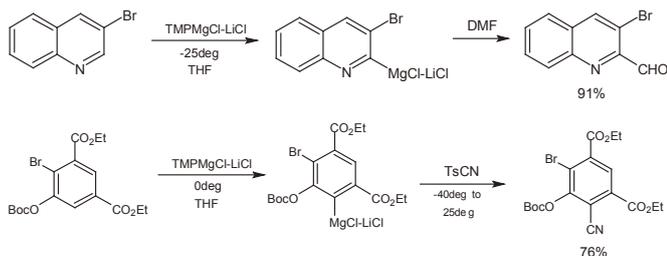


ターボ Grignard 試薬を用いる場合同様、この条件でエステルやニトリルなどの官能基は影響を受けない。得られた試薬は、アルデヒドなどの各種求核剤と反応する他、後述するようにクロスカップリング反応などに用いることもできる。

・C-H 引き抜きによる Grignard 試薬生成

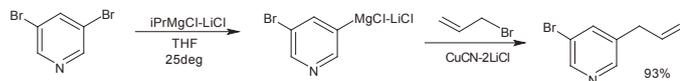
有機金属化合物の生成法としては、C-H 結合を強塩基で引き抜き、メタル化する方法もよく用いられる。Knochel らは、ここまでのターボ Grignard 試薬の知見を生かし、C-H 引き抜きによる Grignard 試薬の生成法も報告している⁴⁾。彼らは塩基として、2,2,6,6-テトラメチルピペリジン (TMP) とターボ Grignard 試薬 $i\text{PrMgCl}\cdot\text{LiCl}$ から合成されるマグネシウムアミドを用いている。この試薬は、Knochel-Hauser 塩基とも呼ばれる。

この $\text{TMPMgCl}\cdot\text{LiCl}$ は、ピリジンやイソキノリンなど各種ヘテロ環化合物を、直接 Grignard 試薬に変える。これら電子不足ヘテロ環の場合、多くは窒素に隣接する C-H 水素が引き抜かれる。またベンゼン環の場合は、ピリジンやエステルなどが directing group となり、これらに隣接する水素が置換される。これらの反応の際には、ハロゲン元素がついていてもこれとは反応せず水素原子だけを引き抜くなど、ターボ Grignard 試薬とは異なる挙動を示す。



・他の金属との組み合わせ

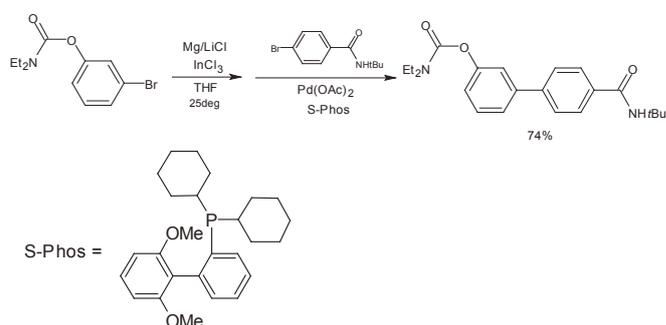
ターボ Grignard 試薬によって生成させた各種 Grignard 試薬は、他の金属へとトランスメタル化し、様々なカップリング反応に用いることができる。たとえば $\text{CuCN}\cdot 2\text{LiCl}$ を加えて銅にトランスメタル化を行い、ハロゲン化アルキルとカップリングさせることができる。同様に、銅にトランスメタル化させた上で酸塩化物と反応させれば、収率よくケトンが得られてくる¹⁾。



また、パラジウム触媒を用いて、ハロゲン化アリールなどとクロスカップリングを行うこともできる。ただしこの場合、生成した Grignard 試薬に塩化亜鉛(II)を加え、いったん亜鉛上にトランスメタル化した上で、カップリングを行う必要がある⁵⁾。

さらに最近になり、インジウムを用いる、より簡便なクロスカップリング反応が報告された⁶⁾。削状マグネシウム、塩化リチウム、塩化インジウム(III)を THF に加え、ここに室温でハロゲン化アリールまたはハロゲン化ベンジル溶液を滴下していくと、有機インジウム化合物が生成する。ここにハロゲン化アリールとパラジウム触媒を加えることで、クロスカップリングが行える。

ハロゲン化アリール同士を、比較的簡単な操作でクロスカップリングできるわけだから、合成的な価値は極めて高い。基質にエステル・アミド・アミノ・ニトロ・ニトリルなどの官能基が含まれていても、問題なくクロスカップリングが行える点でも優れている。



一世紀にわたって有機合成化学を支えてきた Grignard 試薬は、ここに至ってまた新たな生命を吹き込まれたといえる。

その後もターボ Grignard 試薬は多様な展開を見せており、適用範囲も着々と広がっている。 $i\text{PrMgCl}\cdot\text{LiCl}$ や $s\text{-BuMgCl}\cdot\text{LiCl}$ といった試薬は入手も容易で、旧来の Grignard 試薬に比べてずっと操作が簡便であるのも、特筆すべき点といえるだろう。穏和な条件下に炭素-炭素結合生成が行えるこの試薬は、すべての合成化学者が活用可能なものであり、記憶に値するものといえるであろう。

参考文献

- 1) Krasovskiy, A., Knochel, P.: *Angew. Chem. Int. Ed.*, **43**, 3333 (2004).
- 2) Ren, H., Krasovskiy, A., Knochel, P.: *Org. Lett.*, **6**, 4215 (2004).
- 3) Piller, F. M. *et al.*: *Angew. Chem. Int. Ed.*, **47**, 6802 (2008).
- 4) Krasovskiy, A. *et al.*: *Angew. Chem. Int. Ed.*, **45**, 2958 (2006).
- 5) Piller, F. M. *et al.*: *Angew. Chem. Int. Ed.*, **47**, 6802 (2008).
- 6) Bernhardt, S. *et al.*: *Chem. Eur. J.*, **19**, 828 (2013).

グリニャール試薬を調製時、1当量の塩化リチウム (LiCl) を添加すると、金属-ハロゲン交換もしくは Mg 挿入反応が加速され、グリニャール試薬を温和な条件で調製できます。この効率的なグリニャール試薬調製時の反応に使用される試薬をターボグリニャール試薬と呼びます。

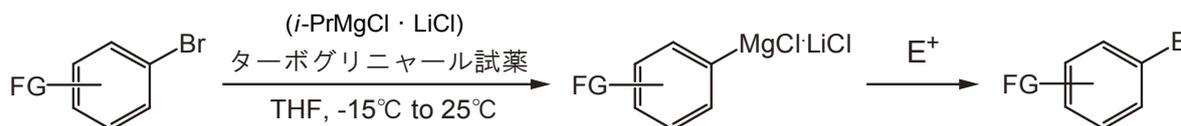
有機金属試薬の調製はハロゲン-金属交換反応が一般的ですが、Li-ハロゲン交換反応の場合には、官能基の適用に制限がある場合や低温条件が必要になるなど問題があります。一方、Mg-ハロゲン交換反応は Li よりも高温条件で進行しますが、官能基の適用にやはり制限があります。

本品は、従来自己反応してしまうとされていたエステル・ニトリル・ケトン・各種複素環などで官能基化されたグリニャール試薬を、実用的な温度で調製することができます。

特長

- 官能基許容性が高い
- 温和な条件下でグリニャール試薬の調製が可能
- 副反応を抑制

反応例¹⁾



FG=F, Cl, Br, CN, CO₂R, OMe

E⁺=Electrophile

Entry	Grignard reagent	Electrophile	Product	Yield(%) ^[a]
1		PhCOCl		87 ^[b]
2		allylbromide		93 ^[b]
3		PhCHO		90

[a] Yield of isolated analytically pure product.

[b] The Grignard reagent was transmetalated with CuCN · 2LiCl before reaction with an electrophile.

コード No.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
095-06431	☐ ³ Isopropylmagnesium Chloride-Lithium Chloride Complex, Tetrahydrofuran Solution (atb.14%)	有機合成用	100mL	15,000
097-06435			500mL	35,000
024-17531	☐ ³ 2-Butylmagnesium Chloride-Lithium Chloride Complex, Tetrahydrofuran Solution (atb.15%)	有機合成用	100mL	15,000
026-17535			500mL	35,000

【関連製品】

コード No.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
137-06041	Magnesium, Turnings	グリニャール反応用	100g	3,400
139-06045			500g	6,300
206-18531	☐ ⁴⁻¹ Tetrahydrofuran, Deoxidized, Stabilizer Free	有機合成用	100mL	2,600
208-18535			500mL	4,800
204-18537			18L	照会
209-18705	☐ ⁴⁻¹ Tetrahydrofuran, Deoxidized, with Stabilizer	有機合成用	500mL	4,900
201-17763			100mL	2,000
207-17765	☐ ⁴⁻¹ Tetrahydrofuran, Super Dehydrated, Stabilizer Free	有機合成用	500mL	4,200
209-17764			3L	15,000
205-17761			9L	照会
203-17767			18L	照会
205-17901			100mL	2,050
207-17905	☐ ⁴⁻¹ Tetrahydrofuran, Super Dehydrated, with Stabilizer	有機合成用	500mL	4,300
209-17904			3L	15,200
201-17903			9L	照会
203-17907			18L	照会

参考文献

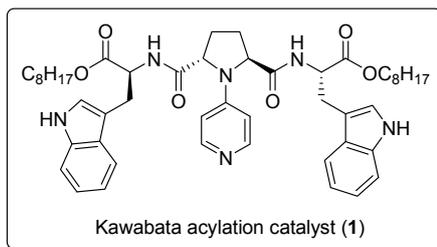
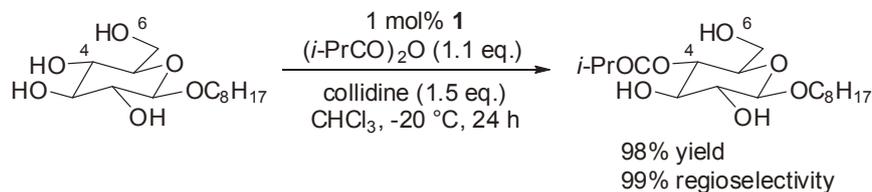
1) Krasovskiy, A., Knochel, P.: *Angew. Chem. Int. Ed.*, **43**, 3333-3336 (2004).

