

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 дериватирующего 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.