

(DMAV) (Рисунок 1А) [2]. Несмотря на широкое использование данной реакции, до сих пор вопрос о химической и термической стабильности п-амино/п-нитротиофенолов хемосорбированных на поверхности металлов в ходе плазмонного превращения остается открытым.

В данной работе исследовалось состояние поверхности золотых НЧ, покрытых монослоем 4-нитротиофенола, в процессе протекания реакции азосочетания при освещении светом с длиной волны, соответствующей плазмонному резонансу (~650 нм). Образование продукта реакции DMAV подтверждали методами рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) и спектроскопии комбинационного рассеяния (КР). Изменение химического состояния на поверхности исследовали методом РФЭС. Следует отметить, что согласно спектру КР реакция азосочетания не протекала с использованием светодиода при мощности 0,1 мВт, в отличие от лазера. Однако при освещении на спектрах РФЭС наблюдается изменение химического состояния серы на

поверхности, в частности появление сигналов R-SH и R-SO₄ в области 164 эВ и 168 эВ соответственно, что подтверждает протекание десорбции тиолов с их последующим окислением (Рисунок 1Б-3).

При использовании более мощного лазера (10 мВт) параметры освещения были оптимизированы для полного протекания на 5 минут по данным КР (1390, 1430 см⁻¹, Рисунок 1В) и РФЭС (–N=N– сигнал в области 399 эВ).

Помимо появления целевого продукта также наблюдались побочные продукты десорбции (164 эВ) и окисления (168 эВ) (Рисунок 1Г). Фиксация нескольких параллельных процессов, проходящих на поверхности золота ставит под сомнение применимость кинетических зависимостей нулевого и первого порядка. Данные неточности могут вносить критические поправки в полученные ранее закономерности и ставят под сомнение универсальность превращения.

Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РНФ 23-73-00117.

Список литературы

1. Quan J. и др. Surface catalytic reaction driven by plasmonic waveguide // *Appl. Mater. Today*, 2018. – V. 11. – P. 50–56.
2. Koopman W. et al. The Role of Structural Flexibility in Plasmon-Driven Coupling Reactions: Kinetic Limitations in the Dimerization of Nitro-Benzenes // *Adv. Mater. Interfaces*, 2021. – Vol. 8. – № 22. – P. 2101344.

ВЫСОКОЭФЕКТИВНАЯ ЖИДКОСТНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ МОНОСАХАРИДОВ, МЕЧЕННЫХ ЭТИЛОВЫМ ЭФИРОМ 4-АМИНОБЕНЗОЙНОЙ КИСЛОТЫ

Е. А. Горобец¹, З. В. Зыкова¹, А. И. Петраков^{1,2}

Научный руководитель – к.х.н. С. В. Кривошеков

¹Сибирский государственный медицинский университет
634050, Россия, г. Томск, Московский тракт 2 стр. 18, lab.cni@ssmu.ru

²Национальный исследовательский томский политехнический университет
634050, Россия, г. Томск, проспект Ленина д.30, tpu@tpu.ru

Актуальность. Полисахариды, как лекарственные средства, представляют большой интерес для медицины. Функциональные группы моносахаридов представлены в основном спиртами, альдегидами и кетонами, что приводит к образованию внутримолекулярных полуацеталей и кеталей со слабым УФ-поглощением. С этим связана трудность их анализа непосредственно с помощью обычных УФ-детекторов [1]. Поэтому при использовании широко распространённых спектрофотометрических детек-

торов требуется предварительная дериватизация молекул, которая заключается в химической модификации сахара хромофорными группами. Наиболее хорошо зарекомендовавшая себя тактика анализа моносахаридов, основана на процедурах дериватизации с использованием таких реагентов, как 2,4-динитрофенилгидразин, 1-фенил-3-метил-5-пиразолон, этиловый эфир 4-аминобензойной кислоты.

Цель работы. Разработка методики дериватизации моносахаридов этиловым эфиром

4-аминобензойной кислоты (ABEE-реактив) и хроматографического разделения дериватов для качественного и количественного определения моносакхаридного состава полисахаридов методом ВЭЖХ с УФ-детектированием.

Материалы и методы. Дериватизацию моносакхаридов проводили с помощью ABEE-реактива [2].

