

Количественное определение фосфатидилхолина в образце гранулированного соевого лецитина (Lecigran M, ООО «Плеза») выполняли методом внутреннего стандарта. В качестве внутреннего стандарта использовали олеиновую кислоту. Для построения градуировочных графиков готовили серию растворов лецитина в диапазоне концентраций 2–50 мг/мл. Установлено, что в исследуемом диапазоне концентраций градуировочная зависимость для фосфатидилхолина и фосфатидилэтаноламина описывается двумя линейными участками: в интервалах 2–10 мг/мл и 20–50 мг/мл. Коэффициент детерминации R^2 для всех зависимостей составляет не менее 0,996. Предел определения для ФХ и ФЭА составил 0,037 и 0,032 мг/мл соответственно. Установлено, что в диапазоне концентраций 2–10 мг/мл относительное стандартное отклонение (Sr) не превышает 0,085 для ФХ и 0,027 для ФЭА; в диапазоне 20–50 мг/мл значения Sr составляют 0,058 и 0,022 соответственно. Разработанная методика с использованием метода внутреннего стандарта позволяет определять основные фосфолипиды в продуктах переработки растительных масел.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1) Alhajj, M. J. Lecithins from Vegetable, Land, and Marine Animal Sources and Their Potential Applications for Cosmetic, Food, and Pharmaceutical Sectors / M. J. Alhajj, N. Montero, C. J. Yarcе, C. H. Salamanca // *Cosmetics*. – 2020. – Vol. 7, No. 4. – P. 87.
- 2) Starek M., Homa K., Stępińska J., Dąbrowska M. Development of thin-layer chromatography–densitometry for the quantification of lecithin in dietary supplements // *JPC – Journal of Planar Chromatography – Modern TLC*. — 2023. — Vol. 36, № 2-3. — P. 99–110.

УДК 547.38:543.544.94:543.422.4-74

РАЗДЕЛЕНИЕ И ИДЕНТИФИКАЦИЯ ПРОДУКТОВ РЕАКЦИИ АЛЬДОЛЬНОЙ КОНДЕНСАЦИИ МЕТОДАМИ ТСХ И ИК-ФУРЬЕ СПЕКТРОМЕТРИИ

Редькин Н.А., Корси́ков Д.А., Стрижакова М.Ю.

Самарский национальный исследовательский университет им. академика С.П.

Королева, Московское шоссе, д. 34, г. Самара, 443086,

redkin.na@ssau.ru

Реакция альдольной конденсации широко используется для получения ценных продуктов, которые находят широкое применение в синтезе лекарственных средств, душистых веществ, важных реагентов в химическом синтезе. Несмотря на то, что основными катализаторами для ее реализации являются кислоты и щелочи, разработка новых катализаторов ведется очень активно, что определяется рядом недостатков «классических» катализаторов. Перспективными катализаторами для получения альдолей и их производных являются диарилтеллуросиды, которые могут быть использованы как гомогенные, так и гетерогенные катализаторы.

Целью данной работы была оценка каталитических свойств диарилтеллуросидов в реакции альдольной конденсации с использованием тонкослойной хроматографии и идентификации продуктов реакции методом ИК-Фурье спектроскопии.

Работа была проведена в двух направлениях:

- подбор условий разделения всех компонентов реакционных смесей;
- оценка глубины протекания реакции альдольной конденсации при использовании теллуриорганических катализаторов.

Для разделения участников реакции альдольной конденсации были подобраны подвижные жидкие фазы для режимов нормально-фазовой и обращенно-фазовой тонкослойной хроматографии. Было показано, что использование обращенно-фазовой

хроматографии позволяет лучше разделить продукты реакции, но затрудняет их идентификацию методом ИК-Фурье спектроскопии.

Сравнение каталитической активности гидроксида натрия и диарилтеллуридов показало, что гидроксид натрия лучше катализирует реакцию в полярных растворителях, в которых он хорошо растворяется. Вместе с тем в неполярных растворителях активность диарилтеллуридов значительно выше и возрастает с повышением температуры. Вместе с тем в ряде случаев при использовании диарилтеллуридов в качестве катализаторов были обнаружены дополнительные соединения, природу которых исследовали с помощью ИК-Фурье спектроскопии.

УДК 543.544.333:547.466

РАЗДЕЛЕНИЕ ЭНАНТИОМЕРОВ ДЕРИВАТИЗИРОВАННЫХ АМИНОКИСЛОТ НА ХИРАЛЬНОЙ НЕПОДВИЖНОЙ ФАЗЕ CHIRALPAK QD-AX

Южанинова Я.А., Белова М.В., Аснин Л.Д.

Пермский национальный исследовательский политехнический университет, 614990,

Пермь, Комсомольский пр., 29

yana-klimova-1995@mail.ru

Роль аминокислот как полупродуктов фармацевтического синтеза, а также естественных биомаркеров в физиологических исследованиях обуславливает большой интерес к методам их идентификации и количественного определения. Энантиомеры аминокислот могут проявлять неодинаковую биологическую активность, поэтому их разделение часто является обязательным требованием при выполнении анализа. Для решения данной задачи наиболее широко применяется метод хиральной высокоэффективной жидкостной хроматографии.

В представленной работе изучалась возможность разделения энантиомеров аминокислот на хиральной неподвижной фазе (ХНФ) CHIRALPAK QD-AX. Для повышения чувствительности определения аминокислоты дериватизировали 4-диметиламиноазобензен-4'-сульфонил хлоридом (дабсилхлорид, DBS-Cl) и флуоренилметоксикарбонилхлоридом (FMOC-Cl). В качестве подвижных фаз (ПФ) использовали ацетонитрил и его бинарные смеси с тетрагидрофураном (ТГФ) и водой, модифицированные триэтиламино (ТЭА) и муравьиной (МК) или уксусной кислотой (УК). Рассматривалось влияние состава подвижной фазы и типа дериватизирующего реагента на разделение смесей энантиомеров серина, фенилаланина, лейцина, аланина, аспарагиновой и глутаминовой кислот.

Показано, что присутствие 20 об. % ТГФ в ПФ снижает факторы удерживания и ухудшает разделение энантиомеров DABS-производных Ser и Ala, а также FMOC-производных Glu, Leu и Ala. Аналогичное содержание воды в ПФ, напротив, увеличивает время элюирования всех производных аминокислот. Для DABS-АК это сопровождается снижением селективности разделения, а для FMOC-АК такая водно-органическая система обеспечивает оптимальные параметры разделения. Двукратное увеличение концентрации модификаторов (МК и ТЭА) в составе ПФ приводит к уменьшению факторов удерживания всех дериватизированных аминокислот. В случае FMOC-производных увеличение ионной силы буфера оказывает положительное влияние на коэффициенты разделения всех исследуемых аминокислот. Замена муравьиной кислоты на уксусную в составе буфера сопровождается снижением времени удерживания и падением энантиоселективности для дабсилированных производных Ala, Asp, Glu и всех FMOC-производных АК за исключением серина.