

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第2部門第1区分

【発行日】平成28年6月30日(2016.6.30)

【公表番号】特表2015-523905(P2015-523905A)

【公表日】平成27年8月20日(2015.8.20)

【年通号数】公開・登録公報2015-052

【出願番号】特願2015-512802(P2015-512802)

【国際特許分類】

B 01 J	20/281	(2006.01)
G 01 N	30/88	(2006.01)
B 01 D	15/08	(2006.01)
B 01 J	20/30	(2006.01)
C 07 F	7/18	(2006.01)

【F I】

B 01 J	20/22	D
G 01 N	30/88	1 0 1 L
G 01 N	30/88	1 0 1 E
G 01 N	30/88	1 0 1 P
G 01 N	30/88	2 0 1 X
G 01 N	30/88	2 0 1 G
G 01 N	30/88	2 0 1 W
B 01 D	15/08	
B 01 J	20/30	
C 07 F	7/18	T
C 07 F	7/18	U
C 07 F	7/18	M
C 07 F	7/18	G

【手続補正書】

【提出日】平成28年5月11日(2016.5.11)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

順相クロマトグラフィー、超臨界流体クロマトグラフィー、亜臨界流体クロマトグラフィー、または二酸化炭素系クロマトグラフィーにおける保持のドリフトを軽減または防止する方法であって、

式1で表されるクロマトグラフィー固定相を備えるクロマトグラフ装置を用いて試料をクロマトグラフィー的に分離することを含み、それにより、保持のドリフトを軽減または防止する、

方法：

[ X ] ( W ) <sub>a</sub> ( Q ) <sub>b</sub> ( T ) <sub>c</sub> 式1

(式中：

Xは、シリカコア材料、金属酸化物コア材料、無機-有機ハイブリッド材料またはこれらのブロックコポリマーの一群を含む表面を有する高純度クロマトグラフィーコア組成物であり；

Wは、非存在、またはXの表面上に、ヒドロキシルを含み、または水素を含み；

Qは、低い水濃度を用いるクロマトグラフィー条件下で経時的な保持の変動（ドリフト）を最小限にする官能基であり；

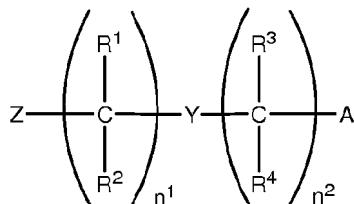
Tは、分析物とクロマトグラフィー的に相互作用する1種以上の親水性、極性、イオン性および/または荷電官能基を含み；

bおよびcは、正の数であり、0.05 (b/c) 100であり、a 0である。）。

### 【請求項2】

Qが、

### 【化1】



[式中、

n<sup>1</sup>は、0-30の整数であり；

n<sup>2</sup>は、0-30の整数であり；

R<sup>1</sup>、R<sup>2</sup>、R<sup>3</sup>およびR<sup>4</sup>のそれぞれの出現は、水素、フルオロ、メチル、エチル、n-ブチル、t-ブチル、i-プロピル、低級アルキル、保護もしくは脱保護アルコール、双性イオン、または基Zを独立して表し；

基Zは、

a) 式

(B<sup>1</sup>)<sub>x</sub> (R<sup>5</sup>)<sub>y</sub> (R<sup>6</sup>)<sub>z</sub> Si -

(式中、

xは、1-3の整数であり、

yは、0-2の整数であり、

zは、0-2の整数であり、

x + y + z = 3 であり、

R<sup>5</sup>およびR<sup>6</sup>のそれぞれの出現は、メチル、エチル、n-ブチル、イソブチル、t e r t - ブチル、イソプロピル、テキシル、置換もしくは非置換アリール、環状アルキル、分岐アルキル、低級アルキル、保護もしくは脱保護アルコール、または双性イオン基を独立して表し、