(T.S.)

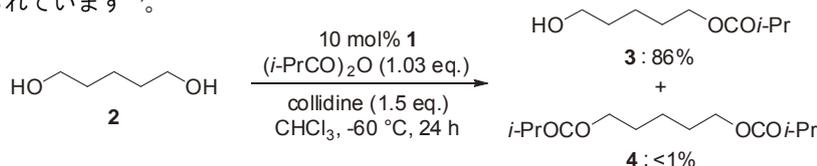
Kawabata Acylation Catalyst (川端アシル化触媒)



複数ある反応箇所の中から、特定の位置で選択的に反応が進行する触媒は報告例が少ないことが知られています¹⁾。その触媒の一つとして、糖の水酸基を選択的にアシル化する川端アシル化触媒(1)が挙げられます。本品は、グルコース誘導体のアシル化において反応性の高い6位の1級水酸基ではなく、反応性の低い4位の2級水酸基でアシル化が進行します²⁾。今回、触媒1を用いた新たな応用例が報告されましたので、紹介します。

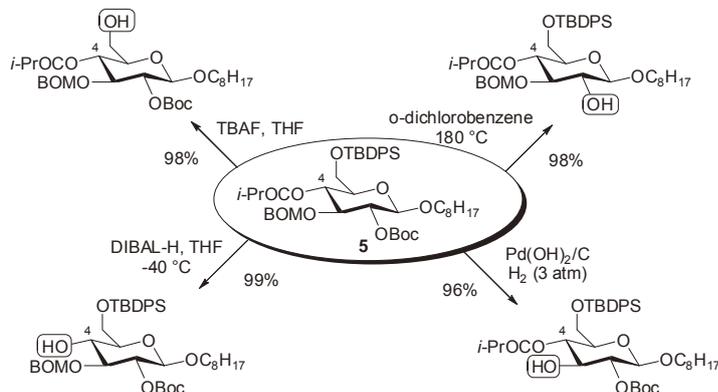


末端に水酸基を有する直鎖アルキルジオールのモノアシル化は、過剰に反応したジアシル化が同時に起きるため非常に難しい反応とされています。触媒1を用いたジオール2のモノアシル化反応において、ジアシル化体4の生成を抑え高い収率でモノアシル化体3が得られています³⁾。

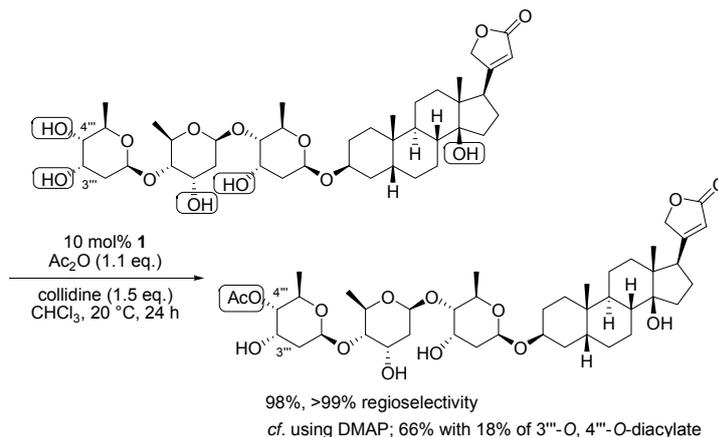


cf. using DMAP (5 mol%, 12 h); 3:45%, 4:16%

触媒1の応用例として、4つの水酸基にそれぞれ異なる保護基を導入したグルコース誘導体5の合成を行っています⁴⁾。対応する脱保護の処理を行うことによって、望みとするモノアルコール体が高い収率で得られます。これらのモノアルコール体は、様々なグルコース誘導体の合成に応用が可能です。



また、医薬品への応用として、強心配糖体として知られている digitoxin のアシル化を検討しています⁵⁾。digitoxin は5つの水酸基を有していますが、触媒1を用いることによって、4'''位の水酸基のみがアシル化された digitoxin が高収率で得られます。



参考文献

- 1) 赤川健吾:有機合成化学協会誌, **70**, 1305 (2012).
- 2) 総説; (a) 川端猛夫:和光純薬時報, **76** (4), 16 (2008). (b) Kawabata, T., Furuta, T.: *Chem. Lett.*, **38**, 640 (2009).
- 3) Yoshida, K., Furuta, T., Kawabata, T.: *Angew. Chem. Int. Ed.*, **50**, 4888 (2011).
- 4) Muramatsu, W., Mishiro, K., Ueda, Y., Furuta, T., Kawabata, T.: *Eur. J. Org. Chem.*, 827 (2010).
- 5) Yoshida, K., Furuta, T., Kawabata, T.: *Tetrahedron Lett.*, **51**, 4830 (2010).

コード No.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
119-00781	Kawabata Acylation Catalyst	有機合成用	50mg	18,000 (T.M.)

合成材料

取り扱いやすい結晶タイプ

次亜塩素酸ナトリウム五水和物



本品は酸化剤、殺菌消毒剤など、幅広い用途にご使用いただけます。

特長

- 結晶のため、溶液と比較し安定（分解しにくい）。
- 高濃度で使用可能（有効塩素 39.0%以上）。
当社化学用溶液製品（有効塩素 5.0%以上）の約 8 倍。
- 酸化剤として使用する際、排水が少なく済む。
- 保管時省スペース化が可能。



コード No.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
195-17212	Sodium Hypochlorite Pentahydrate	和光一級	25g	照会
199-17215			100g	照会

(K.K.)

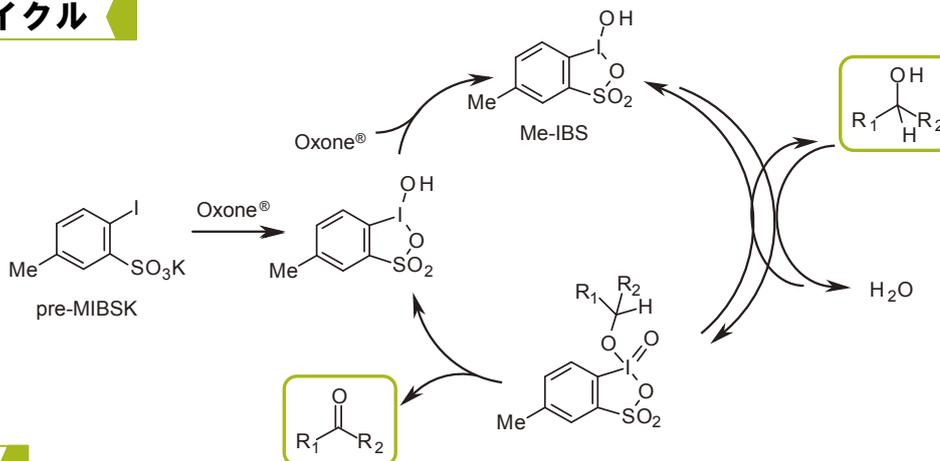
有機化学において酸化反応は重要な反応の一つです。近年、鉛やクロムのような金属酸化物の代替として超原子価ヨウ素を有する酸化反応が注目されています。

しかし、超原子価ヨウ素を有する 2-Iodoxybenzoic acid (IBX) や Dess-Martin Periodinane (DMP) のような酸化剤は爆発性があり、取扱いには注意が必要です。

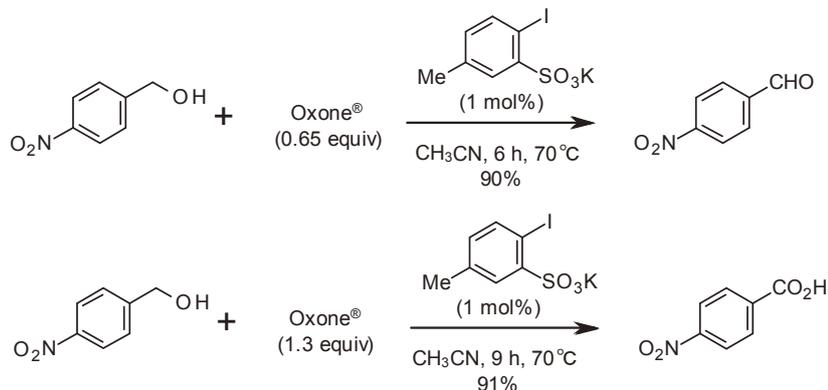
名古屋大学大学院工学研究科の石原らは、Potassium 2-Iodo-5-methylbenzenesulfonate (pre-MIBSK) と Oxone[®] から生成した Me-IBS が、アルコールの酸化反応を触媒量で進行させることを報告しました¹⁾²⁾。活性種の Me-IBS は pre-MIBSK から系内で調整されるため、DMP などに比べて安全です。

本反応は、Oxone[®] の添加量をコントロールすることによって、第 1 級アルコールを対応するアルデヒドもしくはカルボン酸に酸化する事が可能です。また第 2 級アルコールをケトンに酸化する事ができます。

触媒サイクル



反応例



コード No.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
New 167-25741	Potassium 2-Iodo-5-methylbenzenesulfonate 【pre-MIBSK】	有機合成用	100mg	4,000
New 163-25743			1g	7,000
New 161-25744			5g	20,000

【関連製品】

コード No.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
159-02201	Oxone [®] Monopersulfate Compound	-	100g	4,000
155-02203			1kg	7,500
323-47661	Dess-Martin Reagent <small>危4-1</small>	-	1g	7,200
329-47663			5g	28,000

OXONE[®] は Du Pont 社の登録商標です。

参考文献

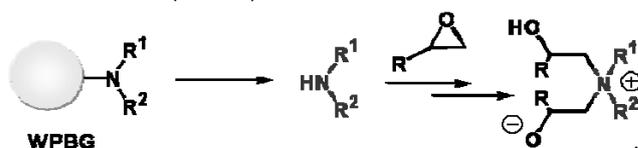
- 1) Uyanik, M., Akakura, M., Ishihara, K.: *J. Am. Chem. Soc.*, **131**, 251 (2009).
- 2) Uyanik, M., Ishihara, K.: *Org. Synth.*, **89**, 105 (2012).

