

Сорбционное выделение проводили методом колоночной хроматографии на синтезированном макропористом сорбенте SBA-15 [2], а также на немодифицированном силикагеле и коммерческих картриджах Strata SI-1. Выбор аналога SBA-15 связан с возможностью его лабораторного синтеза, значительной сорбционной способностью, обусловленной наноструктурированностью мезопорового пространства и большой удельной поверхностью кремнезема, а также стабильными эксплуатационными характеристиками в условиях нормально фазовой жидкостной хроматографии. Разделение осуществляли на колонке, заполненной сорбентом в варианте флеш-хроматографии со ступенчатым градиентом смесей хлороформ–этанол различного состава. Контроль состава фракций выполняли методом тонкослойной хроматографии с последующим денситометрическим детектированием. Предварительное разделение смеси ФЛ проводили в системе хлороформ–этанол–муравьиная кислота в объемном соотношении 20:10:1 с последующим проявлением парами йода.

В ходе работы установлено, что сорбент SBA-15 благодаря развитой пористой структуре обеспечивает эффективное разделение компонентов лецитина. По показателям эффективности слоя и степени концентрирования целевых компонентов он превосходит коммерчески доступные силикагели, традиционно используемые в колоночной хроматографии. Разработанная методика ступенчатого элюирования позволила последовательно разделять и выделять нейтральные липиды (свободные жирные кислоты, триглицериды), фракции, обогащённые фосфатидилэтаноламином, и целевой фосфатидилхолин. Применение доступного сорбента SBA-15 и относительно экологичных растворителей открывает перспективы для масштабирования методики и получения субстанций, востребованных в фармацевтике и пищевых технологиях. Дальнейшие исследования направлены на оптимизацию условий выделения других классов фосфолипидов и увеличения выхода целевых продуктов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1) Robert, C. Vegetable lecithins: A review of their compositional diversity, impact on lipid metabolism and potential in cardiometabolic disease prevention / C. Robert, L. Couëdelo, C. Vaysse, M. C. Michalski // *Biochimie*. – 2020. – Vol. 169. – P. 121-132.
- 2) Liang B., Zhu P., Gu J., Yuan W., Xiao B., Hu H., Rao M. Surface modification of SBA-15 and its application in adsorption and separation: A review // *Molecules*. — 2024. — Vol. 29, № 15. — P. 3543.

УДК 543.51

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНИОНОВ В ГАЛОГЕНИДНЫХ СИСТЕМАХ МЕТОДОМ ГХ-МС

Данилов Д. А., Белоносова В. А., Ившина А. А.

ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

620062, Свердловская область, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19.

d.a.danilov@urfu.ru

Расплавы галогенидов щелочных и щелочноземельных металлов обладают рядом уникальных свойств таких как термическая и радиационная стабильность, высокая тепло- и электропроводность, существенная растворяющая способность соединений с ионными связями. Это делает их незаменимыми средами для создания перспективных реакторов с жидкосолевым теплоносителем и растворителем делящегося материала, разработки и усовершенствования высокотемпературных способов разделения и выделения редких металлов с близкими химическими свойствами.

Элементный анализ таких систем, как правило, освоен на достаточно глубоком уровне, однако определение большинства лёгких неметаллов вызывает затруднения.

Именно они во многом определяют технологическую возможность ведения процессов. Ещё хуже обстоят дела с методами выявления форм этих элементов. Они, как правило, связаны с растворением пробы в воде и дальнейшей ионной хроматографией или капиллярным электрофорезом. Такая обработка приводит к необратимому гидролизу многих примесных компонентов, кардинально изменяя их ионную форму. В то же время качественная и количественная информация о форме ионов в расплавах солей крайне ценна при разработке технологических схем и управлении высокотемпературными процессами.

Одним из способов сохранения ионной формы аналита является перевод его в апротонный растворитель с дальнейшей дериватизацией в устойчивый малополярный продукт и определение на газовом хроматографе. Основные проблемы заключаются в крайне низкой растворимости многих галогенидов металлов в таких растворителях даже высокой полярности, прочных ионных связях анионов с катионами металлов и, как следствие, низкими выходами продуктов.

Целью исследования являлось рассмотреть возможность осуществления определения в первую очередь кислород- и серосодержащих ионов (SO_4^{2-} , S^{2-} , PO_4^{3-} , NO_3^- , OH^-) в системах на основе фторидов бериллия, лития, натрия, калия и хлоридах алюминия и калия. В качестве апротонных растворителей использованы диметилформамид, ацетонитрил, пропилен карбонат. Для дериватизации использовали N,O-бис(триметилсилил)трифторацетамид (BSTFA) и N-(трет-бутилдиметилсилил)-N-метилтрифторацетамид (MTBSTFA). Кроме того, с учётом низкой растворимости галогенидов для интенсификации процесса использовали ультразвуковую ванну и систему на основе микроэкстрактора Блаунта.

Анализ был проведён на газовом хроматографе с масс-селективным детектором Perkin Elmer Clarus 600, оснащенный капиллярной колонкой Elite-5MS (30 m x 0.25 mm I.D. x 0.25 μm).

УДК 543.544.5.068.7

ОПРЕДЕЛЕНИЕ АМИНОКИСЛОТНЫХ БИОМАРКЕРОВ НЕЙРОДЕГЕНЕРАТИВНЫХ ЗАБОЛЕВАНИЙ МЕТОДОМ ХИРАЛЬНОЙ ВЭЖХ С МАСС-СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ ДЕТЕКТИРОВАНИЕМ

Дмитриева Ю.Н., Аснин Л.Д., Литвинов В.В., Решетова Е.Н.

Пермский национальный исследовательский политехнический университет, 614990,

г. Пермь, Комсомольский пр., 29

ulad925@gmail.com

D-энантиомеры свободных аминокислот являются биомаркерами нейродегенеративных заболеваний, поэтому их определение в тканях головного мозга представляет интерес. Решение этой задачи возможно с помощью метода ВЭЖХ на хиральных неподвижных фазах. Анализ биологических проб осложнен тем, что не всегда удастся достичь полного разделения всех компонентов сложной матрицы. Применение масс-спектрометрического детектора позволяет определять целевые компоненты смеси даже при неполном их разделении, так как при детектировании по молекулярному иону определяемого вещества на хроматограмме отсутствуют сигналы от других соединений. Используя данное преимущество хромато-масс-спектрометрии, был разработан метод определения энантиомеров серина и аспарагиновой кислоты в ткани головного мозга. Для получения экстракта АК гомогенизированные образцы центрифугировали г (17000g, 20 мин), и надосадочную жидкость упаривали под током азота. Сухой остаток восстанавливали в натрий-ацетатном буфере (pH 9.5) и дериватизировали дансилхлоридом. Анализ выполняли на хроматографе Agilent 1260 с моноквадрупольным МС-детектором. Разделение осуществляли на колонках (150 x 3 мм) АК 59 или АК 61 (Galochrom, Чехия),