

ЗОНДУВАННЯ МЕТИЛОРАНЖЕМ ХРОМАТОГРАФІЧНОЇ СИСТЕМИ ДЛЯ ТШХ-РОЗДІЛЕННЯ ЖОВЧНИХ КИСЛОТ

Н.Ю. Репіна¹, О.Ю. Коновалова¹

¹Харківський національний університет імені В. Н. Каразіна,
61077, Харків, пл. Свободи, 4; e-mail: nadya23hope@gmail.com



Мета: пояснення закономірностей, що спостерігались при ТШХ-розділенні суміші жовчних кислот, за допомогою оцінки полярності рухомих та нерухомих фаз із сольватохромним зондом метилоранжем.

Рухомі фази на основі ПАР

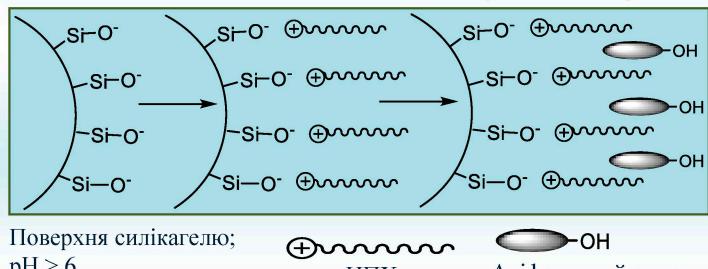
Цетилпіридинію хлорид (ЦПХ)



Рухомі фази (РФ),
що використовували: с (ЦПХ) = 10^{-4} моль/л;
тетраборатний буфер (рН 8.5-9);
спирт-модифікатор
(1-пропанол, ф від 1 до 8 %, або
1-бутанол, ф від 0.3 до 8 %, або
1-пентанол, ф від 0.3 до 2 %).



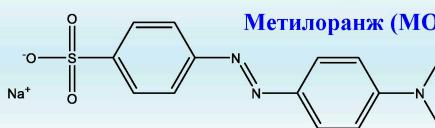
Модифікація нерухомої фази (НФ) ЦПХ та спиртами



Поверхня силікагелю;
рН > 6 \oplus ЦПХ Аліфатичний спирт

Сольватохромний зонд

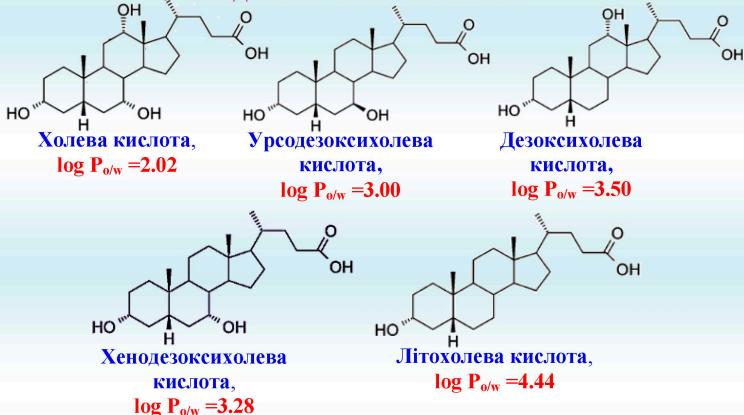
Метилоранж (МО)



λ_{max} в тетраборатному буфері (рН 8.5-9) = 466 нм

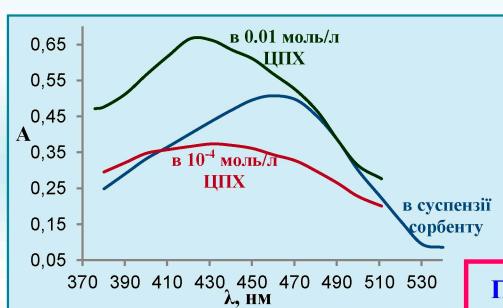
Батохромний зсув спостерігається при збільшенні полярності мікрооточення МО, гіпсохромний – при зменшенні полярності.

Розділені жовчні кислоти



Спектри поглинання МО (тетраборатний буфер, рН 8.5-9)

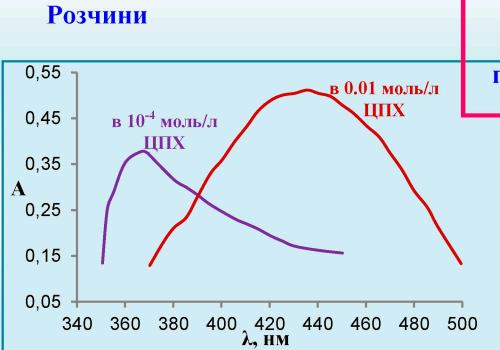
Суспензії силікагелю, що оброблені рухомою фазою
(моделювання поверхні НФ при ТШХ)



При ТШХ-аналізі
на поверхні
силікагелю
утворюються
гемііцели ЦПХ.

Закономірності, що було отримано зі спектрів поглинання МО

- ❖ В системах, що містили ЦПХ, зі збільшенням концентрації спиртів полярність зростала для всіх рухомих фаз ($\Delta\lambda$ до 77 нм) та суспензій із сорбентом ($\Delta\lambda$ до 45 нм), причому у всіх випадках модифікована НФ була більш полярною за відповідну РФ ($\Delta\lambda$ до 60 нм).
- ❖ При збільшенні вмісту 1-пропанолу або 1-бутанолу від 2 до 4 % полярність як НФ, так і РФ різко зростала. У ТШХ-експерименті це відображалось у збільшенні елюючою сили РФ по відношенню до всіх жовчних кислот.
- ❖ При збільшенні вмісту 1-пентанолу від 0.6 до 1 % полярність НФ збільшувалась, а РФ не змінювалась. Це відображалось у збільшенні елюючою сили РФ, але менш значному, ніж для 1-пропанолу та 1-бутанолу.
- ❖ При переході від 1-пропанолу до 1-пентанолу полярності РФ та суспензії із сорбентом зростали.



Для РФ, що містили 2% спирту за об'ємом максимуми поглинання спостерігали при: 385 нм (1-пропанол), 390 нм (1-бутанол) та 415 нм (1-пентанол).

Для суспензії сорбенту, що містили 2% спирту за об'ємом максимуми поглинання спостерігали при: 432 нм (1-пропанол), 450 нм (1-бутанол) та 456 нм (1-пентанол).

Для найбільш гідрофобних дезоксихолевої та літохолевої кислот забезпечувалось менш придатне (більш полярне) середовище у НФ, що полегшувало їх десорбцію та призводило до зміщення кислот з лінії старту при внесенні спиртів у РФ. Причому для цього 1-бутанолу та 1-пентанолу було достатньо 0.6% за об'ємом, а 1-пропанолу 2%.

- Висновки.**
- За допомогою сольватохромного зонду метилоранжу оцінено полярність РФ та суспензії силікагелю у відповідних РФ. Суспензії відображали модифіковану поверхню НФ при ТШХ.
 - На поверхні силікагелю (НФ у ТШХ-аналізі) утворювались гемііцели ЦПХ при використанні РФ на основі ПАР із концентрацією 10^{-4} моль/л.
 - Із даних про полярність РФ та НФ пояснено закономірності рухомості жовчних кислот в умовах ТШХ-аналізу.