Предварительно производили очистку этилового эфира 4-аминобензойной кислоты, которая заключалась в растворении 5 г вещества в 50 мл этилового спирта при температуре 30 °С, затем раствор фильтровали, и продолжали очистку с помощью добавления в раствор 1,5 г активированного угля и 1,5 г алюминия оксида. Выдерживали смесь при температуре 65 °С в течение 35 минут. После раствор отфильтровывали и упаривали $\frac{3}{4}$ массы этанола, добавляли 20 мл воды и 0,5 мг гидросульфата натрия. И продолжали упаривать водно-спиртовой азеотроп до образования осадка. После смесь охлаждали до комнатной температуры и выпавшие кристаллы отфильтровывали, промывали водой и сушили.

Раствор ABEE-реактива готовили путем смешивания 165 мг этилового эфира 4-аминобензойной кислоты, 35 мг цианоборгидрида натрия, 41 мкл ледяной уксусной кислоты и 0,35 мл теплого метанола. В эппендорф, содержащий 10 мкл водного раствора моносакарида (1 мг/мл), добавляли 40 мкл раствора ABEE-ре-

актива и смесь нагревали в термостате при 80 °С в течение 1,5 ч, после ее охлаждали до комнатной температуры. Затем проводили экстрагирование с помощью 0,2 мл очищенной воды и 0,2 мл хлороформа, энергичного встряхивания и центрифугировали в течение 1 мин. Верхний водный слой подвергали анализу ВЭЖХ. Хроматографирование осуществляли на колонке «ЭкоНова». В качестве неподвижной фазы выступал prontoSIL 120-5 C18. Температура термостата – 45 °С, подвижная фаза: элюент А – 10 % Ацетонитрил (MeCN): 90 % Воды: 0,02 % Трифторуксусной кислоты (TFA); элюент В – 10 % MeCN: 90 % Воды: 0,02 % TFA, скорость потока 1,2 мл/мин, вводимый объем: 2 мкл.

Результаты. Подобренные нами условия дериватизации позволяют получить аналиты, которые хорошо детектируются в УФ при длине волны 260 нм. Объем удерживания для рибозы равен 379 ± 1 (RSD = 0,36 %), для ксилозы 385 ± 3 (RSD = 0,37 %), для арабинозы 380 ± 1 (RSD = 0,26 %), для глюкозы 340 ± 1 (RSD = 0,29 %), для галактозы 336 ± 2 (RSD = 0,26 %), для глюкуроновой кислоты 364 ± 1 (RSD = 0,16 %), для галактуроновой кислоты 364 ± 1 (RSD = 0,16 %).

Вывод. Исследование показало возможность качественного и количественного определения моносакхаридов, меченных этиловым эфиром 4-аминобензойной кислоты.

Список литературы

1. Toratane Munegumi, Akito Goto. *Reversed-phase high-performance liquid chromatography of disaccharides labeled by 4-aminobenzoic acid ethyl ester* // *Der Pharma Chemica*, – 2014. – № 6 (1). – P. 248–252.
2. Shoichi Yasunoa, Takeomi Murataab, [и др.]. *Two-mode Analysis by High-performance Liquid Chromatography of p-Aminobenzoic Ethyl Ester-derivatized Monosaccharides* // *Bioscience, Biotechnology, and Biochemistry*, 1997. – № 61 (11). – P. 37–41.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРТЕТРАЦИКЛИНА ГИДРОХЛОРИДА МЕТОДОМ КАПИЛЛЯРНОГО ЗОННОГО ЭЛЕКТРОФОРЕЗА

А. И. Городилова

Научные руководители – к.х.н., доцент Е. Л. Лебедева; к.х.н., заведующий кафедрой Л. К. Неудачина
ФГАОУ ВО «Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина»
620002, г. Екатеринбург, ул. Мира, д. 19, anastasia29gor@yandex.ru

Антибиотики тетрациклиновой группы (АТЦГ) входят в российский перечень жизненно необходимых и важнейших лекарственных препаратов [1]. АТЦГ широко используются в медицине и животноводстве для лечения ши-

рокого спектра заболеваний. Добавление их в корма для животных, несоблюдение интервалов приёма антибиотиков и нарушение дозирования ведёт к попаданию АТЦГ в окружающую среду и продукты питания, что оказывает негативное