

Оптимизация газохроматографического разделения изомеров лактида

О.Ю. Федорова, М.К. Заманова, Д.С. Крутась, В.Н. Глотова
Научные руководители – к.х.н., доцент Т.Н. Волгина; к.х.н., доцент В.Т. Новиков

*Томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, ksy.9308@mail.ru*

Полилактид или полимолочная кислота (ПМК) – хорошо известный биосовместимый, биоабсорбируемый, и биоразлагаемый полимер. Он широко применяется в биомедицине и в производстве экологически чистых материалов [1].

Производство ПМК, как правило, осуществляют в 3 этапа: из молочной кислоты получают олигомер, далее проводят деполимеризацию олигомера до лактида, из которого затем синтезируют полилактид путем полимеризации.

Лактид – циклический димер молочной кислоты имеет три изомера, а именно, мезо-, D- и L-лактиды. Относительное соотношение трех изомеров оказывает существенное влияние на процесс полимеризации и структуру полимера [2]. Присутствие мезо-лактида в мономере нежелательно, так как приводит к уменьшению степени кристалличности полилактида. Аналитический контроль за содержанием мезо-формы в лактиде проводят, в основном, хроматографическими методами [3, 4].

С помощью газовой хроматографии (ГХ) сложно разделить оптические изомеры (D- и L-формы) лактида, так как они имеют очень близкие физико-химические свойства (далее мы будем использовать термин «D/L-лактид»), однако, отделение мезо-лактида от D/L-лактида возможно [3].

Целью настоящей работы являлся выбор оптимальных условий хроматографирования D/L-лактида и мезо-лактида с применением метода газовой хроматографии масс-спектрометрии (ГХ/МС).

Исследования проводили на хромато-масс-спектрометрическом комплексе Agilent Technologies 7820A/5975 MSD. При разделении изомеров лактида варьировали температурный режим хроматографа и использовали капиллярные колонки с фазой разной полярности (полярная полиэтиленгликолевая колонка HP-Innowax, неполярная 100%-полиметилсилоксановая колонка HP-1ms, малополярные колоки DB-5MS с неподвижной фазой (5% фенил)-метилполисилоксан длиной 15 и 30 м. Регистрацию сигнала проводили по полному ионному току (Total Ion Current, TIC) в диапазоне сканирования масс 43–600 m/z.

В результате проведенных исследований установлено (рис. 1), что наибольшая эффективность разделения мезо- и D/L-лактида достигается

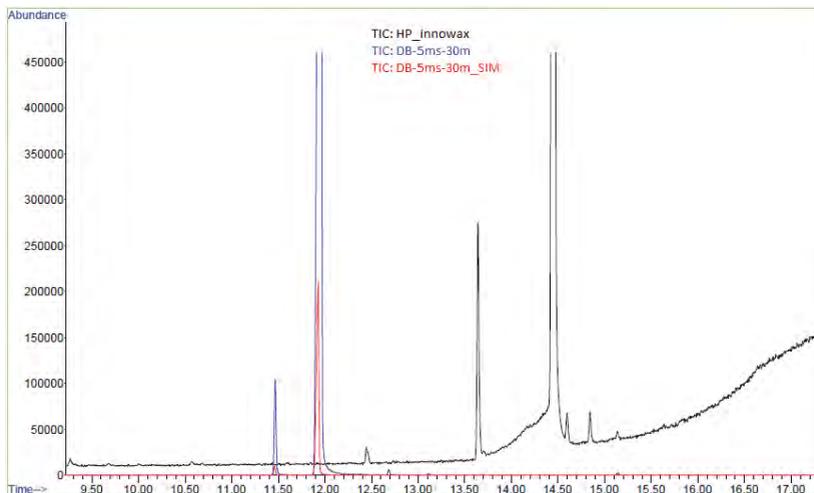


Рис. 1. Хроматографирование изомеров лактида на различных колонках: черная – HP-Innowax (TIC), синяя – DB-5ms (TIC) и красная – DB-5ms (SIM)

ся при применении малополярной колонки DB-5MS. Увеличение длины колонки вдвое позволило увеличить разрешение пиков, а применение режима масс-фрагментографии (Selected Ion Monitoring, SIM) улучшить форму сигналов [5].

Проведенные исследования свидетельствуют о возможности применения подобранных условий хроматографирования для аналитического контроля производства полилактида.

Список литературы

1. R. Miyoshi, N. Hashimoto, K. Koyanagi, Y. Sumihiro, T. Sakai // Int. Polym. Proc., 1996.– Vol.11.– P.320–328.
2. J.J. Kolstad, J. Appl. Polym. Sci. 62 (1996) 1079–1091.
3. Lidong Feng, Xinchao Bian, Zhiming Chen, Xuesi Chen, Gao Li // Journal: Polymer Testing, 2011.– Vol.30.– №8.– P.876–880.
4. M.K. Zamanova, V.N. Glotova, T.N. Izhenbina, D.S. Krutas, V.T. Novikov // Procedia Chemistry, 2014.– Vol.10.– P.244–251.
5. Лебедев А.Т. Масс-спектрометрия в органической химии.– М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2003.– 493 с.