

# 环糊精-硅基杂化手性固定相的制备及拆分性能研究

张志欣<sup>1,2</sup>, 刘芹<sup>1,2</sup>, 王利涛<sup>1</sup>, 董树清<sup>1</sup>, 张霞<sup>1,2</sup>, 赵亮<sup>1\*</sup>

1.中国科学院兰州化学物理研究所, 2.中国科学院研究生院

zhaol@licp.acs.cn

环糊精以其特殊的“内疏水, 外亲水”结构特性以及大量的手性作用位点, 在液相色谱手性拆分中应用最广泛的手性固定相之一。Solms 等人首先合成了可用于液相色谱的环糊精聚合物, 对天然产物、香料、芳香酸、核酸等化合物表现出较好的分离能力。Armstrong 等人制备了键合型的环糊精手性固定相, 在正相和反相条件下均能实现多种光学异构体的手性分离。随着人们对单一手性药物的需求量不断增加, 开发新型手性分离材料已成为当前国内外许多科研工作者致力研究的热点。有机-无机杂化介孔材料由于具有大的比表面积、规则排列的孔道、较窄的孔径分布以及高的水热稳定性、机械稳定性和化学稳定性, 在色谱填料中具有的极大应用前景。环糊精与有机-无机杂化材料的诸多优异性能相结合, 制备新型有机-无机杂化环糊精手性固定相, 实现手性药物快速、高效分离, 在手性药物拆分研究方面具有重要意义。

本文采用一氯三嗪- $\beta$ -环糊精与 3-氨基三乙氧基硅烷反应制备环糊精三乙氧基硅衍生物 (APS- $\beta$ -CD), APS- $\beta$ -CD 与 1,2-双(三乙氧基硅)乙烷 (BTEE) 通过水热反应进行一步缩聚制备环糊精-硅基杂化手性固定相, 在反相色谱模式下测试对 5 种手性化合物的手性拆分性能, 结果见表 1。

表 1 反相色谱条件下手性化合物的 HPLC 分离

Table 1 Enantioseparations of chiral compounds under RP-HPLC

Chiral compounds	$k_1$	$k_2$	$\alpha$	$R_s$	Mobile phase
1-Phenyl-2-propanol	1.11	1.58	1.42	1.09	ACN:0.1%TEAA=30:70, 0.6 mL/min
1-Phenyl-ethanol	1.22	1.60	1.31	1.68	MeOH:0.1%TEAA=30:70, 0.6 mL/min
Propranolol	0.83	1.43	1.72	1.38	ACN:0.1%TEAA=30:70, 0.6 mL/min
Pazufloxacin mesilate	0.45	0.64	1.42	1.12	ACN:0.1%TEAA=30:70, 0.6 mL/min
Levofloxacin mesylate	0.48	0.70	1.46	1.18	ACN:0.1%TEAA=30:70, 0.6 mL/min

Mobile phase volumeratio; buffers; pH=4.15; detection wavelength: 200-280 nm; injection volume: 20  $\mu$ L.

在碱性条件下, 以 CTAB 为模板, BTEE 和 APS- $\beta$ -CD 通过一步共聚合成了环糊精-硅基有机无机杂化手性固定相, 手性分离结果实现了 5 种手性化合物基线分离, 在手性药物拆分方面表现出极大的应用潜力。

## 参考文献

- [1] Y. Wang, D. J. Young, T. T. Y. Tan, S.-C. Ng, *J. Chromatogr. A*, 2010, 1217, 5103-5108.
- [2] J. Solms, R. H. Egli, *Helv. Chim. Acta*, 1965, 48, 1225-1228.
- [3] K. L. Rundlett, M. P. Gasper, E. Y. Zhou, D. W. Armstrong, *Chirality*, 1996, 8, 88-107.
- [4] W. Xuan, M. Zhang, Y. Liu, Z. Chen and Y. Cui, *J. Am. Chem. Soc.*, 2012, 134, 6904-6907.
- [5] V. Rebbin, R. Schmidt, M. Fröba, *Angew. Chem. Int. Ed.*, 2006, 45, 5210-5214.
- [6] G. Zhu, Q. Yang, D. Jiang, J. Yang, L. Zhang, Y. Li, C. Li, *J. Chromatogr. A*, 2006, 1103, 257-264.