

УДК 543.54 : 547.371

А. ЭРМ, Татьяна ЛИИВ, Ильме ЛЫЙВЕКЕ

ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕДОВЫХ КОЛИЧЕСТВ НЕКОТОРЫХ БЕНЗИЛОВЫХ И ФЕНИЛЭТИЛОВЫХ ЭФИРОВ 3-МЕТИЛ-5-АЛКОКСИ-2-ПЕНТЕН-1-ОЛОВ

*A. ERM, Tatjana LIIV, Ilme LOIVEKE. MÕNEDE 3-METÜÜL-5-ALKOKSU-2-PENTEEN-1-OOLI BEN-
SÜÜL- JA FENÜÜLETÜÜLEETRITE JÄLGEDE GAASIKROMATOGRAAFILINE MÄÄRAMINE*

*A. ERM, Tatjana LIIV, Ilme LOIVEKE. GLC DETERMINATION OF TRACEABLE AMOUNTS OF
SOME BENZYL AND PHENYLETHYL ETHERS OF 3-METHYL-5-ALKOXY-2-PENTENE-1-OLS*

(Представил К. Лээтс)

Полевые испытания аналогов ювенильного гормона (АЮГ) связаны с разработкой их оптимальных препаративных форм (ПФ), которые обычно готовят в виде эмульсионного концентрата или смачивающего порошка для равномерного распределения АЮГ после разбавления ПФ водой. Кроме того, ПФ АЮГ должны содержать примеси, увеличивающие стабильность и уменьшающие летучесть АЮГ. Для оценки эффективности ПФ АЮГ необходима методика определения следовых количеств АЮГ после экспонирования ПФ АЮГ в заданных условиях.

Нами предлагается методика газохроматографического определения следовых количеств *E*- и *Z*-изомеров некоторых бензиловых и фенилэтиловых эфиров 3-метил-5-алкокси-2-пентен-1-олов, представляющих собой действующее вещество (ДВ) АЮГ, синтезированных в Институте химии АН ЭССР [1].

Экспериментальная часть. На полоски фильтровальной бумаги размером 10×70 мм наносили микропипеткой по 0,1 мл 0,2%-ной эмульсии ПФ (3-метил-5-изопропокси)-2-пентенилфенилэтилового эфира в *n*-гептане и выдерживали полоски на воздухе от 1 до 7 суток при комнатной температуре (или в других заданных условиях — напр., УФ-излучение, повышенная температура). Через каждые сутки (или через другой определенный промежуток времени) брали несколько полосок, разрезали на кусочки, помещали в отдельные пробирки и заливали раствором бензилбензоата («метка») объемом 0,5 мл в точно определенной концентрации ($1 \cdot 10^{-4}$ г/мл). В зависимости от исследуемого АЮГ можно выбрать и другую «метку». Для контрольного опыта полоски фильтровальной бумаги (5 штук) сразу после высыхания эмульсии (около 20 мин) обрабатывали, как описано выше. Из полученных растворов после часовой выдержки и периодического взбалтывания брали микрошприцем пробы и хроматографировали.

Условия хроматографирования:

Хроматограф «Хром 5» с ПИД		Скорость диаграммной ленты, см/мин	0,6
Длина колонки, м	2,5	Рабочая шкала элект- рометра, А	$5 \cdot 10^{-11}$
Диаметр колонки, мм	3	Объем вводимой пробы, мкл	2
Твердый носитель Хро- матон N-AW-DMCS, мм	0,16—0,20	Времена удерживания (3-метил-5-изопро- покси)-2-пентенил- фенилэтилового эфира, мин	
Жидкая фаза	5% ХЕ-60	Z-изомера	4,3
Температура колонки, °С	190	E-изомера	5,1
Температура испари- теля, °С	250	бензилбензоата	6,4
Расход газов, мл/мин:			
азота	30		
водорода	15		
воздуха	300		

Обработка результатов. Остаточную долю ДВ АЮГ в ПФ ($C_{ост}$) вычисляли по формуле

$$C_{ост} = \frac{X_K}{X_H} \cdot 100\%,$$

где X_H и X_K — средние соотношения суммы площадей пиков E- и Z-изомеров АЮГ к площади пика бензилбензоата ($S_E + S_Z$) / S_B в начальной и конечной пробах. Расхождение этих значений не должно превышать 5%.

Зная концентрацию ДВ АЮГ в ПФ, можно вычислить следовое количество ДВ на одной полоске бумаги. Предел обнаружения ДВ в анализируемой пробе — 0,005 мкг/мл экстракта.

ЛИТЕРАТУРА

1. Лээтс К., Шмидт М., Каал Т., Куузик А., Вялимяэ Т. Синтез аналогов ювенильного гормона. 8. Получение и ювенильная активность некоторых бензиловых и фенилэтиловых эфиров 3-метил-5-алкокси-2-пентен-1-олов. — Изв. АН ЭССР. Хим., 1986, 35, № 3, 223—225.

Институт химии
Академии наук Эстонской ССР

Поступила в редакцию
20/XI 1987