



Original Article: DETERMINAZIONE CROMATOGRAFICA ALCUNI AMINOACIDI IN FASI MOBILI MICELLARI DI CSS

Citation

Sumina E.G., Sorokina O.N., Uglanova V.Z., Sorokina T.E. Determinazione cromatografica alcuni aminoacidi in fasi mobili micellari di CSS. *Italian Science Review*. 2015; 5(26). PP. 101-104.
Available at URL: <http://www.ias-journal.org/archive/2015/may/Sumina.pdf>

Authors

Elena G. Sumina, Saratov State University named after N.G. Chernyshevsky, Russia.
Olga N. Sorokina, Saratov State Agrarian University named after NI Vavilov, Russia.
Varseniya Z. Uglanova, Saratov State University named after N.G. Chernyshevsky, Russia.
Tatyana E. Sorokina, Saratov State Agrarian University named after N.I.Vavilov, Russia.

Submitted: April 12, 2015; Accepted: April 29, 2015; Published: May 10, 2015

Sostanze biologicamente attive (SBA) di diversa natura - triterpeni e ormoni steroidei, i polifenoli, saponine, aminoacidi, fluorochinoloni, chinoloni, ed altri hanno causato recentemente un crescente interesse in relazione alla partecipazione in numerosi processi fisiologici e biochimici negli organismi viventi, e ampiamente utilizzati in medicina, farmaceutico, alimentare, zootecnia e in altre aree. Un vasto assortimento di sulla base dei loro prodotti commerciali, così come una varietà di fonti di sostanze biologicamente attive di origine vegetale richiedono lo sviluppo di metodi semplici, accessibili ed efficaci di separazione, l'identificazione e la quantificazione di diversi oggetti complessi. Uno di questi metodi è cromatografia liquida (CL). La diversità della natura e le proprietà del SBA suggerisce la possibilità di regolare l'efficienza e la selettività di separazione utilizzando combinazioni di diversa natura fissa (NF) e la fase mobile (FM), per esempio, micellare organico-acqua o ciclodestrina. Nonostante il fatto che la separazione di sostanze biologicamente attive mediante cromatografia liquida in un gran numero di

pubblicazioni, completamente prevedibile natura dei vari modificatori impatto non FM finora disponibili. Pertanto lo scopo dello studio era valutare l'influenza dell'acqua e fasi mobili micellari modificati (FMM) per separazione cromatografica e l'identificazione di alcuni aminoacidi (AA).

Abbiamo studiato le seguenti amminoacidi: leucina (Leu), tirosina (Tir), fenilalanina (Fen), alanina (Ala), lisina (Lis), triptofano (tri). La purezza dei prodotti commerciali della società AK "Sigma" (USA) era del 99%.

Cromatografia è stata eseguita da ascendente CSS nelle fotocamere, pre-saturi vapori di solvente che formano la fase mobile. Nel caso di soluzioni acquose di composti tensioattivi non (tensioattivi) camera precedenza satura. Per la rilevazione e la misura quantitativa di cromatogrammi usato video densitometria Sorbfil ("Sorbpolimero", Krasnodar, Russia). La cromatografia è stata effettuata su piastre Sorbfil ("Sorbpolimero", Krasnodar, Russia) con una fase stazionaria polare (SP) su una di alluminio (AL) e polimero (PP) a matrice, e per il confronto su una debolmente polare poliammide-6

("Merck", Darmstadt Germania), e le piastre non polare sorbente RP-18 ("Merck", Darmstadt, Germania).

Studi condotti in un FM acquosa-organico contenente acetonitrile, 2-propanolo ed etanolo, così come il tensioattivi che comprendeva vari tipi di tensioattivi: cationico (cetilpiridinio cloruro (CPC)), anionico (sodio dodecil solfato (SDS)) (entrambi Ong "Sintesi tensioattivo", Russia), non ionici (Triton X-100 (TX-100)) ("Merck", Germania). Preparazioni di surfattante comprendenti almeno il 96-98% della sostanza principale. Per valutare il mantenimento della efficienza di separazione e la selettività dei composti in esame in organico-acqua e FMM utilizzato zone mobilità cromatografica (R_f), il numero di piatti teorici (N), l'altezza equivalente di un piatto teorico (H), risoluzione (R_s) e fattore di selettività (α).

Fasi mobili acquosa-organici. CSS precedentemente studiato l'effetto della natura della fase stazionaria nello studio cromatografia degli aminoacidi in FM acquosa-organico. Si è trovato che la natura del nuovo prodotto ha un effetto significativo sulla separazione degli aminoacidi studiato, e la dimensione e la forma delle zone cromatografici. Così, Sorbfil (Al) e RP-18 zone cromatografiche sono più compatto di un poliammide-6. Per ulteriori studi sono stati effettuati su queste fasi.