(K.OS.)

光塩基発生剤 WPBG シリーズ



WPBG シリーズは光を照射することで塩基(アミン)を発生する化合物です。エポキシ樹脂の硬化、酸の中和等に使用できます。



WPBG : Wako Photo Base Generator

特長

- 金属の腐食、樹脂の変性がない。
- エポキシ、ポリアミック酸などの樹脂の硬化が可能。
- 酸素が反応の邪魔をしない。

コード No.	品名【別名】	構造	容量	希望納入価格(円)
359-33631	9-Anthrylmethyl Piperidine-1-carboxylate 【WPBG-015】		1g	11,000
355-33633			5g	38,000
356-33641	9-Anthrylmethyl N,N-Diethylcarbamate 【WPBG-018】		1g	11,000
352-33643			5g	38,000
354-33701	(E)-N-Cyclohexyl-3-(2-hydroxyphenyl)acrylamide 【WPBG-025】		1g	11,000
350-33703			5g	38,000
351-33711	(E)-1-Piperidino-3-(2-hydroxyphenyl)-2-propen-1-one 【WPBG-027】		1g	11,000
357-33713			5g	38,000
353-33651	9-Anthrylmethyl N-Cyclohexylcarbamate 【WPBG-041】		1g	11,000
359-33653			5g	38,000
352-33741	Guanidinium 2-(3-Benzoylphenyl)propionate 【WPBG-082】		1g	11,000
358-33743			5g	38,000
357-33671	1-(Anthraquinon-2-yl)ethyl Imidazole-1-carboxylate 【WPBG-140】		1g	11,000
353-33673			5g	38,000
358-33721	(2-Nitrophenyl)methyl 4-Hydroxypiperidine-1-carboxylate 【WPBG-158】		1g	11,000
354-33723			5g	38,000
355-33731	(2-Nitrophenyl)methyl 4-(Methacryloyloxy)piperidine-1-carboxylate 【WPBG-165】		1g	12,000
351-33733			5g	40,000
354-33681	1-(Anthraquinon-2-yl)ethyl N,N-Dicyclohexylcarbamate 【WPBG-166】		1g	11,000
350-33683			5g	38,000
356-33761	Dicyclohexylammonium 2-(3-Benzoylphenyl)propionate 【WPBG-167】		1g	11,000
352-33763			5g	38,000
359-33751	Cyclohexylammonium 2-(3-Benzoylphenyl)propionate 【WPBG-168】		1g	11,000
355-33753			5g	38,000
350-33661	9-Anthrylmethyl N,N-Dicyclohexylcarbamate 【WPBG-172】		1g	11,000
356-33663			5g	38,000
351-33691	1-(Anthraquinon-2-yl)ethyl N-Cyclohexylcarbamate 【WPBG-174】		1g	11,000
357-33693			5g	38,000

(K.K.)

合成材料

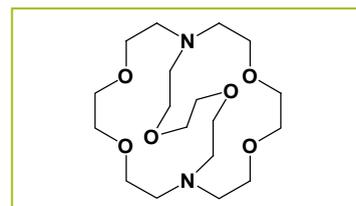
▶▶▶ 触媒、ホストゲストケミストリーなどに

▶▶▶ 4,7,13,16,21,24-Hexaoxa-1,10-diazabicyclo [8.8.8] hexacosane

本品は別名 Cryptand222 としても知られる、クラウンエーテルのビシクロ誘導体の一種です。

アルカリ金属、特にカリウムイオンと安定な錯体を形成します。金属イオンを包み込むように取り込むことから、単環であるクラウンエーテルよりもイオン選択性や錯体の安定性が優れているとされています。

相間移動触媒として、あるいは重合開始剤として用いられるなど様々な用途に使用されます。



コード No.	品名	CAS No.	規格	容量	希望納入価格(円)
085-09791	4,7,13,16,21,24-Hexaoxa-1,10-diazabicyclo [8.8.8]hexacosane	23978-09-8	有機合成用	1g	13,000
081-09793				5g	47,000

【クラウンエーテル】

コード No.	品名	CAS No.	規格	容量	希望納入価格(円)
035-16901	危4-3 15-クラウン-5	33100-27-5	和光一級	10mL	12,000
033-12541	18-クラウン-6	17455-13-9	和光特級	5g	2,500
031-12542				25g	8,000
039-12543				100g	24,000
042-26221	ジベンゾ-18-クラウン-6	14187-32-7	-	5g	4,500

【関連試薬】

コード No.	品名	CAS No.	規格	容量	希望納入価格(円)
298-63501	劇-II 危4-1 試薬セット F	-	糖合成用	25 回用	230,000
134-15064	マンノーストリプレート F	92051-23-5	糖合成用	20mg × 25	67,000
209-16061	1,3,4,6-テトラ-O-アセチル-2-O-トリフルオロメタン スルホニル-β-D-マンノピラノース	92051-23-5	糖合成用	20mg × 5	18,000
208-14571	1,3,4,6-テトラ-O-アセチル-2-O-トリフルオロメタン スルホニル-β-D-マンノピラノース	92051-23-5	生化学用	100mg	8,000
204-14573				1g	照会
018-22901	劇-II 危4-1 アセトニトリル (超脱水)	75-05-8	有機合成用	100mL	2,400
010-22905				500mL	4,800
014-22903				3L	16,000
016-22907				18L	照会
513-98071	炭酸カリウム, Puratronic® 99.997% (metals basis)	584-08-7	ALF 010838	5g	5,600
511-98072				25g	17,600
519-98073				100g	61,300
081-01091	1mol/L 塩酸	7647-01-0	容量分析用	100mL	880
083-01095				500mL	1,000
087-01093				3L	4,900
081-01111	0.1mol/L 塩酸	7647-01-0	容量分析用	100mL	900
083-01115				500mL	1,000
087-01113				3L	4,800

コード No.	品名	CAS No.	規格	容量	希望納入価格(円)
190-02171	1mol/L 水酸化ナトリウム溶液	1310-73-2	容量分析用	100mL	930
192-02175				500mL	1,050
196-02173				3L	5,200
194-02191	0.1mol/L 水酸化ナトリウム溶液	1310-73-2	容量分析用	100mL	930
196-02195				500mL	1,050
190-02193				3L	5,200
202-08741	[危4-1] テトラヒドロフラン	109-99-9	試薬特級	100mL	1,250
204-08745				500mL	1,800
206-08744				3L	7,300
208-08743				8kg	照会
200-08747				15kg	照会
206-00483	[危4-1] テトラヒドロフラン (安定剤不含)	109-99-9	和光特級	100mL	1,050
200-00486				500mL	1,700
200-00481				3L	6,900
208-00487				15kg	照会
196-15645	滅菌水、エンドトキシンフリー	7732-18-5	細胞培養用	500mL	2,100
324-97521	ダウエックス™ 1×8 50-100 メッシュ強塩基性	-	-	100mL	7,000
326-97525	I型陰イオン交換樹脂(CI形)			500mL	19,000
328-97541	ダウエックス™ 50W×8 100-200 メッシュ強酸性	-	-	100mL	7,000
320-97545	陽イオン交換樹脂(H形)			500mL	19,000
290-32051	プレセップ®-C アルミナ	-	試料前処理用	10個×5	26,000
167-04182	[特麻原][危1] 過マンガン酸カリウム	7722-64-7	試薬特級	25g	2,100
161-04185				500g	4,500
169-04181				500g×20	照会
166-21811	[劇]-II 水酸化カリウム	1310-58-3	試薬特級	100g	1,400
168-21815				500g	1,470

(U.TN.)

