

金属离子进行分离的情况。

由图6—8可见, 这些式子对实际工作有一定的参考意义。至于这些规律能否应用于其他体系, 尚待进一步研究。

参 考 文 献

(1) 柯宁, 离子交换树脂, 科学出版社, 北京, P24, 1958.  
 (2) 范必威等, 兰州大学学报, (4), 110(1981).  
 (3) F.W.E. Strelow, Anal. Chem., 37, 106(1965).  
 (4) 山道武郎, 高速液体クロマトグラフィーの手びき, 幸书房株式会社, 东京, P103, 1975.  
 (5) 刘满仓等, 高等学校化学学报, 1(2), 61(1980).  
 (6) 同(4), P:106.  
 (7) 傅承光等, 分析化学, 9(6), 635(1981).  
 (8) 刘满仓等, J. Liq. Chromatogr., 5(1), 635(1982).  
 (9) M. Haruo, Anal. Chim. Acta, 69, 216(1974).  
 (10) 陈念贻等, 科学通报, (7), 305(1980).  
 (11) 杭州大学化学系, 分析化学手册, 第一分册, 化工出版社, 北京, P. 61, P. 66, 1979.  
 (12) 斯塔克, 华莱士, 化学数据手册, 石油工业出版社, 北京, P.32, 1980.  
 (13) A. Dadone, Chromatographia, 12, 38(1979).

(14) R.M. Cassidy, et al. J. Chromatogr. Sci., 19, 503(1981).

(收稿日期: 1983年10月)

Investigation on Ion Exchange Chromatographic Behaviour of Some Transitional Metal Elements Hu Zhi-de, Liu Man-cang, Liu Xiao-yu, Chemistry Department, Lanzhou University

Based on summarizing predecessor's work, we have pointed out that the difference of the ion exchange chromatographic behaviour of some transitional metal ions is quite small, but could be enlarged to some extent good enough to make it possible to separate the elements chromatographically if suitable complexing agents are used as eluting solutions. When the complexing agents used possess of similar properties, there exist some close relationships among retention values, structure parameters and experimental conditions. the influences of ion potential, screening-loss parameters, complexing effect coefficient, ligand concentration and acidity on distribution coefficient have been quantitatively investigated, five empirical formulas are obtained as follows:

$$\frac{1}{V_R} = a + b \frac{Z}{r} \quad V_R = a + b(\log \alpha_{M(L)})^{-b}$$

$$\frac{1}{\sqrt{V_R}} = a + bR_{\epsilon}^2 \quad \log D = a + bC_L^a$$

$$\log D = a + b(pH)^n$$

用反相高压液相色谱法分离

N-苄氧羰基-L-天门冬氨酰慢心律衍生物的

β-和 α-异构体及非对映异构体

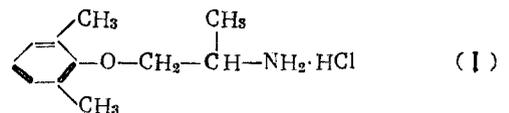
金恒亮 林 垚 叶蕴华 夏 霖\*

寇玉泉\*\* 曹小冬\*\* 李崇熙 邢其毅

(北京大学化学系)

(提要) 本工作是用反相高压液相色谱法分离N-苄氧羰基天门冬氨酰慢心律(学名为N-苄氧羰基-L-天门冬氨酰-dl-1-(2,6-二甲基苯氧基)-2-氨基丙烷)的α-和β-异构体及非对映异构体。用化学键合的十八硅烷为固定相, 用甲醇/水为移动相, 分离的结果符合定性和定量的要求。本方法也可作为鉴定合含有天门冬氨酸肽类的α-和β-异构体的方法。

dl-慢心律 (Mexiletine, 缩写Mexi) 是一种目前广泛用于临床的抗心律失常的药物(1), 其结构式为:



\* 南京药学院教师。  
 \*\* 本校1982年毕业生。



表示其中  $\text{III}_{\alpha\text{-d}}$  与  $\text{III}_{\alpha\text{-l}}$  异构体部分的分离 (图2)。在相同条件下分离  $\text{III}_{\beta\text{-dl}}$  异构体的非对映异构体, 则可得到较满意的分离结果, 分离度在 1.0 以上。

图3是合成后经分离的  $\text{III}_{\beta\text{-l}}$  异构体的色谱图, 它表明了  $\text{III}_{\beta\text{-l}}$  异构体中仍然含有少量的  $\text{III}_{\beta\text{-d}}$  异构体。用内标法 (内标物为乙酰苯胺) 定量结果表明, 用重结晶法精制的两个  $\text{III}_{\beta\text{-d}}$  及  $\text{III}_{\beta\text{-l}}$  非对映异构体中,  $\text{III}_{\beta\text{-d}}$  异构体具有足够的纯度 (图4); 而  $\text{III}_{\beta\text{-l}}$  异构体中  $\text{III}_{\beta\text{-d}}$  的含量为 7.3%。