Indipendentemente dalla natura del solvente, quando somministrato e per aumentare la concentrazione nella acquosa FM indagato amino ridotta mobilità (Fig. 1). Questo comportamento è probabilmente associata con la formazione di un forte legami idrogeno con le molecole di alcool amminico sulla superficie del sorbente, e, quindi, la predominanza del assorbimento sulla superficie assorbente riguardante l'associazione in soluzione [1]. Di tutti i solventi studiati i parametri migliori cromatografici (N, H, R_s) sono stati ottenuti per l'acqua-acetonitrile con rapporto di FM (90:10). Tuttavia, va notato che la

separazione di aminoacidi mediante CSS in un FM organico-acqua scorre con rendimento relativamente basso. A questo proposito, è stato testato come acquosa FM e modificato micellare fase mobile (FMM).

Micellare fase mobile. Comportamento cromatografica di aminoacidi micellare acquosa FM Sorbfil studiata su piastre (Al). Influenza della natura e della concentrazione di tensioattivo è mostrato in Fig. 2.

Si è visto che con l'aumentare della concentrazione dei tensioattivi nel MTF aumenta la mobilità di tutti gli aminoacidi. Così, un cambiamento significativo nella R_f osservata nel range di concentrazione di SDS $1.0 \cdot 10^{-2}$ $5.0 \cdot 10^{-2}$ a M, e in concentrazioni superiori $6.0 \cdot 10^{-2}$ valore M R_f diventa quasi costante (Fig. 2a).

Il FMM contenenti CTA, cambiamento nella mobilità è lo stesso aminoacido (Fig. 2b). L'aumento della mobilità di sorbati sul FMM dell'acqua, apparentemente causato da uno spostamento nella solubilizzazione equilibrio micelle tensioattive destra: $R + Mc \rightleftharpoons Mc (R)$, dove: Mc - micelle Mc (R) - sistema micelle - solubilizzate. Si è trovato che il FM contenenti TX-100, non sono adatti per la separazione cromatografica a causa delle forti zone cromatografiche diluizione AK. Analisi dei dati sperimentali ha rivelato che più fortemente idrofobico AK tenuto nell'originale NF polare, che corrisponde alla tendenza generale micellare CSS [2-5], e spiega con adsorbimento di tensioattivo Sorbfile (Al) e la superficie idrorepellente SF. Prova di questo è l'ordine inverso di eluizione degli aminoacidi in FM acquosa-organica rispetto al micellare FM (Tabella. 1).

Per migliorare le prestazioni di tutti adsorbenti cromatografiche in micellare acquosa FM condotto loro modifica con l'introduzione di un elettrolita forte (cloruro di potassio, $\mu = 0,01-1,25$) [6].

La forza ionica della soluzione creata mediante l'aggiunta di cloruro di potassio ha un notevole impatto positivo sul comportamento cromatografico di

aminoacidi. Ad esempio, l'aggiunta di cloruro di potassio DDS basato FMM ($\mu = 0,01-1,0$) ha migliorato la chiarezza e compattezza di zone cromatografici aminoacidi CSS (Fig. 3).

Così, le seguenti caratteristiche inerenti separazione cromatografica di analiti in acqua - organico, acqua e modificati FMM: 1) un aumento della mobilità dei sorbati con concentrazioni crescenti di SDS micellare; 2) una maggiore efficienza di separazione e selettività di sorbati in FMM modificato; 3) la dipendenza della ritenzione di sorbati idrofobiche; 4) un cambiamento nell'ordine di acqua eluizione e FMM modificato rispetto al FM organico-acqua.

References:

1. Schatz V.D., Sahartova O.V. 1988. High performance liquid chromatography. 390 pp.
 2. Shtykov S.N. 1995. Application of micellar mobile phases for separation of fluorescein derivatives by TLC. Journal of Analytical Chemistry, 7, V.50. P.747-751.

3. Vorozheikin S.B., Bashko E.S., Shtykov S.N. 2011. Thin-layer chromatography of amino acids in micellar mobile phases on silica. Sorption and Chromatographic Processes, 6, V.11. P. 840-847.

4. Sumina E.G., Uglanova V.Z., Sorokina O.N., Belaya E.V. 2011. Determination of progesterone in some pharmaceuticals by liquid chromatography in micellar mobile phases. Sorption and Chromatographic Processes, 5, V.11. P. 654-662.

5. Sumina E.G., Uglanova V.Z., Sorokina O.N., Afonina D.O. 2011. Determination of the purity of drugs of corticosteroid hormones by thin layer chromatography mobile phases based on cyclodextrins and surfactants. Proceedings of the Saratov University. New series. Series: Chemistry. Biology. Ecology, 2, V. 11. P. 48-54.

6. Kulikov A.Yu., Loginova L.P., Samokhina L.V. 2004. Micellar chromatography in pharmaceutical analysis and other areas of analysis (review). Farmakom, 1, V.4. pp. 22-52.

Fig. 1. La dipendenza della mobilità degli aminoacidi della concentrazione del solvente organico. NF: Sorbfil (Al). FM: solvente organico - acqua. a) acetoneitrile - acqua; b) 2-propanolo - acqua. 1 - Lei, 2 - Tri, 3 - Tir. $C_R = 5.0 \cdot 10^{-2}$ M.