フラーレン・カーボンナノチューブ試薬



当社では、フラーレンやカーボンナノチューブといったカーボンナノ材料を取り扱っております。今回製品の一部をご紹介します。他の製品に関しましては当社または当社代理店にお問い合わせ下さい。

フラーレン

コード No.	品名	メーカー	メーカーコード	容量	希望納入価格 (円)
-	Fullerene powder 99.5% C60	ALF	39722	100mg	11,400
-				1g	56,400
-				5g	187,900
-	Fullerene powder mixed refined, typically 77% C60, 22% C70, <2% higher	ALF	40968	250mg	14,400
-				1g	48,100
-	Fullerene powder mixed, typically 98% C60, 2% C70	ALF	40970	250mg	20,400
-				1g	58,600
-	Fullerene powder mixed refined, typically 73% C60, 22% C70, higher 5%	ALF	41181	250mg	32,400
-				1g	51,300
-				5g	214,100
-	Fullerene powder 99.9+% C60	ALF	42007	250mg	36,700
-				1g	109,400
-				5g	380,400
-	Fullerene powder sublimed, 99.9+% C60	ALF	42008	50mg	16,000
-				250mg	43,200
-				1g	131,800
-				5g	528,900
-	Fullerene - C60 min. 99.9% (Buckminsterfullerene)	SRM	06-0502	25mg	10,500
-				100mg	21,600
-				500mg	49,500
519-29561	Fullerene - C60 99.9+% (Buckminsterfullerene)	SRM	06-0602	25mg	10,400
515-29563				100mg	21,200
-				500mg	54,600
-	Fullerene powder hydroxylated, C60(OH) _n	ALF	41182	25mg	44,800
-				100mg	146,100
-	Fullerene powder mixed hydrogenated, typically 77% C60H _x , 22% C70H _y	ALF	40967	0.1g	23,400
-				0.5g	94,200
-	Fullerene powder 97% C70	ALF	39720	10mg	24,400
-				50mg	67,000
-				250mg	104,000
-	Fullerene powder 99+% C70	ALF	42600	250mg	121,500
-				1g	327,000
-	Fullerene powder 98+% C70	ALF	42601	250mg	99,900
-				1g	293,800
574-43591	Fullerene - C70 min. 98%	SRM	06-0503	10mg	11,000
570-43593				50mg	37,500
-				250mg	165,600
577-43601	Fullerene - C70 min. 99%	SRM	06-0603	10mg	12,300
-				50mg	46,500
-				250mg	183,900
-				25mg	7,000
-	Fullerene powder mixed, 2-12% C70	ALF	36202	100mg	17,000
-				0.5g	78,300

コード No.	品名	メーカー	メーカーコード	容 量	希望納入価格 (円)
-	Fullerenes - C60/C70 mixture (contains ~20% C70 and ~1% higher fullerenes)	SRM	06-0500	50mg	6,000
-				250mg	19,800
-				1g	63,000
-	Fullerene - C76 min. 95%	SRM	06-0525	5mg	263,700
-	Fullerene - C76 min. 98%	SRM	06-0526	5mg	329,700
-	Fullerene - C76 99.9%	SRM	06-0527	5mg	389,400
-	Fullerene - C78 min. 95%	SRM	06-0530	5mg	263,700
-	Fullerene - C84 min. 95%	SRM	06-0507	5mg	219,900
-	Fullerene - C84 min. 99%	SRM	06-0607	5mg	338,400
-	Carbon soot Fullerene precursor powder	ALF	40971	1g	8,700
-				5g	30,000

カーボンナノチューブ

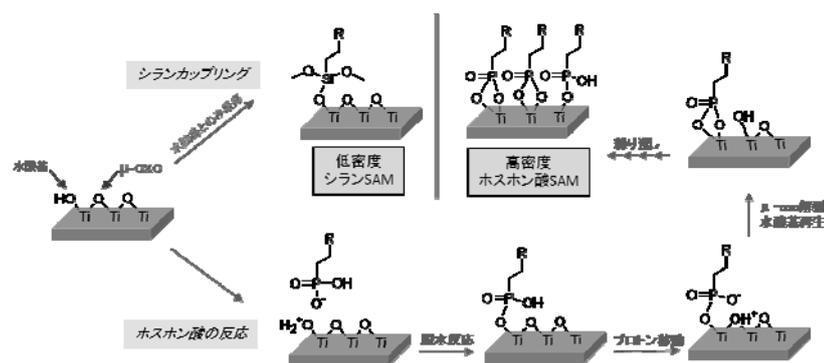
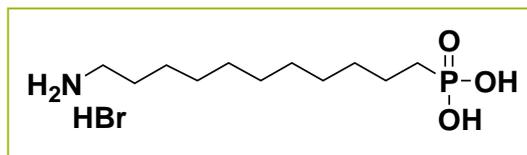
コード No.	品名	メーカー	メーカーコード	容 量	希望納入価格 (円)
570-42231	Carbon Nanotube Single-walled	SRM	06-0508	250mg	19,600
-				1g	63,000
328-94001	Carbon Nanotube Single-walled 50% below 2nm(diam.), 5-15 μm(length)	ワコーケミカル	-	500mg	20,000
325-94011	Carbon Nanotube Double-walled 50% below 5nm(diam.), 5-15 μm(length)	ワコーケミカル	-	500mg	20,000
323-43381	Carbon Nanotube Multi-walled, 3 - 20nm	ワコーケミカル	-	1g	10,000
329-43383				5g	35,000
320-43391	Carbon Nanotube Multi-walled, 10 - 30nm	ワコーケミカル	-	1g	10,000
326-43393				5g	37,000
323-43401	Carbon Nanotube Multi-walled, 20 - 30nm	ワコーケミカル	-	1g	10,000
320-43411	Carbon Nanotube Multi-walled, 20 - 50nm	ワコーケミカル	-	1g	10,000
326-43413				5g	35,000
329-43403	Carbon Nanotube Multi-walled, 20 - 30nm	ワコーケミカル	-	5g	35,000
329-94031	Carbon Nanotube Aligned Multi-walled 10-20nm(diam.), 5-15 μm(length)	ワコーケミカル	-	1g	10,000
325-94033				5g	32,200
326-94041	Carbon Nanotube Herringbone, 10-20nm(diam.), 5-15 μm(length)	ワコーケミカル	-	1g	15,000
322-94043				5g	35,000
579-42201	Carbon Nanotube Multi-walled as produced cathode deposit	SRM	06-0504	1g	13,900
-				5g	41,700
576-42211	Carbon Nanotube Multi-walled, core material	SRM	06-0505	1g	33,300
-				5g	145,200
573-42221	Carbon Nanotube Multi-walled, ground core material	SRM	06-0506	250mg	13,900
-				1g	43,500
-				5g	131,400

(メーカー略号 SRM : Strem 社 ALF : Johnson Matthey 社 Alfa Aesar ブランド)
(U.TN.)

ホスホン酸誘導体は、 Al_2O_3 、 TiO_2 、 ZrO_2 、 SiO_2 、マイカ、ステンレス (SS316L)、ニチノール、ヒドロキシアパタイト、 ZnO 、ITO 等の種々金属酸化物の表面処理・改質剤として近年注目されています。これまで用いられてきた有機シラン系の表面処理剤に比べ多くの利点を有することから、有機半導体デバイスやバイオセンサ、微粒子修飾など様々な分野で応用され始めています。

Schwartz らは、Ti 酸化膜上に 11-HUPA の SAM を形成して蛍光分子を修飾し、ホスホン酸 SAM が有機シランよりも 4 倍高密度で、アルカリ溶液中で安定性が高いことを示しています。有機シランが Ti 酸化膜上に存在する OH 基としか反応できないのに対し、ホスホン酸誘導体は基板にプロトンを提供することで OH を産生し、高密度に結合すると考えられています。

11-AUPA は 1 級アミノ基を反応性官能基として有しており、APTS (3-アミノプロピルトリエトキシシラン) のような有機シランの代替として金属酸化物の表面処理に利用可能です。



<ホスホン酸 SAM 作製例>

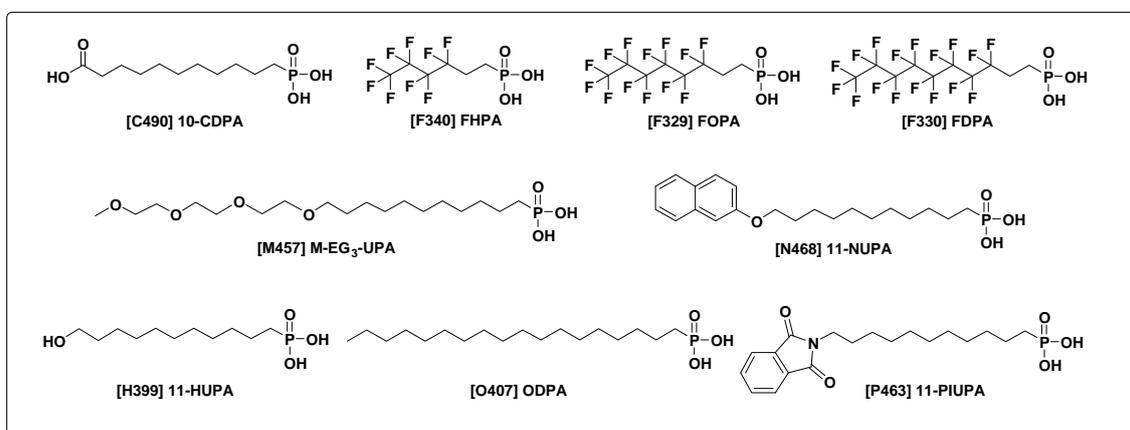
1. 基板を界面活性剤水溶液(0.5% SDS)に浸漬し、20 分間超音波洗浄する。
2. 純水、アセトン、エタノールで、順次 20 分間超音波洗浄する*1)。
3. 1mmol/l ホスホン酸誘導体のエタノール溶液に 1 時間浸漬する。
4. エタノールで洗浄後、窒素で風乾する。
5. 120°C で 1 時間加熱処理する*2)。

*1) 基板の洗浄は、酸素/プラズマ、UV/オゾン処理などで代替できる。

*2) 加熱処理により、基板の水酸基とホスホン酸の脱水縮合が進み、SAM が安定化する。

図 1 ホスホン酸誘導体が有機シランより高密度な SAM を形成する理由

【関連製品】



コード No.	メーカーコード	品名	容量	希望納入価格(円)
New 342-91681	A517	11-AUPA	10mg	13,800
New 348-91683			100mg	38,200
342-91561	C490	10-CDPA	10mg	11,000
348-91563			100mg	30,000
349-91593	F340	FHFA	10mg	9,800
343-91591			100mg	28,000
349-91571	F329	FOPA	10mg	9,800
345-91573			100mg	28,000
346-91581	F330	FDPA	10mg	13,000
342-91583			100mg	36,000

コード No.	メーカーコード	品 名	容 量	希望納入価格 (円)
342-91603	H399	11-HUPA	10mg	11,000
346-91601			100mg	30,000
343-91611	M457	M-Eg ₃ -UPA	10mg	13,800
349-91613			100mg	38,200
340-91621	N468	11-NUPA	10mg	11,000
346-91623			100mg	30,000
347-91631	O407	ODPA	10mg	11,000
343-91633			100mg	30,000
344-91641	P463	11-PIUPA	10mg	11,000
340-91643			100mg	30,000

(G.KY.)

