

糖鎖分析メソッド集

2-アミノピリジンの再結晶による精製

Ver. 20240424

Written by S. Natsuka

方法の概要と目的

市販の2-アミノピリジン(特級)の純度は、微量分析に用いるには十分でないので、再結晶により精製して使用する。蛍光ラベル化用グレードのものはそのまま使用できるが比較的高価である(注1)。

~100 g of 2-aminopyridine (2-AP) in 500 mL recovery flask with a stopper

↓ 400 mL of n-hexane

↓ heat in water bath at 60°C (注2), occasionally mixing

↓ decant the supernatant into a 500 mL beaker.

Sup. in the beaker

↓ leave at room temperature

↓ chill on ice

↓ collect the crystal with a Buchner funnel

(A filter paper must be laid out.)

↓ return the filtrate into the flask of 2-AP

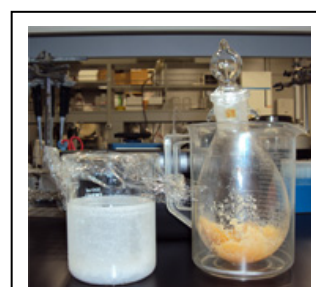
Sup. and crude 2-AP in the flask

↓ repeat the process of heating (dissolving) and chilling (re-crystallizing)

Re-crystallized 2-AP on the filter paper

↓ dry up in a vacuum desiccator

↓ store in an amber bottle



無色鱗状結晶が析出



ブフナー漏斗で回収



乾燥させた結晶は褐色瓶に入れ、デシケータボックスで保管

注1. 2-アミノピリジンの価格比較

メーカー	グレード	量・価格
ナカライテスク	1級、 $\geq 98\%$	500g・20,000円
富士フィルム和光	特級、 $\geq 99\%$	500g・30,800円
東京化成	$\geq 99\%$	500g・14,400円
関東化学	特級、 $\geq 99\%$	500g・10,500円
Sigma-Aldrich	99%	500g・18,100円
富士フィルム和光	蛍光ラベル化用、 $\geq 99.5\%$	5g・7,500円

注2. 2-APの融点は57.5°Cであるが、試薬は不純物を含むので、それよりも低い温度で融解する。2-APが融解し始めたら、水浴の温度を下げる。