B<sup>1</sup>は、シロキサン結合を表す。）

を有する表面結合基；

b) 直接炭素-炭素結合形成を介したまたはヘテロ原子、エステル、エーテル、チオエーテル、アミン、アミド、イミド、尿素、カーボネート、カルバメート、ヘテロ環、トリアゾールもしくはウレタン結合を介した表面有機官能性ハイブリッド基への結合；または

c) 前記材料の表面に共有結合していない、吸着された表面基

を表し；

Yは、埋め込み極性官能基であり；

Aは、

i) 親水性末端基；

i i) 水素、フルオロ、メチル、エチル、n-ブチル、t-ブチル、i-プロピル、低級アルキルもしくは基Z；または

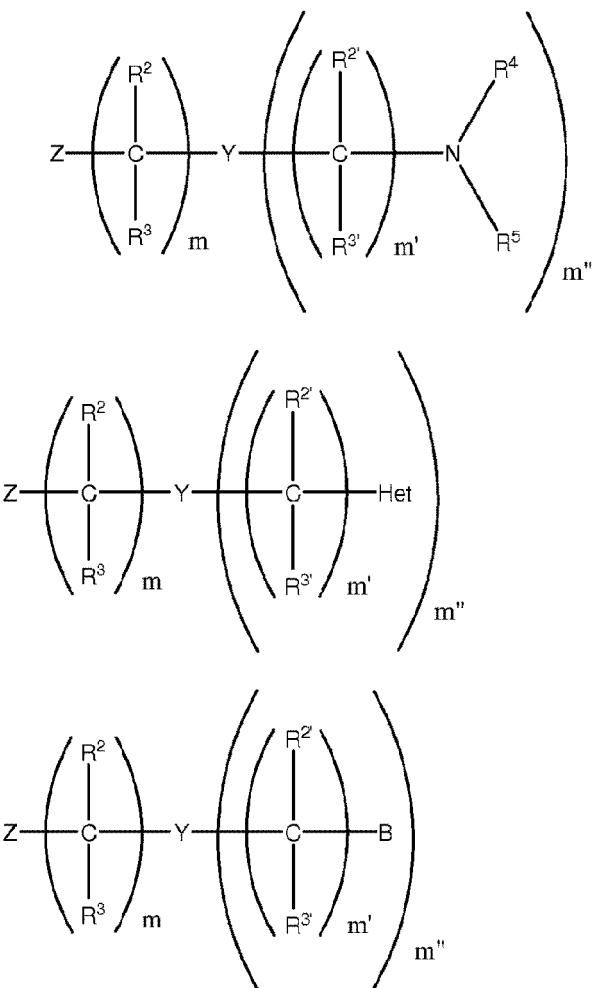
i i i) 官能化可能な基

を表す。】

で表される、請求項1に記載の方法。

### 【請求項3】

Tが、  
【化2】



〔式中、

mは、0 - 3の整数であり；

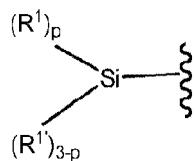
m'は、0 - 3の整数であり；

m''は、0 - 3の整数であり；

R<sup>2</sup>、R<sup>2'</sup>、R<sup>3</sup>、R<sup>3'</sup>、R<sup>4</sup>およびR<sup>5</sup>のそれぞれの出現は、水素、C<sub>1</sub>-C<sub>1</sub><sub>8</sub>アルキル、C<sub>2</sub>-C<sub>1</sub><sub>8</sub>アルケニル、C<sub>2</sub>-C<sub>1</sub><sub>8</sub>アルキニル、C<sub>3</sub>-C<sub>1</sub><sub>8</sub>シクロアルキル、C<sub>1</sub>-C<sub>1</sub><sub>8</sub>ヘテロシクロアルキル、C<sub>5</sub>-C<sub>1</sub><sub>8</sub>アリール、置換アリール、C<sub>5</sub>-C<sub>1</sub><sub>8</sub>アリールオキシもしくはC<sub>1</sub>-C<sub>1</sub><sub>8</sub>ヘテロアリールを独立して表し；

Zは、

【化3】



、-OH、-OR<sup>6</sup>、アミン、アルキルアミン、ジアルキルアミン、イソシアネート、塩化アシル、トリフレート、イソシアネート、チオシアネート、イミダゾールカーボネート、NHS-エステル、カルボン酸、エステル、エポキシド、アルキン、アルケン、アジド、-Br、-Clまたは-Iを表し；pは、1 - 3の整数であり；