ITO ガラス受託サービス



ITO(Indium Tin Oxide)は導電性を持ち、近赤外から紫外(約 300nm~2600nm 以上)までの光を透過します。ITO コートガラスは有機 EL 材料の理想的な電極として使用されています。

Luminescence Technology 社はお客様のニーズに応じて、二種類の有機 EL 用 ITO 導電ガラスを提供しております。また各種 ITO ガラスのパターニング受託サービスも行っております。

メーカーコード	LT-G001	LT-G002
ITO 膜厚(Thickness)	1200~1600Å	3100~3700Å
ITO 表面抵抗(Resistance)	9~15 Ω/sq	4~6 Ω/sq
ITO 透過率(Transparency)	>84% (at 550nm)	>78% (at 550nm)
ガラス種類	Polished soda lime glass	
サイズ(Dimension)	370mm×470 mm or 希望サイズ	
ガラス厚	0.7 or 1.1mm	
SiO ₂ 膜厚(Thickness)	≥200Å	
R _a (算術平均粗さ)	Less than 6nm	
R _{max} (最大高さ)	Less than 35nm	



ご希望のガラスサイズと枚数をご指定頂き、当社営業員もしくは当社代理店までお問い合わせ下さい。希望納入価格と納期をお見積り致します。

(U.TN.)

有機合成における試薬の導入に！
装置へのサンプル導入に！

eVol® は高精度デジタル制御ガラスシリンジです。
多種多様な液体ハンドリングを、より高精度で正確に、かつ迅速に行うことができます。



特長

●液体ハンドリング

複数の操作モードを用いることで液体ハンドリングにおいて優れた操作性を発揮します。

Dispense（吐出）モード：設定した量の吸引／吐出を行います。吸引／吐出量は任意に設定でき、スピードは10段階で設定可能です。

Repeat Dispense（繰り返し吐出）モード：吸引した液体を一定量で繰り返し吐出を行います。繰り返しの多い分注作業でも精度高く楽に作業が行えます。

Manual（マニュアル）モード：液体の量を計測しながら吸引／吐出の動作を行うことができます。吸引／吐出量のコントロールが可能です。

Custom（カスタム）モード：吸引・吐出・ポーズなどの各動作を98までのステップでプログラムを設定、保存できます。

・0.2 μ L～1mL の範囲で液体ハンドリングが可能です。

取り付け可能シリンジ：5 μ L、50 μ L、100 μ L、500 μ L、1000 μ L(1mL)各シリンジ

●精度・再現性

・ボタン一つで溶液のシリンジ吸引／吐出を行うため、個人スキルによる差ができません。

・ピペッターのような空気吐出タイプの機器と異なり、内部で溶液が蒸発し本体内の空気の圧力が上がるといった問題が発生しません。水性・非水性液体の高精度な吸引／吐出が可能です。

精 度【Accuracy】：校正されたシリンジで、約±0.2%（フルストローク）

キャリブレーション(補正) 機能搭載。実測の値を用いて補正が可能

補正ファクターは、本体デバイスに保存可能

再現性【Precision】：5 μ L シリンジにおいて0.5%RSD（フルストローク）

50 μ L、100 μ L シリンジにおいて0.4%RSD（フルストローク）

500 μ L、1mL シリンジにおいて0.3%RSD（フルストローク）

●操作

・フルカラースクリーンにタッチ・ホイール型ユーザー・インターフェースを採用、プログラム作業が楽に行えます。

・専用のeVol® シリンジを使用、取り替え作業をワンタッチで容易に行えます。

・軽量でコンパクトなデザインです。片手で操作が可能です。

・可搬型で使用場所を選びません。充電式でコンセントがない場所でも使用可能です（充電式バッテリーで2.5時間の充電で3500回ストローク可能（ACアダプターで充電））。

●品質管理

・専用のeVol® シリンジを使い分けることでコンタミネーションを防ぐことができます。

・eVol® は厳格な品質管理基準（GLP、GMP、FDAなど）に対応可能で、試薬や溶媒の調製を正確に行うための日常メンテナンス、キャリブレーションを簡単に行えます。

・本体に最大20本までのシリンジの校正データを記録でき、シリンジの交換時に素早く簡単にそれらのデータが使用できます。またISO/IEC17025 認定校正機関でのシンボル付校正証明書の取得が可能です。

用途

●誘導体化試薬の添加

●非水性溶媒の正確な分注

●装置（GC/HPLC）の注入

●TLCプレートのスポットティング

●定量NMR向け液体ハンドリング

●内部標準の添加

●迅速な希釈

コード No.	メーカーコード	品 名	容 量	希望納入価格 (円)
515-93771	2910200	eVol [®] XR デジタルシリンジスターターキット 【内容物】 ・ eVol [®] XR デジタルデバイス ×1 体 ・ eVol [®] 5 μ L シリンジ ×1 本 ・ eVol [®] 100 μ L シリンジ ×1 本 ・ eVol [®] 1mL シリンジ ×1 本 ・ eVol [®] スタンド ×1 ・ AC アダプター ×1 ・ 英語版取扱い説明書、日本語版取扱い説明書入り 8cmCD	1 セット	119,000
512-93781	2910205	eVol [®] XR デジタルシリンジ (デバイス本体のみ、その他付属品無し)	1 セット	87,000

その他、長さの異なるシリンジニードルが標準装備されている eVol[®] NMR エディション (メーカーコード: 2910100) もございます。お問い合わせ下さい。

(G.KT.)

フラッシュクロマトグラフ用カラム Presep[®] 分取シリーズ



合成された化合物や天然物を高効率に分取精製処理できる手法として、中圧クロマトシステム (フラッシュクロマトシステム) の需要が増加しています。

Presep[®]分取シリーズはフラッシュクロマトシステムで使用できるカラムです。ディスポーザブルタイプのシリンジ型カラムで、各種充てん剤・サイズを取り揃えています。

充てん剤仕様

品 名	形状	粒子径 (μ m)	細孔径 (nm)	細孔容量 (mL/g)	比表面積 (m ² /g)	pH
Presep [®] (Luer Lock) Silica Gel (HC-N)	球状	35~63	3	0.6	780	6.5~ 7.5
Presep [®] (Luer Lock) Silica Gel (SP)	球状	40~64	6	0.75	475	6.5~ 7.5
Presep [®] (Luer Lock) Silica Gel	破砕状	20~40	7	0.8	450	5.5~ 7.5
Presep [®] (Luer Lock) NH ₂ (HC)	球状	55~65	4~5	0.75~1.25	850-950	9.5~10.5
Presep [®] (Luer Lock) NH ₂	破砕状	38~63	6.5	0.7	460	8.5~11.5

特 長

品 名	特 長
Presep [®] (Luer Lock) Silica Gel (HC-N)	比表面積の大きいシリカゲルを充てんすることで分離能が向上 サンプル負荷量が従来の3倍 (当社従来カラム比) 分取にかかるコスト、時間の削減を実現
Presep [®] (Luer Lock) Silica Gel (SP)	高品位の球状シリカゲルを充てん 優れた再現性
Presep [®] (Luer Lock) Silica Gel	高品位の破砕状シリカゲルを充てん 優れたコストパフォーマンス
Presep [®] (Luer Lock) NH ₂ (HC)	比表面積の大きいアミノプロピルシリカゲルを充てんすることで分離能が向上 サンプル負荷量が向上 塩基性化合物のテーリングを改善
Presep [®] (Luer Lock) NH ₂	塩基性化合物の分離・精製が可能 順相系と逆相系の両モードでの分離・精製が可能 破砕状アミノプロピルシリカゲルを充てん

製品一覧

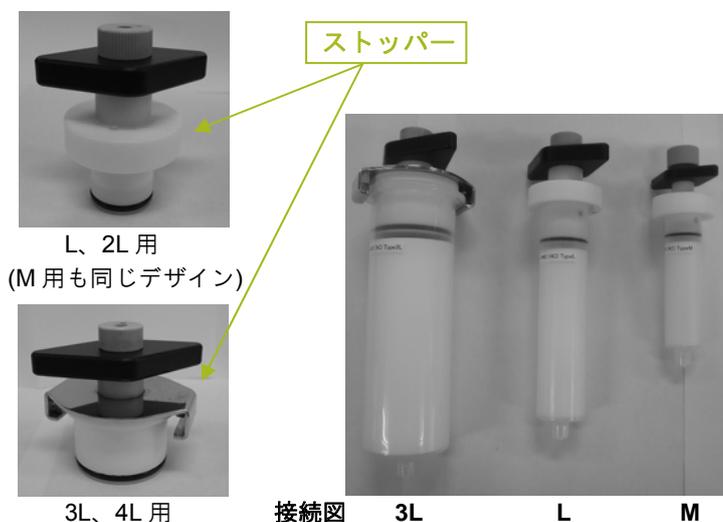
品名	充てん剤量				
	タイプ M 25mL	タイプ L 70mL	タイプ 2L 100mL	タイプ 3L 200mL	タイプ 4L 400mL
Presep [®] (Luer Lock) Silica Gel (HC-N)	13g	35g	50g	115g	230g
Presep [®] (Luer Lock) Silica Gel (SP)	12g	31g	—	110g	—
Presep [®] (Luer Lock) Silica Gel	11g	30g	—	110g	—
Presep [®] (Luer Lock) NH ₂ (HC)	14g	34g	50g	110g	220g
Presep [®] (Luer Lock) NH ₂	14g	34g	—	140g	—