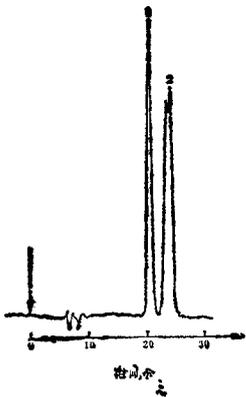


图2  $\text{III}_{\beta\text{-dl}}$  与  $\text{III}_{\alpha3\text{-dl}}$  异构体的色谱图  
操作条件: 柱, 同图1; 移动相, 甲醇/水 (72:28, 体积/体积); 流量, 0.37毫升/分; 检测, UV 268nm, 0.16AUFS。  
色谱峰: 1.  $\text{III}_{\beta\text{-dl}}$  异构体; 2.  $\text{III}_{\alpha\text{-dl}}$  异构体。

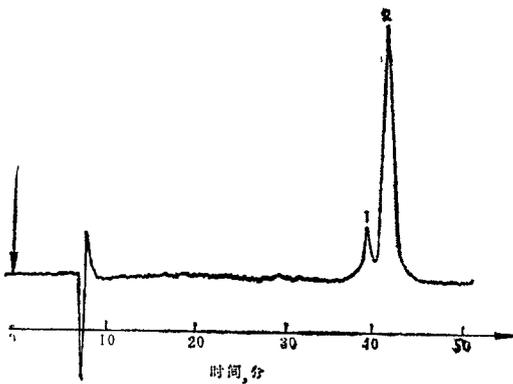


图3  $\text{III}_{\beta\text{-l}}$  异构体的色谱图

操作条件: 柱, 同图1; 移动相, 甲醇/水 (65:35, 体积/体积); 流量, 0.3毫升/分; 检测, UV268nm, 0.08AUFS。  
色谱峰: 1.  $\text{III}_{\beta\text{-d}}$  异构体; 2.  $\text{III}_{\beta\text{-l}}$  异构体。

如果改用乙醇/水 (70:30, 体积/体积) 为移动相, 则  $\text{III}_{\alpha\text{-dl}}$  中的两个非对映异构体  $\text{III}_{\alpha\text{-d}}$  与  $\text{III}_{\alpha\text{-l}}$  也可达到完全分离, 见图5。

用峰高测定法确定  $\text{III}_{\alpha\text{-dl}}$  与  $\text{III}_{\beta\text{-dl}}$  混合

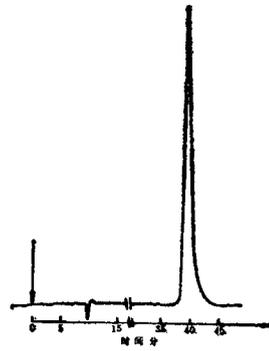


图4  $\text{III}_{\beta\text{-d}}$  异构体的色谱图  
操作条件: 除流量为 0.33毫升/分外, 其它同图3。

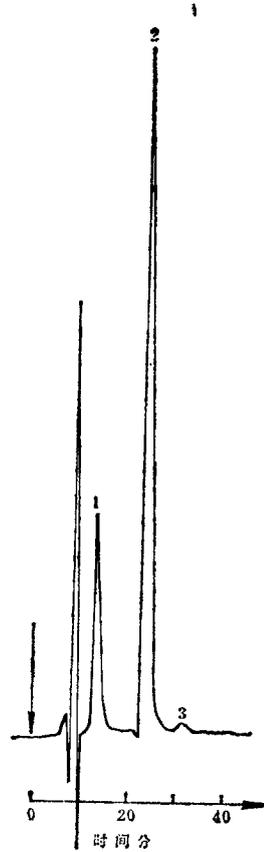


图5  $\text{III}_{\alpha\text{-d}}$  与  $\text{III}_{\alpha\text{-l}}$  非对映异构体分离色谱图

操作条件: 柱, 同图1; 流动相, 乙醇/水 (70:30, 体积/体积); 流量, 0.35毫升/分; 检测, UV 268nm, 0.16AUFS。  
色谱峰: 1.  $\text{III}_{\alpha\text{-d}}$ , 2.  $\text{III}_{\alpha\text{-l}}$ , 3. 杂质。

物中各异构体的含量, 外标法进行定量校正, 结果也是令人满意的。图6和图7分别为  $\text{III}_{\alpha\text{-dl}}$  异构体和  $\text{III}_{\beta\text{-d}}$  异构体标准样品的定量校正曲线, 其含量与峰高呈线性关系, 并且通过原点。

含天门冬氨酸的肽类合成表明, 生成产物中  $\alpha$ - 和  $\beta$ - 异构体的生成量并非相等 (6,7)。而通过保护基的选择及操作条件的控制得到其中一种异构体。在天然含天门冬氨酸的肽及其它具有生理活性的衍生物中, 通常只有