R<sup>6</sup>のそれぞれの出現は、C<sub>1</sub>-C<sub>1</sub><sub>8</sub>アルキル、C<sub>2</sub>-C<sub>1</sub><sub>8</sub>アルケニル、C<sub>2</sub>-C<sub>1</sub><sub>8</sub>アルキニル、C<sub>3</sub>-C<sub>1</sub><sub>8</sub>シクロアルキル、C<sub>1</sub>-C<sub>1</sub><sub>8</sub>ヘテロシクロアルキル、C<sub>5</sub>-C<sub>1</sub><sub>8</sub>アリール

$C_5 - C_{18}$  アリール、 $C_5 - C_{18}$  アリールオキシまたは $C_1 - C_{18}$  ヘテロアリールを独立して表し；

Yは、埋め込み極性官能基であり；

H e t は、少なくとも1個の窒素原子を含む单環式または二環式のヘテロ環式またはヘテロアリール環系であり；

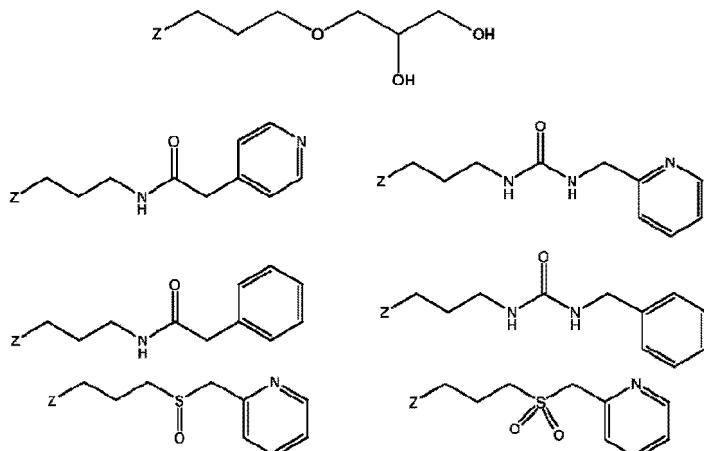
Bは、酸性イオン性修飾剤を表す。]

の1つまたはこれらの組合せで表される、請求項1または2に記載の方法。

**【請求項4】**

Qが、

**【化4】**



[式中、Zは、

a)式

$(B^1)_x (R^5)_y (R^6)_z Si -$

(式中、

xは、1-3の整数であり、

yは、0-2の整数であり、

zは、0-2の整数であり、

$x + y + z = 3$  であり、

$R^5$  および $R^6$  のそれぞれの出現は、メチル、エチル、n-ブチル、イソブチル、tert-ブチル、イソプロピル、テキシリ、置換もしくは非置換アリール、環状アルキル、分岐アルキル、低級アルキル、保護もしくは脱保護アルコール、または双性イオン基を独立して表し、

$B^1$  は、シロキサン結合を表す。)

を有する表面結合基；

b)直接炭素-炭素結合形成を介したまたはヘテロ原子、エステル、エーテル、チオエーテル、アミン、アミド、イミド、尿素、カーボネート、カルバメート、ヘテロ環、トリアゾールもしくはウレタン結合を介した表面有機官能性ハイブリッド基への結合；または