コード No.	品名	容量	希望納入価格(円)
291-34041	プレセップ [®] (ルアーロック) シリカゲル (HC-N) タイプ M (13g/25mL)	20本	35,000
297-34043		100本	照会
295-34061	プレセップ [®] (ルアーロック) シリカゲル (HC-N) タイプ L (35g/70mL)	20本	45,000
291-34063		100本	照会
292-34071	プレセップ [®] (ルアーロック) シリカゲル (HC-N) タイプ 2L (50g/100mL)	20本	60,000
298-34073		100本	照会
294-34031	プレセップ [®] (ルアーロック) シリカゲル (HC-N) タイプ 3L (115g/200mL)	5本	28,000
290-34033		30本	照会
299-34081	プレセップ [®] (ルアーロック) シリカゲル (HC-N) タイプ 4L (230g/400mL)	5本	38,000
295-34083		30本	照会
293-33401	プレセップ [®] (ルアーロック) シリカゲル (SP) タイプ M (12g/25mL)	20本	29,000
299-33403		100本	照会
290-33411	プレセップ [®] (ルアーロック) シリカゲル (SP) タイプ L (31g/70mL)	20本	39,000
296-33413		100本	照会
293-33901	プレセップ [®] (ルアーロック) シリカゲル (SP) タイプ 3L (110g/200mL)	5本	25,000
299-33903		30本	照会
292-33591	プレセップ [®] (ルアーロック) シリカゲル タイプ M (11g/25mL)	20本	20,000
298-33593		100本	照会
295-33601	プレセップ [®] (ルアーロック) シリカゲル タイプ L (30g/70mL)	20本	25,000
291-33603		100本	照会
292-62801	プレセップ [®] (ルアーロック) シリカゲル タイプ 3L (110g/200mL)	5本	22,000
298-62803		30本	照会
291-34541	プレセップ [®] (ルアーロック) NH ₂ (HC) タイプ M (14g/25mL)	20本	48,000
297-34543		100本	照会
295-34561	プレセップ [®] (ルアーロック) NH ₂ (HC) タイプ L (34g/70mL)	20本	80,000
291-34563		100本	照会
292-34571	プレセップ [®] (ルアーロック) NH ₂ (HC) タイプ 2L (50g/100mL)	20本	100,000
298-34573		100本	照会
299-34581	プレセップ [®] (ルアーロック) NH ₂ (HC) タイプ 3L (110g/200mL)	5本	50,000
295-34583		30本	照会
296-34591	プレセップ [®] (ルアーロック) NH ₂ (HC) タイプ 4L (220g/400mL)	5本	75,000
292-34593		30本	照会
297-33421	プレセップ [®] (ルアーロック) NH ₂ タイプ M (14g/25mL)	20本	40,000
293-33423		100本	照会
294-33431	プレセップ [®] (ルアーロック) NH ₂ タイプ L (34g/70mL)	20本	70,000
290-33433		100本	照会
290-33911	プレセップ [®] (ルアーロック) NH ₂ タイプ 3L (140g/200mL)	5本	45,000
296-33913		30本	照会

関連製品

●Presep Column Adapter

Presep®シリーズのカラムアダプターです。既存の中圧送液ポンプシステム等に取り付けてご使用いただけます。耐溶剤性の高いパーフロ製 O-リングを採用しており、様々な溶媒の使用が可能です。



■接続手順 (3L、4L サイズ)



- ① プレセップ® にカラムアダプターを差し込む
- ② ストッパーで固定し、ネジを回して締める
- ③ 接続完了

コード No.	品 名	容 量	希望納入価格 (円)
292-34331	プレセップ® カラムアダプター (タイプ M 用)	1 個	48,000
295-34321	プレセップ® カラムアダプター (タイプ L、2L 用)	1 個	55,000
298-34291	プレセップ® カラムアダプター (タイプ 3L、4L 用)	1 個	66,000
295-34701	プレセップ® カラムアダプター O-リング (高耐溶剤性) (タイプ M 用)	1 個	7,000
299-34721	プレセップ® カラムアダプター O-リング (高耐溶剤性) (タイプ L、2L 用)	1 個	8,000
295-34441	プレセップ® カラムアダプター O-リング (高耐溶剤性) (タイプ 3L、4L 用)	1 個	15,000

●空カラム/フィルター

プレセップ® (ルアーロック) シリーズの空カラム及びフィルターです。

コード No.	品 名	容 量	希望納入価格 (円)
293-34121	プレセップ® (ルアーロック) 空カラム タイプ M (25mL)	100 本	28,000
290-34131	プレセップ® (ルアーロック) 空カラム タイプ L (70mL)	100 本	33,000
297-34141	プレセップ® (ルアーロック) 空カラム タイプ 2L (100mL)	100 本	57,000
291-34161	プレセップ® (ルアーロック) 空カラム タイプ 3L (200mL)	30 本	33,000
298-34171	プレセップ® (ルアーロック) 空カラム タイプ 4L (400mL)	30 本	38,000
295-34181	プレセップ® フィルター (タイプ M 用)	10 枚	2,000
292-34191	プレセップ® フィルター (タイプ L、2L 用)	10 枚	3,500
295-34201	プレセップ® フィルター (タイプ 3L、4L 用)	10 枚	4,000

(G.KT.)

NMR 用 NMR テストチューブ



高品質で、より安価な NMR 用ガラスチューブです。

キャップデザインを改良し、一定のところでキャップが止まるように工夫してあるため、脱着しやすくキャップが入り込み過ぎません。また 7 インチおよび 8 インチサイズを揃えており、ご使用の装置に合わせてお選びいただけます。

サンプルを用意しております。当社もしくは当社代理店にお問い合わせ下さい。



品質

外径	5mm 用 S-Type* ¹⁾ : ϕ 4.932~4.970mm HG-Type* ²⁾ : ϕ 4.951~4.965mm
肉厚	0.38mm
全長	7 インチ (178mm)、8 インチ (203mm)
ターゲット周波数帯	100~800MHz
チューブ材質	ほう珪酸ガラス
キャップ材質	ポリエチレン

*1) S-Type: スタンダードタイプ。外径幅公差が広め。

*2) HG-Type: ハイグレードタイプ。外径幅公差が狭く高周波領域に強い。

コード No.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
291-47851	NMR Test Tube S-Type (ϕ 4.932~4.970mm × 7in.)	NMR 用	10 本	2,000
297-47853			100 本	19,000
297-47951	NMR Test Tube HG-Type (ϕ 4.951~4.965mm × 7in.)	NMR 用	10 本	4,000
293-47953			100 本	38,000
293-48151	NMR Test Tube S-Type (ϕ 4.932~4.970mm × 8in.)	NMR 用	10 本	2,200
299-48153			100 本	20,900
295-48351	NMR Test Tube HG-Type (ϕ 4.951~4.965mm × 8in.)	NMR 用	10 本	4,400
291-48353			100 本	41,800

NMR テストチューブ用キャップ

ポリエチレン製の NMR テストチューブ用キャップです。

赤・緑・白・青・黄の 5 色を用意しています。一度に多数の測定を行う際大変便利です。チューブとあわせ是非ご活用ください。



コード No.	品名	規格	容量	希望納入価格(円)
297-49151	Polyethylene Cap (Red) For NMR Test Tube	NMR 用	100 個	3,500
293-49251	Polyethylene Cap (Green) For NMR Test Tube	NMR 用	100 個	3,500
299-49351	Polyethylene Cap (White) For NMR Test Tube	NMR 用	100 個	3,500
290-49401	Polyethylene Cap (Blue) For NMR Test Tube	NMR 用	100 個	3,500
291-49551	Polyethylene Cap (Yellow) For NMR Test Tube	NMR 用	100 個	3,500

この他、CIL 社製各種 NMR 溶媒を取り扱っています。お問い合わせ下さい。

(G.TK.)

株式会社ダイセルから 2013 年 4 月に発売された 2L-ChiralTLC® は、従来の TLC プレートでは困難な、キラル分離が可能で
 ます。キラルセクターを有する耐溶剤型充てん剤と蛍光剤含有シリカゲルを二層構造にすることにより UV 検出を実現しまし
 した。中圧用キラルカラム CHIRALFLASH® の分取条件検討に使用できます。

特長

- HPLC で行っていた中圧用キラルカラム CHIRALFLASH® の分取条件検討が TLC で可能。
- 中圧用キラルカラム CHIRALFLASH® と同じ充てん剤を用いた TLC プレートによる検討で得られた条件で分取が可能。
- 条件検討に要する時間、溶媒の低減が可能。

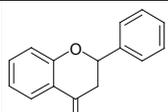
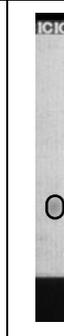
検討例

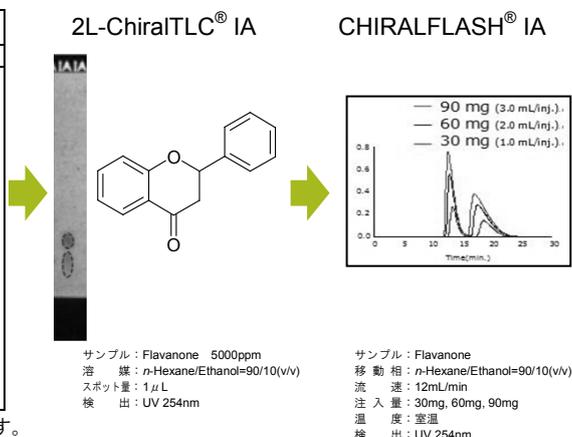
CHIRALFLASH® は一般的な中圧用分取装置に接続可能で、通常の中圧カラムと同様の手法で光学活性化合物を分取できま
 ず。以下に 2L-ChiralTLC® で条件検討を行い、得られた条件で分取を行った例を示します。図のように分離に適したキラルセ
 レクターおよび移動相条件を選定することにより、光学活性化合物の分取が可能です。

