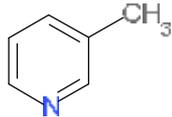


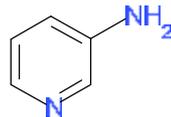
両性化合物の分離(トリエチルアミンの添加)

Purif-Pack® DIOL

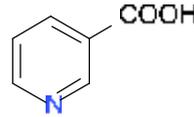
両性化合物(ツブッターイオン)を分離するにはPurif-Pack®DIOLが有効ですが、夾雑物などの組合せによってはうまく分れない場合があります。このような場合は、有機塩基(トリエチルアミン)を加えると分離できる事があります。



1:3-メチルピリジン (pH 6)



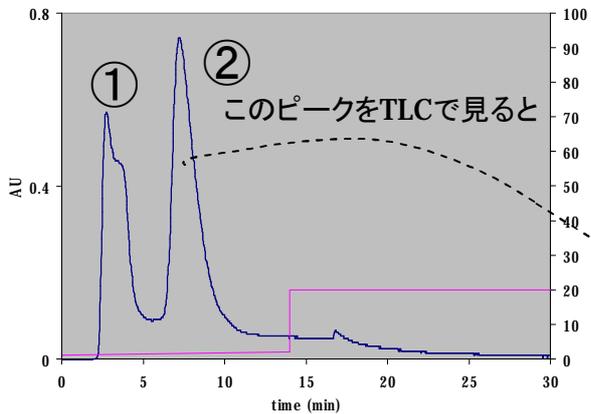
2:3-アミノピリジン (pH 8)



3:ニコチン酸 (pH 4)・・・両性化合物

分離例

1) トリエチルアミン添加なし



2成分検出

移動相 :A 酢酸エチル

B メタノール

B 1→2 % (0~14min)

グラディエント

B 2→20% (14~30min)

ステップ

流量 :20ml / min

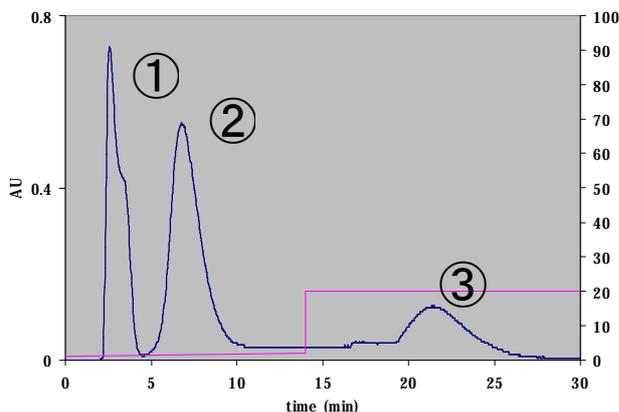
検出 :UV 254nm

サンプル:1 3-メチルピリジン 0.04g

2 3-アミノピリジン 0.04g

ニコチン酸 0.02g

2) 移動相(B:メタノール)にトリエチルアミンを1%添加



① ② ③

移動相 :A 酢酸エチル

B メタノール

(トリエチルアミン1%含む)

B 1→2 % (0~14min)

グラディエント

B 2→20% (14~30min)

ステップ

流量 :20ml / min

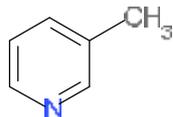
検出 :UV 254nm

サンプル:1 3-メチルピリジン 0.04g

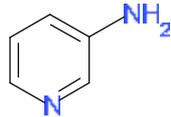
2 3-アミノピリジン 0.04g

3 ニコチン酸 0.02g

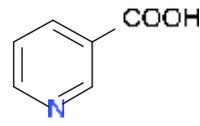
各ピークのフラクションからTLCを取ってみると、チャート1)では②のピークに3-アミノピリジンとニコチン酸が混在していますが、トリエチルアミンを加えたチャート2)では3成分とも分離できました。



1: 3-メチルピリジン (pH 6)



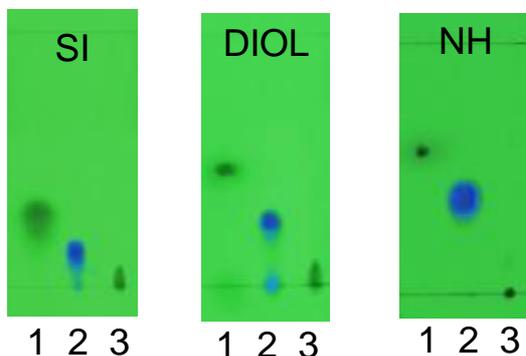
2: 3-アミノピリジン (pH 8)



3: ニコチン酸 (pH 4)・・・両性化合物

TLC

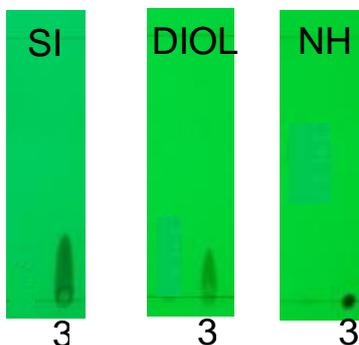
酢酸エチル:メタノール=95:5



サンプル1、2は展開するが、3のみのが原点付近に残っている

サンプル3を展開させるためメタノールの比率を上げると・・・

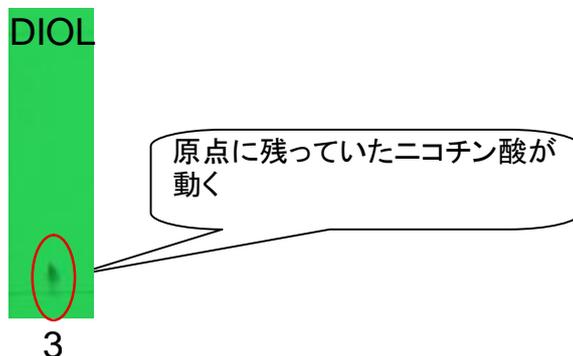
酢酸エチル:メタノール=80:20



SI、DIOLではサンプル3が原点付近に残っている
NHは原点から動いていない

トリエチルアミンを添加すると・・・

酢酸エチル:メタノール(トリエチルアミン1%含)=80:20



原点に残っていたニコチン酸が動く