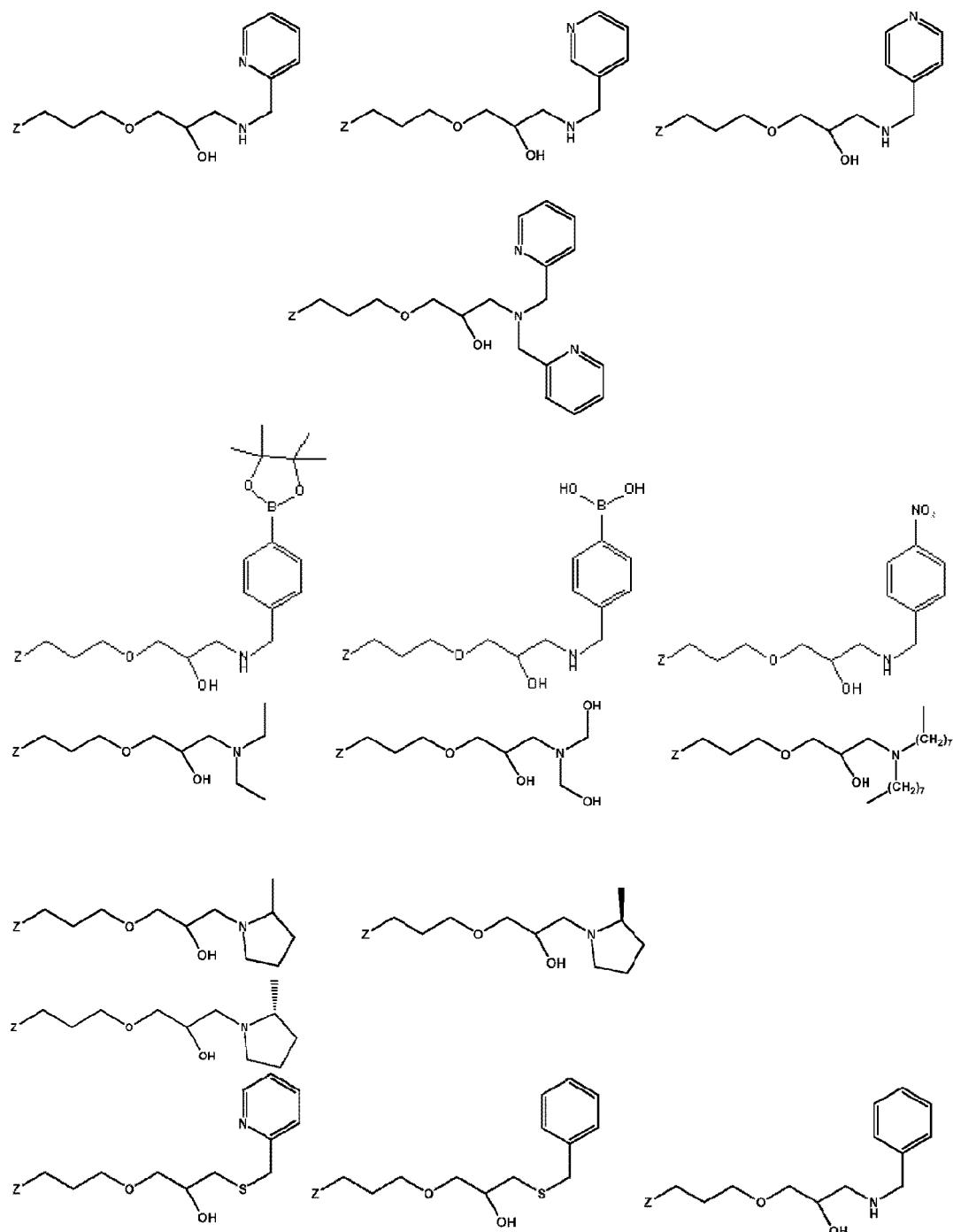
c)前記材料の表面に共有結合していない、吸着された表面基を含む。]