- 2L-ChiralTLC® を用いた中圧分取条件の設定 (Flavanone の分取例)

手順 1. 各種 2L-ChiralTLC® 及び各種溶媒を用いて展開します。 手順 2. 分取条件を決定します。 手順 3. 分取へ適用します。



品名	2L-ChiralTLC® IA	2L-ChiralTLC® IA	2L-ChiralTLC® IA	2L-ChiralTLC® IA	2L-ChiralTLC® IC	2L-ChiralTLC® ID	2L-ChiralTLC® IF
溶媒	①	②	③	④	①	①	①
 サンプル: Flavanone サンプル濃度: 500ppm 溶媒 ① n-Hexane/Ethanol=90/10(v/v) ② n-Hexane/DCM=50/50(v/v) DCM: ジクロロメタン ③ n-Hexane/EtOAc=90/10(v/v) EtOAc: 酢酸エチル ④ n-Hexane/IPA=90/10(v/v) スポット量: 1µL 検出: UV 254nm							



IA または IF、n-Hexane/Ethanol=90/10(v/v)の組み合わせで良好な分離が得られています。

コード No.	メーカーコード	品名	サイズ	容量	希望納入価格(円)
381-02101	4ST4A	2L-ChiralTLC® 4 types (2L-Chiral TLC® IA/IC/ID/IF 各 1 枚)	10cm×20cm	1 枚×4	80,000
388-02111	80T2A	2L-ChiralTLC® IA	10cm×20cm	2 枚	45,000
385-02121	83T2A	2L-ChiralTLC® IC	10cm×20cm	2 枚	45,000
382-02131	84T2A	2L-ChiralTLC® ID	10cm×20cm	2 枚	45,000
389-02141	86T2A	2L-ChiralTLC® IF	10cm×20cm	2 枚	45,000

コード No.	メーカーコード	カラム名	内径(mm)	長さ(mm)	粒子径(µm)	充てん剤量(g)	希望納入価格(円)
306-95801	80M73	CHIRALFLASH® IA	30	100	20	40	300,000
303-95811	83M73	CHIRALFLASH® IC	30	100	20	40	300,000
309-99431	84M73	CHIRALFLASH® ID	30	100	20	40	300,000
385-01261	86M73	CHIRALFLASH® IF	30	100	20	40	300,000

商品に関するご質問は、株式会社ダイセル CPI カンパニー開発営業部までお問い合わせ下さい。

(G.KT.)

サンヨー食品株式会社 マーケティング本部開発部 永岡 宏行

1.はじめに

微生物遺伝資源に関わる国際条約、例えば、1993年発効「生物多様性条約（CBD：Convention on Biological Diversity）」、2010年発足「生物遺伝資源利用と利益配分（ABS：Access and Benefit-Sharing）」など、希少微生物種の取引規制及び特定の地域の生物種保護に対する枠組みが設定され¹⁾、更に、組換え微生物の使用等についてもカルタヘナ法で規制されている。従って、昨今の化学工業は、微生物由来遺伝資源ベースの“ものづくり”となっており、植物遺伝資源への関心は小さい。今回、エンドウ豆から得られる鉄結合蛋白質（以下、HBP：Heme-Binding Protein）に“NAD(P)非依存な2級アルコール脱水素反応（以下、2nd-ADH）”を触媒する機能を見出し、SanCatを開発するに至ったので紹介する（図1）。

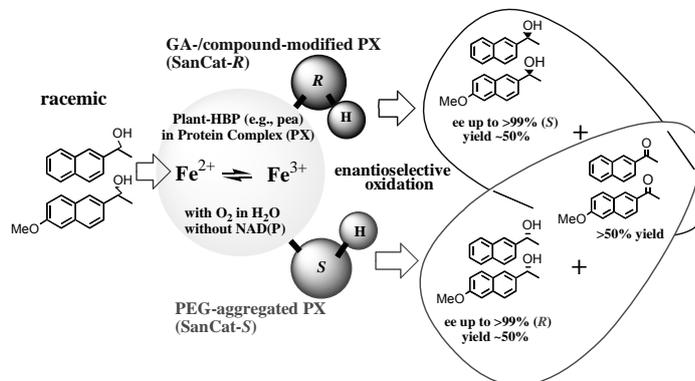


図1. SanCat のイメージ

2.NAD(P)非依存2級アルコール不斉脱水素酵素 (2nd-ADH)

近年、菌由来2nd-ADHの活性中心の構造、“亜鉛と結合するcys（アミノ酸）”と“構造維持のcys”を、ゲノム配列の規則性からまとめた総説がある。しかし、SanCatのNAD(P)非依存な2nd-ADHについては報告はなく、植物独特の機能と考察できる²⁾。菌由来2nd-ADHは、電子移動（Zn ↔ NAD(P)）に基づく酸化還元：NAD(P)-水素脱着が律速となるため、2nd-ADH菌抽出酵素だけでは反応しない。従って、（遺伝子組換え）菌本体を使う方がコストに見合う一方、保存/反応培地/廃棄を含めた環境配慮に対してのコスト負担が生じる。SanCatの特長は、1)植物由来で2)NAD(P)非依存型、更には3)還元力を持たない2nd-ADH粉末であり、菌由来2nd-ADHとは不斉酸化触媒粉末という点で異なる（図2）。これは、加水分解/エステル化反応を触媒するリパーゼ粉末と同様に簡便であることを意味し、更に、リパーゼのアセチル基脱着の為の工程は要しない。



図2. SanCatの不斉酸化反応

3.遷移元素を用いた均一触媒

2001年、ノーベル化学賞受賞理由「キラル触媒による不斉反応の研究」に対して、野依教授とノーレス博士は不斉水素化反応、シャープレス教授は不斉酸化反応で受賞した。3人は、化学反応の仲立ち役となる触媒として遷移金属を抱えた特殊な有機化合物（有機金属錯体）を作成し、鏡像異性体の一方だけを選んで作ることに成功した³⁾。遷移元素は複数の酸化数状態が可能で、種々の配位子と錯体を形成できる特徴をもち、酸化数の高い化合物は酸化剤（例えば、過マンガン酸カリウムKMnO₄と二クロム酸カリウムK₂Cr₂O₇）として働く。BINAP（50万種以上の光学分割剤）は、高価な希少遷移元素Pd、Ru、etcに対して有機化合物が配位した均一触媒であるが、埋蔵量が多く安価な遷移元素である鉄への転換が期待されており、“鉄錯体の不斉スルフィド酸化は成功、2nd-ADHについては検討中”⁴⁾の状況にある。従って、SanCat鉄電子移動系（Fe²⁺ ↔ Fe³⁺ with O₂）による不斉酸化反応は、鉄（遷移元素）を用いる均一触媒の成功を示唆している。以下、SanCatと菌本体、菌由来酵素、そして有機金属錯体（BINAP）との比較（メリット、デメリット）を整理してみた。

表1. SanCatの既存法との比較

	コスト	補酵素	専門知識	菌培地有無	反応溶媒	立体選択性	反応後
菌	低 ○	不要 ○	要 ×	必要 ×	緩衝液 ×	高 ○	完全滅菌 ×
菌由来酵素	高 ×	要 ×	不要 ○	不要 ○	緩衝液 △	高 ○	廃棄 ○
有機金属錯体	高 ×	不要 ○	要 ×	不要 ○	有機溶媒/H ₂ 圧 ×	概ね高 ○△	金属残留管理 ×
SanCat	低 ○	不要 ○	不要 ○	不要 ○	水 ○	高 ○	廃棄 ○

4. SanCat 使用例

SanCat-R (30mg) の不斉酸化反応は、(1) 試験管 (18mm×15 mL) に撹拌子を入れ、(2) フタ開放系にて、(3) 水溶液中 (4mL)、DMSO 基質溶液 (20,000ppm、30 μ L (1.2 mM)) を添加後、40 $^{\circ}$ Cで撹拌 (700rpm) すれば生じる (図 3)。基質濃度 2.4mM は、2 回に分けて基質添加 (30 μ L×2) すれば消化する。SanCat-R 不斉酸化による一方の鏡像体の収量は 40%~50%であり、R-アルコールが全てケトンへ酸化された時点で反応は終了する。反応後は、濾過又は遠心にて分離でき、植物由来なのでそのまま廃棄できる⁵⁾。

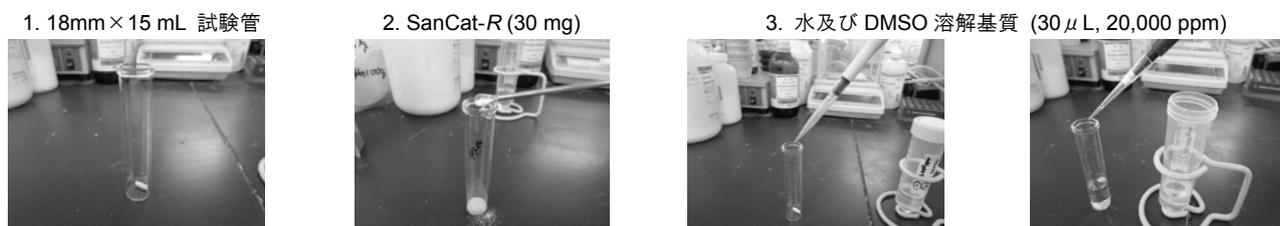


図 3. SanCat の利用例

5. SanCat 不斉酸化反応

SanCat-R を用いた両鏡像体の使い分け合成について述べる (図 4)。SanCat-R は、水溶液 (4mL、40 $^{\circ}$ C) 中、試験管にキャップをせずに撹拌すると、基質ラセミ (*rac*-1 or -2) の R-アルコールを不斉酸化し、S-(+)-1 (S-ナプロキセン前駆体⁴⁾、> 99% ee, 収率~50%) に変換する。また、SanCat-R の比活性は、0.6mU (1U=1 μ mol/(min·mg)) である。

