

利用ACQUITY UPC²系统 分离氯菊酯(permethrin) 非对映体异构体

目的

使用沃特世(Waters®)ACQUITY UPC²™系统成功开发非对映体超高效合相色谱(UltraPerformance Convergence Chromatography™, UPC²™)方法,用于四种氯菊酯异构体的基线分离。

背景

公众对杀虫剂使用的关注日益增长。目前使用的杀虫剂有25%为手性化合物。在这些杀虫剂中,手性在药效、毒性、代谢特性和环境方面起着重要的作用。因此,对立体选择性分离技术和分析测定杀虫剂对映体纯度的需要正在不断增长。

氯菊酯是一种合成的化学品,广泛用作杀虫剂和驱虫剂。氯菊酯具有四种立体异构体(两对对映体),由环丙烷环上的两个手性中心产生,如图1所示。因此,氯菊酯异构体的分离和定量测定颇具挑战性。在分离氯菊酯方面,开发正相HPLC和反相HPLC的方法已经做出巨大的努力,但收效不尽如人意。我们在此展示,利用ACQUITY UPC²,在不足6分钟之内实现了四种氯菊酯基线分离。

与HPLC方法相比,UPC²™实现了所有异构体的完全基线分离,运行时间大大缩短;对于杀虫剂的生产厂家而言,进行日常非对映体分析UPC²不愧为理想之选。

解决方案

人们已经对各种手性固定相(CSPs)进行了评估,以利用手性正相HPLC和反相HPLC进行分离。Liseter和Hambling报道了Pirkle型手性固定相用于正相HPLC条件下分离氯菊酯。总的运行时间大于30min,使用的流动相为含有0.05%异丙醇的正己烷(*Journal of Chromatography*, 539 1991; 207-10)。但是,顺式和反式对映体拆分并不理想。Shishovska和Trajkovska使用了手性β-环糊精手性固定相,用于在反相HPLC条件下拆分氯菊酯,以甲醇和水作为流动相(*Chirality*, 22 2010; 527-33)。总的运行时间大于50min,反式氯菊酯对映体的分离度小于1.5。另外,正相HPLC条件下,CHIRALCEL OJ色谱柱也用于氯菊酯的分离(*Chromatographia*, 60 2004; 523-26),我们的实验在表1中所示的条件下进行,得到了3个分开的色谱峰,如图2所示,该结果与文献报道一致。

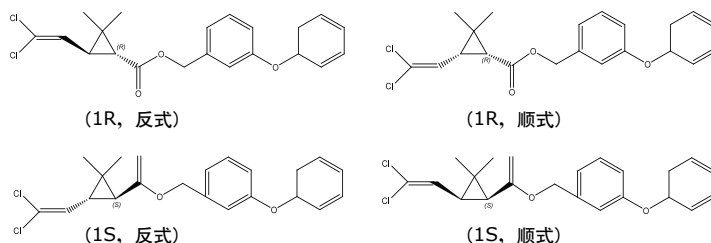


图1. 氯菊酯的化学结构。

图3显示了利用ACQUITY UPC²系统对氯菊酯进行非对映体分离。所有四种异构体利用更短的OJ-H色谱柱在不足6分钟内实现了基线分离。实验结果总结于表2中。总的来说，与手性HPLC方法相比，当前的UPC²方法实现了更好的分离，且运行时间更短。

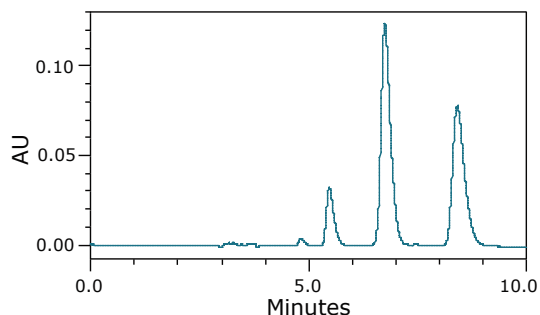


图2. 利用CHIRALCEL OJ-H色谱柱在正相HPLC条件下获得的氯菊酯图谱。

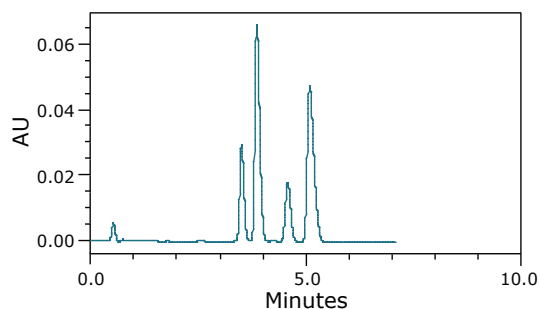


图3. 利用CHIRALCEL OJ-H色谱柱在UPC²条件下获得的氯菊酯图谱。

	正相HPLC	UPC ²
流速 (mL/min)	1	4
流动相	正己烷:乙醇=90:10	CO ₂ :甲醇:DEA=95:5:0.2
背压 (bar)	n/a	120
温度 (°C)	室温	40
样品浓度	CHIRALCEL OJ-H (4.6 x 250 mm, 5 µm)	CHIRALCEL OJ-H (4.6 x 150 mm, 5 µm)
流动相	2 mg/mL	
进样体积 (µL)	10	

表1. 主要实验参数。

色谱峰	保留时间 (min)	K'	α	分离度	USP 拖尾因子
1	3.509	5.66			1.12
2	3.862	6.33	1.12	1.80	1.31
3	4.582	7.69	1.22	3.25	1.12
4	5.089	8.66	1.13	1.92	1.50

表2. 利用CHIRALCEL OJ-H column色谱柱在UPC²条件下获得的氯菊酯保留时间、保留因子(K'), 选择性(α), 分离度和USP拖尾因子。

总结

利用沃特世ACQUITY UPC²系统成功分离氯菊酯得到了证明，在小于6分钟内实现了四种异构体的基线分离。与手性HPLC方法相比，UPC²方法具有更高的分离度和更短的运行时间。UPC²方法也杜绝了正相HPLC中有毒正己烷的使用。对于杀虫剂生产商而言，进行日常非对映体的分析，ACQUITY UPC²系统不愧为理想之选。

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

Waters 是沃特世公司的注册商标。ACQUITY UPC², UPC², UltraPerformance Convergence Chromatography, 和 The Science of What's Possible 是沃特世公司的商标。所有其他商标属于各自的所有者。

©2012 沃特世公司 中国印刷
2012年3月 720004246ZH LL-PDF

沃特斯中国有限公司
沃特世科技(上海)有限公司

北京: 010 - 5209 3866
上海: 021 - 6156 2666
广州: 020 - 2829 6555
成都: 028 - 6554 5999
香港: 852 - 2964 1800

免费售后服务热线: 800 (400) 820 2676
www.waters.com

