

化合物纯度的判定

ci a1568

化合物纯度的鉴定方法, 从快速, 便宜, 简便的要求出发, 主要来之于以下几点:

一 通过TLC的纯度的鉴定, 我将自己的心得分述如下

1 展开溶剂的选择, 不只是至少需要3种不同极性展开系统展开, 我的经验是首先要选择三种分子间作用力不同的溶剂系统, 如氯仿\甲醇, 环己烷\乙酸乙酯, 正丁醇\醋酸\水, 分别展开来确定组分是否为单一斑点. 这样做的好处是很明显的, 通过组份间的各种差别将组分分开, 有可能几个相似组份在一种溶剂系统中是单一斑点, 因为该溶剂系统与这几个组分的分子间力作用无显著的差别, 不足以在TLC区分. 而换了分子间作用力不同的另一溶剂系统, 就有可能分开. 这是用3种不同极性展开系统展开所不能达到的.

2 对于一种溶剂系统正如wxw0825所言, 至少需要3种不同极性展开系统展开, 一种极性的展开系统将目标组分的Rf推至0.5, 另两种极性的展开系统将目标组分的Rf推至0.8, 0.2。其作用是检查有没有极性比目标组分更大或更小的杂质。

3 显色方法, 光展开是不够的, 还要用各种显色方法。一般一定要使用通用型显色剂, 如10%硫酸, 碘, 因为每种显色剂 (不论是通用型显色剂, 还是专属显色剂在工作中都遇到他们都有一化合物不显色的时候), 再根据组分可能含有混杂组份的情况, 选用专属显色剂。只有在多个显色剂下均为单一斑点, 这时才能下结论样品为薄层纯

二 通过熔程, 判断纯度。原理很简单, 纯化合物, 熔程很短, 1, 2度。混合物熔点下降, 熔程变长。

三, 基于HPLC的纯度鉴定, 对于HPLC因为常用的系统较少, 加之其分离效果好, 我们一般不要求选择三种分子间作用力不同的溶剂系统, 只要求选这三种不同极性的溶剂系统, 使目标峰在不同的保留时间出峰。

四, 基于软电离质谱的纯度鉴定。如ESI-MS, APCI-MS。大极性化合物选用ESI-MS, 极性很小的化合物选用APCI-MS, 这些软电离质谱的特点是只给出化合物的准分子离子峰, 通过正负离子的相互沟通来确定分子量。如果样品不纯, 就会检出多对准分子离子峰, 不但确定了纯度, 还能明确混杂物的分子量。

五, 基于核磁共振的纯度鉴定, 从氢谱中如果发现有很多积分不到一的小峰, 就有可能是样品是样品中的杂质。利用门控去偶的技术通过对碳谱的定量也能实现纯度鉴定。

好了, 不能再多写了。这里只是对常见的纯度鉴定方法做了一个小结, 从快速, 便宜, 简便的要求出发, 以第一点最合要求, 往后次之, 所以对第一点详加讲述。当然每种方法多有各自的局限性, 如基于氢谱的纯度鉴定, 如果发现有很多积分不到一的小峰, 还有可能使样品中的活泼质子, 基于软电离质谱的纯度鉴定, 如果混杂物的分子量与目标物一样就无法检出。等等还有很多。这需要大家在工做中积累, 思考。要讲的话, 我看好几篇都讲不完。

最后说一下对化合物纯度的要求, 世界上不存在100%纯的化合物。你希望要多高的纯度应该与你的目的有关, 例如, 如想测核磁共振鉴定结构, 一般要求95%的纯度, 如果想测EI-MS, 纯度越高越好。99%以上。

还有, 以上的方法都不能区分对应异构体。

-