$\alpha$ - 异构体具有较强的生理活性 (7)。故本法对测定合成混合物中  $\alpha$ - 异构体的含量或  $\alpha$ - 异构体的纯度是很有用处的。另外在肽合成中可能会发生消旋作用, 这样形成的肽是非对映异构体。因此本法也可以用来测定在肽

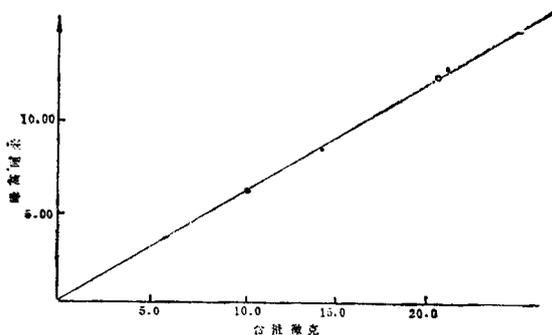


图 6  $\alpha$ -dl 异构体的标准校正曲线(操作条件: 同图 1)  
·—标样点; ·—样品点。

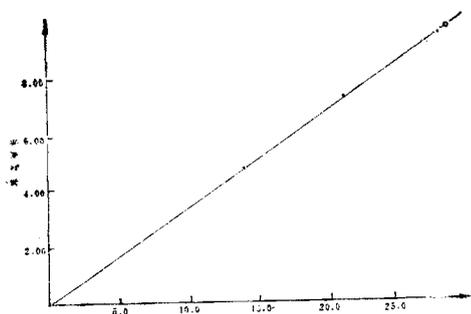


图 7  $\beta$ -d 异构体的标准校正曲线(操作条件: 同图 3)  
·—标样点; ·—样品点。

合成中发生消旋的程度, 这也是很有意义的。

### 参 考 文 献

- [1] 夏霖等, 南京药学院学报, 1, 61(1979).
- [2] Murray Goodman and Franklin, J. Amer. Chem. Soc., 85, 2483 (1963).
- [3] E. Wunsch and A. Zwich Hoppe-seglers, Z. Physiol. Chem., 333, 108(1965).
- [4] Jin Heng-Liang, Lin Yao Li Chong-Xi, Yieh Yuen hwa, Chi Ai-Hsueh, Lu Yong-Jun, Zhao Cheng, Jin Hwa-Zhe Hsing Chi-Yi, Chromatographia, 17, 205 (1983).
- [5] L. R. Snyder, J. Chromatogr. Sci., 10, 200 (1972).
- [6] 季爱雪, 李崇熙, 叶蕴华, 林鑫, 邢其毅等, 中国科学, B辑, 8, 727(1982).
- [7] Hsing Chi-yi et al., "Peptides, synthesis-structure Function", Proceedings of the seventh American Peptide Symposium, D.H.

Rich and E. Gross, Eds., Pierce Chemical Company, Rockford, Illinois, P. 52, 1981.  
(收稿日期: 1983年 8月12日)

Reversed-Phase High Performance Liquid Chromatographic Separation of the  $\alpha$ - and  $\beta$ -Isomers of Aspartyl Mexiletine Derivatives Jin Heng-liang, Lin Yao, Ye Yun-hua, Xia Lin, Kou Yu-quan, Cao Xiao-dong, Li Chong-xi, Xing qi-yi, Department of Chemistry, Peking University

A reversed-phase high performance liquid chromatographic method has been described for the separation of  $\alpha$ - and  $\beta$ -isomers and diastereoisomers of aspartyl mexiletine (dl-1-(2,6-dimethyl phenoxy)-2-amino propane) derivatives. They were separated on a column containing octadecyl silica bonded-phase packing under reversed-phase conditions using methanol-water as mobile phase. The resolution meet the needs of qualitative and quantitative analysis. This method is also suitable for the determination of intermediates in the aspartyl peptide synthesis.

### 学术活动简讯

## 全国首届石油化工色谱学术会议在长沙举行

中国石油学会、石油工业部以及湖南省科委联合举办的第一届石油化工色谱学术报告会, 在中国化学会色谱专业组、岳阳石油化工总厂等单位的支持下, 于1984年9月16日至9月20日在湖南省长沙市举行。

参加会议的有来自全国各地的石油化工专业的研究, 生产单位以及高等院校共一百七十多个单位近 260 名代表。其中, 有全国知名的专家, 还有不少中、青年科技工作者。大家济济一堂, 各抒己

见, 互相学习, 表示愿为振兴中华贡献自己的最大力量。

在会议上报告的119篇论文已编印成“文集”, 这些论文基本上反映了我国当前石油化工领域中色谱科学技术的水平, 很有实用价值。

在开幕式上, 陆婉珍同志致开幕词, 湖南省科委付主任翁辉同志, 省科协顾问戈明同志到会讲了话, 勉励代表们为石油化工色谱技术的发展多做贡献, 湖南省石油学会还为大会寄来了贺信。(穆禾)