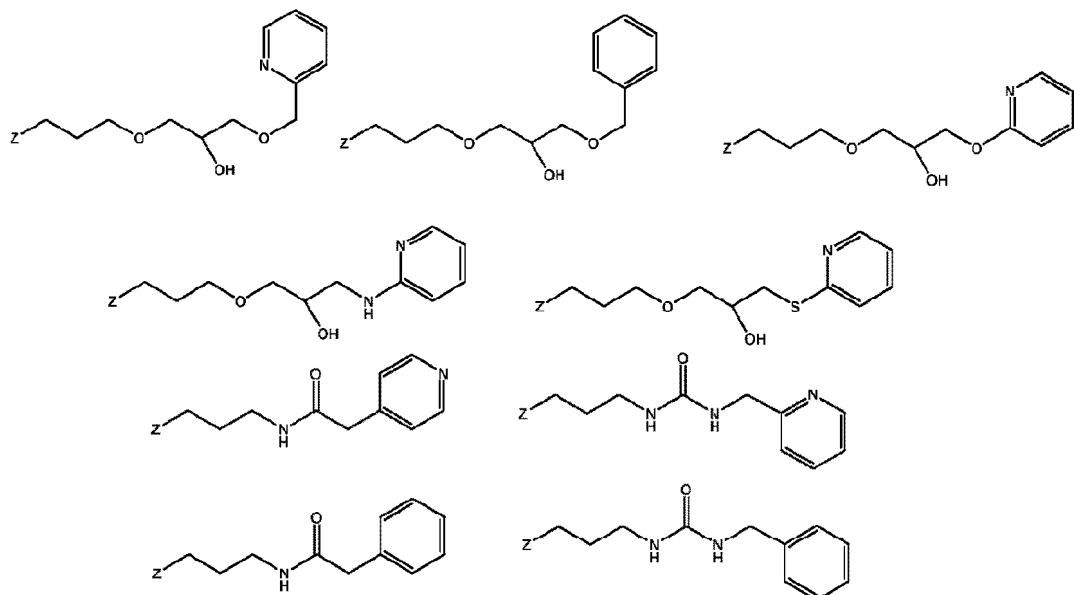
の1つで表される、請求項1~3のいずれか一項に記載の方法。

**【請求項5】**

Tが、

【化 5】





[式中、Zは、]

a) 式

(B<sup>1</sup>)<sub>x</sub> (R<sup>5</sup>)<sub>y</sub> (R<sup>6</sup>)<sub>z</sub> Si -

(式中、xは、1-3の整数であり、

yは、0-2の整数であり、

zは、0-2の整数であり、

x+y+z=3であり、

R<sup>5</sup>およびR<sup>6</sup>のそれぞれの出現は、メチル、エチル、n-ブチル、イソブチル、tert-ブチル、イソプロピル、テキシリ、置換もしくは非置換アリール、環状アルキル、分岐アルキル、低級アルキル、保護もしくは脱保護アルコールまたは双性イオン基を独立して表し、

B<sup>1</sup>は、シロキサン結合を表す。)

を有する表面結合基；

b) 直接炭素-炭素結合形成を介したまたはヘテロ原子、エステル、エーテル、チオエーテル、アミン、アミド、イミド、尿素、カーボネート、カルバメート、ヘテロ環、トリアゾールもしくはウレタン結合を介した表面有機官能性ハイブリッド基への結合；または

c) 前記材料の表面に共有結合していない、吸着された表面基を含み；

Bは、酸性イオン性修飾剤を表す。]

の1つで表される、請求項1~4のいずれか一項に記載の方法。

#### 【請求項6】

Xが、クロマトグラフィー条件下でクロマトグラフィー移動相によってアルコキシリ化を受けるコア表面を有するクロマトグラフィー材料である、請求項1~5のいずれか一項に記載の方法。

#### 【請求項7】

Qにより含まれる前記官能基が、ジオールである、請求項1~6のいずれか一項に記載の方法。

#### 【請求項8】

Tにより含まれる前記官能基が、アミン、エーテル、チオエーテルまたはこれらの組合せである、請求項1~7のいずれか一項に記載の方法。

#### 【請求項9】

前記クロマトグラフィー固定相が、30日間にわたって5%の保持のドリフトまたは変化を示す、請求項1~8のいずれか一項に記載の方法。

#### 【請求項10】

前記クロマトグラフィーコア材料が、表面多孔質材料を含む、請求項1~9のいずれか

一項に記載の方法。【請求項 1 1】

前記クロマトグラフィーコア材料が、ハイブリッド包囲層を有する無機材料、無機表面層を有するハイブリッド材料、または異なるハイブリッド表面層を有するハイブリッド材料から本質的になる、請求項 1 ~ 1 0 のいずれかに記載の方法。

【請求項 1 2】

前記固定相材料が、複数の粒子の形態またはモノリスの形態である、請求項 1 ~ 1 1 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 1 3】

前記固定相材料が、クロマトグラフィー強化性細孔形状を有する、請求項 1 ~ 1 2 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 1 4】

前記固定相材料が、約 2 5 から 1 1 0 0  $m^2 / g$  の表面積を有する、請求項 1 ~ 1 3 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 1 5】

前記固定相材料が、約 0 . 2 から 2 . 0  $cm^3 / g$  の細孔容積を有する、請求項 1 ~ 1 4 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 1 6】

前記固定相材料が、約 1 0 5  $m^2 / g$  未満のマイクロポア表面積を有する、請求項 1 ~ 1 5 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 1 7】

前記固定相材料が、約 2 0 から 1 5 0 0 の平均細孔直径を有する、請求項 1 ~ 1 6 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 1 8】