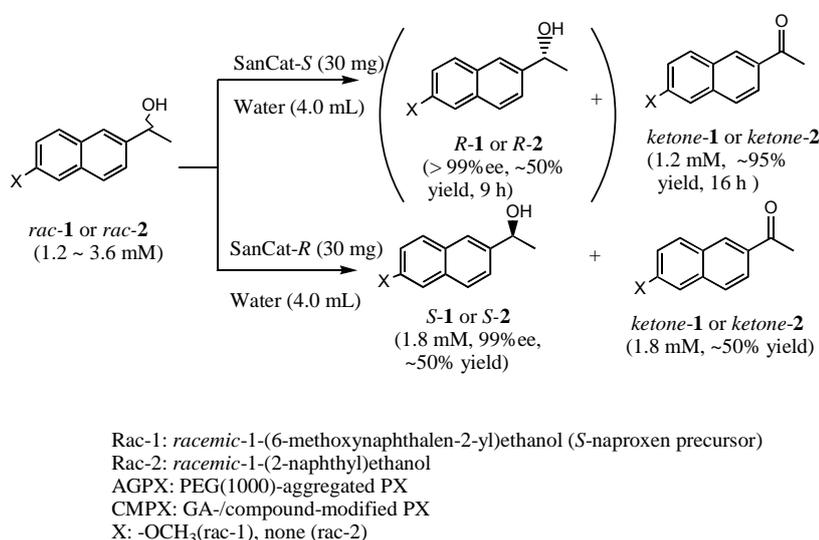


図 4. SanCat-S/R による両鏡像体の使い分け

6. SanCat の調整と HPLC 測定例

SanCat-R は、以下の方法で調整した。すなわち、エンドウ蛋白粉末を 10 倍等量の水中に均一に溶解させ、0.75%アルギン酸 Na 溶液を更に等量程度加えて混合後、塩化カルシウム水溶液中へ滴下してゲル (以下、PP-gel) を作成した。不斉酸化機能を有する蛋白質複合体は、この PP-gel を数時間空気酸化後、温水中にて振とう抽出・遠心し沈殿物として得た。この沈殿物を 50mM グリシン NaOH (pH9.0) 緩衝液に再溶解・PEG (MW:4000) 存在下、グルタルアルデヒド架橋後遠心、沈殿物を凍結乾燥し粉体化して SanCat-R を得た。図 5 は、*rac*-1(1.2mM) を SanCat-R (30mg) で処理した際の HPLC チャートである。鏡像体過剰率 (ee) は、Daicel Chiralcel[®] OB-H column、HPLC 装置 (LC-10A system (Shimadzu))、移動相 (*n*-hexane/IPA = 9/1(v/v))、流速 (1.0 mL/min)、温度 30 $^{\circ}$ C、検出器 UV 254 nm の条件で分析した時のピーク (S-/R-isomer/product ketone = 7.8 / 8.8/11.6 min) から得た⁶⁾。

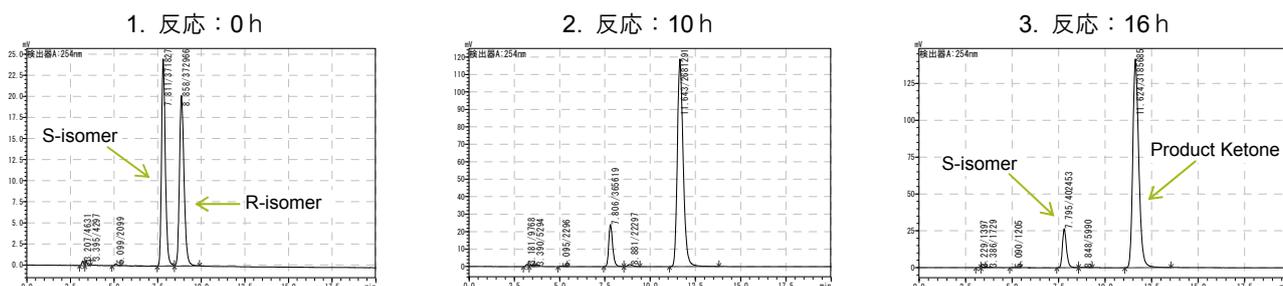


図 5. SanCat 変換の HPLC 測定例

7.おわりに

光学活性体の比率は、医農薬分野、特に医薬品において34%と上昇しており、ラセミスイッチ医薬品の動向を加えると、簡便で環境・安全・コストに配慮できる効率的な製造法の確立が求められている。例えば、1) 希少遷移金属の残存チェックに関わるコスト負担、2) 遺伝子組換え菌体に関わる環境配慮に伴うコスト負担がその対象と考えられる。同時に、有機合成化学において、酵素の特性を最も生かした利用は、光学活性化合物の製造であり、多くの種類の酵素が見出されている。酵素などの生体触媒反応は、水中で本来の機能を発揮するものであり、環境との調和を目指した有機合成化学の今後の展開にもますます重要な役割を担ってゆくものと期待できる⁷⁾。最後に、低環境負荷・安全・低コストで、水条件下で光学異性体を分割合成するSanCatの将来に期待したい。

コード No.	品名	容量	希望納入価格(円)
-	SanCat-R	1g	照会
-		5g	照会

参考文献

- 1) 環境省自然環境局自然環境計画課生物多様性施策推進室ホームページ <http://www.biodic.go.jp/biodiversity/>
- 2) a) Giles, M. N. *et al.*: *Biochem. Biophys. Res. Commun.*, **300**, 1 (2003). b) Giles, M. N. *et al.*: *Chem. Biol.*, **10**, 677 (2003).
- 3) World Chemist DB ホームページ <http://www.chem-station.com/chemist-db/archives/2007/10/-ryoji-noyori.php>
- 4) Egami, H. *et al.*: *J. Am. Chem. Soc.*, **129**, 8940 (2007).
- 5) Nagaoka, H. *et al.*: *Biotechnol. Prog.*, **28**, 953 (2012).
- 6) a) Nagaoka, H. *et al.*: *Biosci. Biotechnol. Biochem.*, **63**, 1991 (1999). b) Nagaoka, H. *et al.*: *Biosci. Biotechnol. Biochem.*, **64**, 781 (2000). c) Nagaoka, H. *et al.*: *Biosci. Biotechnol. Biochem.*, **65**, 634 (2001). d) Nagaoka, H.: *Biotechnol. Prog.*: **19**, 1149 (2003). e) Nagaoka, H.: *Biotechnol. Prog.*, **20**, 128 (2004).
- 7) 和光純薬時報 : **71** (4), 1 (2003).

(U.TN.)

カタログ表示記号

法規制該当品目表示

特定毒	— 特定毒物	危1	— 危険物第一類	危4.4	— 危険物第四類第四石油類	審-1*	— 第一種特定化学物質
毒-I	— 毒物等級1	危2	— 危険物第二類	危4.ア	— 危険物第四類アルコール類	特麻原	— 特定麻薬向精神薬原料
毒-II	— 毒物等級2	危3	— 危険物第三類	危4.特	— 危険物第四類特殊引火物	毒素*	— 「国民保護法」生物・毒素兵器の製造、使用防止のため、「毒素等」を試験研究用に使用することを確認する証を頂戴しております。
劇-I	— 劇物等級1	危4.1	— 危険物第四類第一石油類	危4.油	— 危険物第四類動植物油類		
劇-II	— 劇物等級2	危4.2	— 危険物第四類第二石油類	危5	— 危険物第五類		
劇-III	— 劇物等級3	危4.3	— 危険物第四類第三石油類	危6	— 危険物第六類		

※本カタログに記載されておりますのは上記主要な法規に関するものであり、全ての法規の表示はしておりません。該法規の詳細についてはSiyaku.comよりご確認ください。

掲載内容は、2013年5月時点での情報です。最新情報はSiyaku.com(<http://www.siyaku.com/>)をご参照下さい。

本文に収載しております試薬は試験・研究の目的にのみ使用されるもので、「医薬品」、「食品」、「家庭用品」などとして使用できません。価格はすべて希望納入価格であり、消費税等が含まれておりません。

和光純薬工業株式会社

本社：〒540-8605 大阪市中央区道修町三丁目1番2号 TEL: 06-6203-1788 (学術課)
支店：〒103-0023 東京都中央区日本橋本町四丁目5番13号 TEL: 03-3270-8243 (学術課)
営業所：九州 TEL: 092-622-1005 中国 TEL: 082-285-6381 東海 TEL: 052-772-0788
藤沢 TEL: 0466-29-0351 筑波 TEL: 029-858-2278 東北 TEL: 022-222-3072
北海道 TEL: 011-271-0285

URL: <http://www.wako-chem.co.jp> E-mail: labchem-tec@wako-chem.co.jp
フリーダイヤル: 0120-052-099 フリーファックス: 0120-052-806

Wako Overseas Offices:

- Wako Chemicals USA, Inc.
Head Office (Richmond, VA) TEL: +1-804-714-1920 <http://www.wakousa.com>
Los Angeles Sales Offices (CA) TEL: +1-949-679-1700
Boston Sales Offices (MA) TEL: +1-617-354-6772
- Wako Chemicals GmbH (European Office) TEL: +49-2131-311-0 <http://www.wako-chemicals.de>