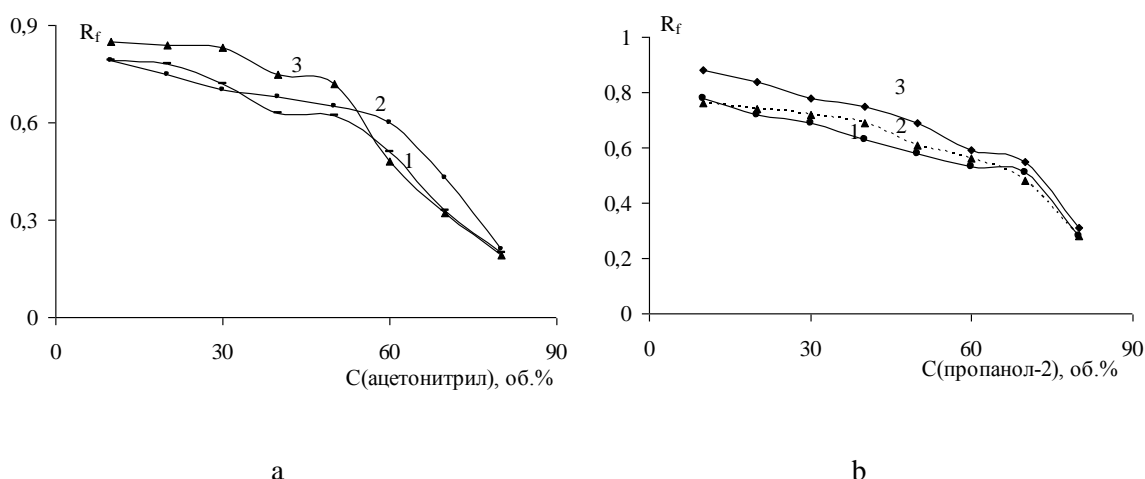


Fig. 2. La dipendenza della mobilità degli aminoacidi sulla concentrazione di tensioattivo nella FM. NF: Sorbfil (Al). a) FM: acqua - l'DDS; b) FM: acqua - CTA. 1 - Liz 2 - Ala, 3 - Tri, 4 - Lei, 5 - Tir. $C_R = 5.0 \cdot 10^{-2}$ M.

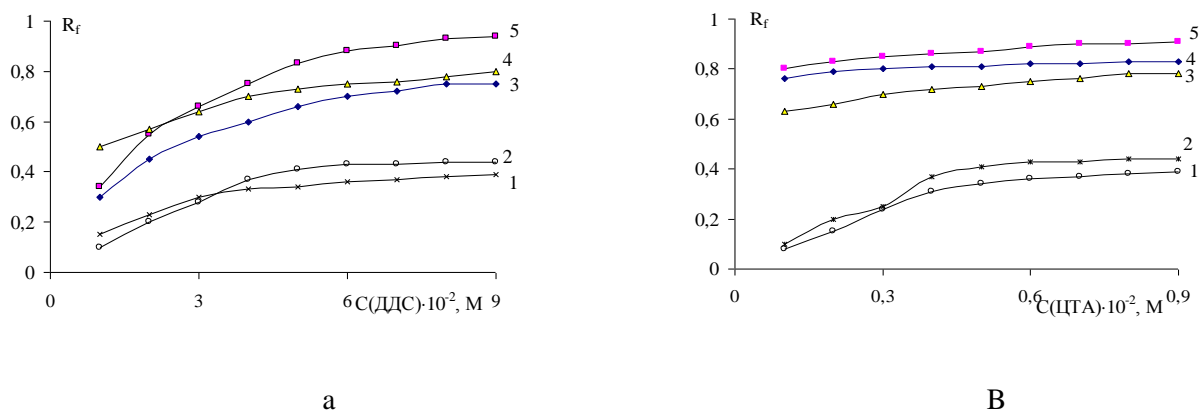


Tabella 1

Comportamento cromatografica di aminoacidi micellare acquosa-organico e fasi mobili. NF: Sorbfil (Al). (N = 3, p = 0,95)

lgP collegamento R_f	Acquosa organica FM acetonitrile - acqua (10:90)	FMM $C(DDS) = 6.0 \cdot 10^{-2}$ M					
		0.50 1.2 1.7 TRi < Lei < Tir	-0.67	-0.40	0.50	1.2	1.7
	0.77 0.78 0.80	Liz > Ala > Tri > Lei > Tir	0.77	0.73	0.64	0.41	0.34

Fig. 3. Cromatogrammi di aminoacidi. NF: Sorbfil (Al). FM: a) l'DDS ($6,0 \cdot 10^{-2}$ M) - acetonitrile (90:10); b) SDS ($6,0 \cdot 10^{-2}$ M) - KCl ($\mu = 0,15$). $C_R = 1,0 \cdot 10^{-3}$ M. 1 - Tri 2 - Lei, 3 - Ala 4 - Tir, 5 - Liz, 6 - una miscela di aminoacidi.