X が、シリカコアを含み、 $c = 0$  であり、Q が、 $2 . 5 \mu m o l / m^2$  の合計表面被覆率を有し；または

X が、非シリカコアもしくはシリカ - 有機ハイブリッドコアを含み、 $c = 0$  であり、Q が、 $0 . 5 \mu m o l / m^2$  の合計表面被覆率を有し；または

$b > 0$ 、 $c > 0$  であり、合計表面被覆率が、 $0 . 5 \mu m o l / m^2$  である、

請求項 1 ~ 1 7 に記載の方法。

【請求項 1 9】

前記クロマトグラフィー固定相が、放射状調整細孔、非放射状調整細孔、規則細孔、不規則細孔、単分散細孔、非単分散細孔、平滑面、粗面またはこれらの組合せを含む、請求項 1 ~ 1 8 のいずれか一項に記載の方法。

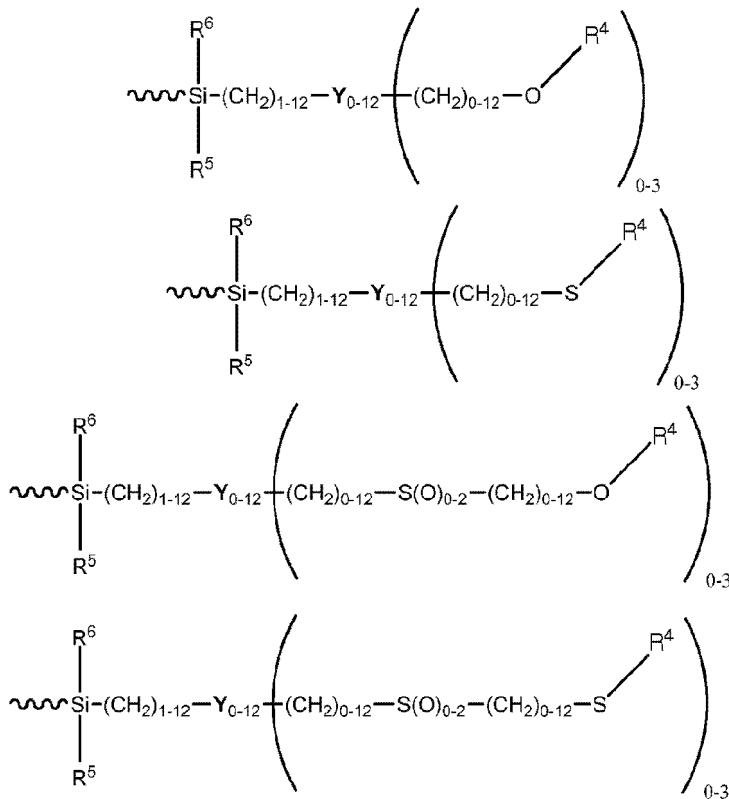
【請求項 2 0】

T が 1 種のイオン性基を有し、T が 1 種より多いイオン性基を有し、T が、同じ p K a の 2 種以上のイオン性基を有し、または T が、異なる p K a の 2 種以上のイオン性基を有する、請求項 1 ~ 1 9 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 2 1】

T が、

【化6】



[式中、

R<sup>4</sup> のそれぞれの出現は、水素、C<sub>1</sub> - C<sub>1-8</sub> アルキル、C<sub>2</sub> - C<sub>1-8</sub> アルケニル、C<sub>2</sub> - C<sub>1-8</sub> アルキニル、C<sub>3</sub> - C<sub>1-8</sub> シクロアルキル、C<sub>1</sub> - C<sub>1-8</sub> ヘテロシクロアルキル、C<sub>5</sub> - C<sub>1-8</sub> アリール、置換アリール、C<sub>5</sub> - C<sub>1-8</sub> アリールオキシまたはC<sub>1</sub> - C<sub>1-8</sub> ヘテロアリールを独立して表し；

R<sup>5</sup> および R<sup>6</sup> のそれぞれの出現は、メチル、エチル、n-ブチル、イソブチル、t-e  
r-t-ブチル、イソプロピル、テキシリル、置換もしくは非置換アリール、環状アルキル、  
分岐アルキル、低級アルキル、保護もしくは脱保護アルコールまたは双性イオン基を独立  
して表し；

Y は、埋め込み極性官能基である。]

の 1 つまたはこれらの組合せで表される、請求項 1 ~ 20 に記載の方法。