



АНАЛІЗ ХІРАЛЬНИХ ПОХІДНИХ ОКСИРАНУ МЕТОДОМ ВЕРХ

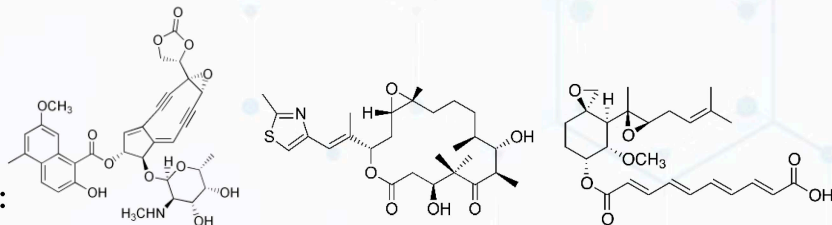


Кузнецов М.І., Іщенко М.В., Максименко О.В., Воловенко О.Б.

Хіральні похідні оксирану входять до складу медичних препаратів, зокрема протипухлинних.

Методи визначення оптичної чистоти:

Вимірювання кута обернення	<ul style="list-style-type: none"> Придатний для відомих сполук
Рентгеноструктурний аналіз	<ul style="list-style-type: none"> Потребує великої кількості зразку
Хроматографічні методи (ГХ, ВЕРХ, надкритична флюїдна хроматографія)	<ul style="list-style-type: none"> Дослідження нових сполук Для аналізу необхідно 1-2 мг речовини



Неокарциностатин

Епотилон Б

Фумагілін

Похідні оксирану, які поглинають в УФ та/або містять хромофорні групи, можна аналізувати шляхом підбору умов хроматографічного розділення рацематів. Аліфатичні похідні оксирану, що використовують в органічному синтезі як білдинг-блоки, не мають спряженої π-системи, що ускладнює розпізнавання енантіомерів хіralьною нерухою фазою. Отже, існує потреба в дериватизації.

Підбір хроматографічних умов

Вибір нерухої фази:



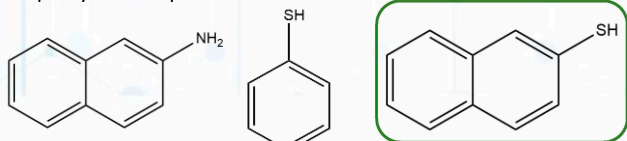
Підбір рухої фази:

Гексан-ізопропанол; Гексан-етанол;

Гексан-ізопропанол-метанол

Модифікація молекули:

Вибір нуклеофільного агента:



2-амінонафтол

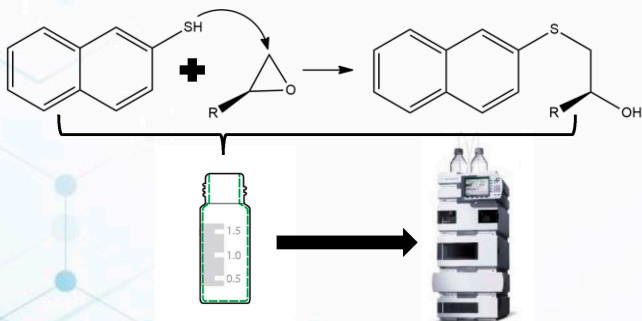
- спряжена π-система
- сильно-токсичний

тіофенол

- недостатньо розвинута π-система

2-тіонафтол

- спряжена π-система
- сильний нуклеофіл
- малотоксичний

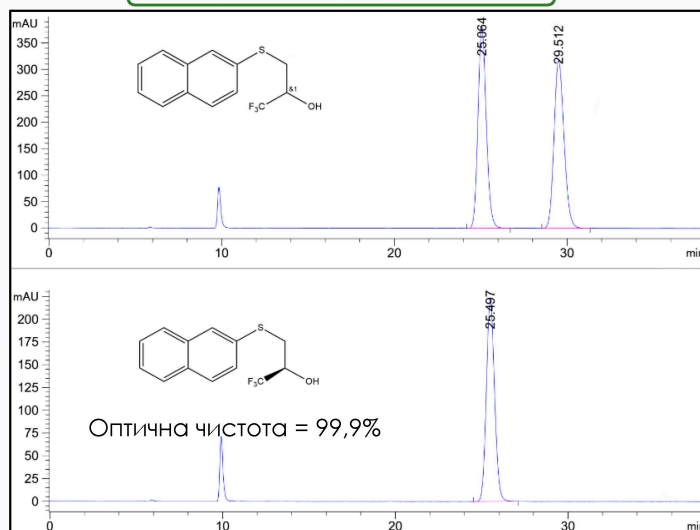


Хроматографічна віала, 2 мл Аналіз ВЕРХ/УФ

Висновки:

- Реакція дериватизації проходить в одну стадію.
- Пробопідготовку спрощено до рівня one-pot, тобто дериватизація проводиться у хроматографічній віалі.
- Оптимізовано умови хроматографічного розділення:
- нерухома фаза - Chiralcel OD-H;
- елюент - гексан-ізопропанол-метанол (95-2,5-2,5).

Хроматограми продукту дериватизації рацемічної суміші (зверху) та S-енантіомеру (знизу) 1-трифторметил-оксирану 2-тіонафтолом. Chiralcel OD-H, гексан-ізопропанол-метанол, 95-2,5-2,5, 1 мл/хв.



E-mail: ovolovenko@ukr.net

*Комерційна назва