

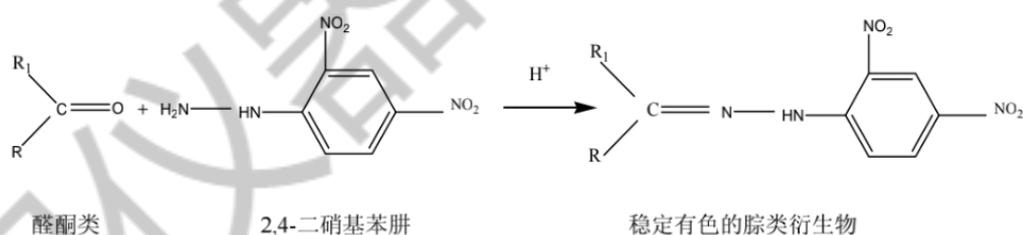
液相色谱分析预处理之衍生化

刘炜

(富美实(上海)化学技术有限公司, 上海 200000)

说起衍生化,想必大家都不陌生。当我们想要用液相色谱测定一个化合物,但是通过实际的测试发现该化合物在紫外或者荧光检测器上没有响应和吸收,或者响应很差,又或者该物质本身就不是很稳定的,在这种情况下没有办法满足我们的测试需求。这时候衍生化技术就要登场了,通过样品的衍生化可以使得我们的被测物转化成能够用原先仪器和条件进行分析的物质。

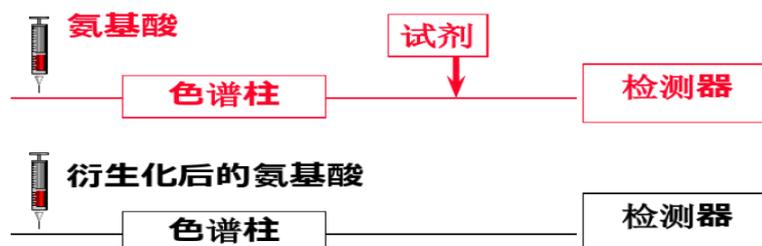
样品经过衍生化后,它的物理和化学性质就会发生改变,原先不稳定的物质会变得稳定,原先的分子结构及极性大小也会随之改变。有些人可能在想,那我以后遇到不能测试的物质是不是都能进行衍生吗?其实不是的,不是所有化合物都能进行衍生的,衍生也是有前提条件的。比如衍生过程中使用的衍生剂必须是稳定的,不然还没等化合物衍生完成,衍生剂就已经失效了。还有在衍生化中,目标物与衍生试剂可能会发生副反应,从而生成一些其它的杂质,这些杂质可能与目标物转化后的物质物理化学性质很相近,色谱上无法实现分离,进而干扰到目标物的测定,这时候选择衍生就不是很明智了,就要采取其它手段,比如更换测试仪器等等。再有衍生反应能正常完成,但是衍生所需要的条件很苛刻,比如对温度,光照,时间,设备等都有很高要求,这些下来做一个衍生反应成本就会很高,这种情况下也不适合采用衍生的方式,因为在实际操作中会很难实现。所以对于衍生反应,我们还是希望它越简单越好,比如通过衍生就加一个发色团或者荧光团,让原先不能被检测器检测到的现在能够检测到。



比较典型一个衍生化反应就是环境空气中用液相测定醛酮类化合物,它所使用的衍生剂是2,4-二硝基苯肼,整个反应很简单,反应时间也很短,反应之前醛酮类化合物会带上一个DNPH发色基团变成腙类化合物,在液相上就会有很好的响应。

氨基酸衍生化方法

- 柱后衍生
- 柱前衍生



衍生化反应按衍生化方法可分为柱前衍生化和柱后衍生化。所谓柱前就是样品在进入色谱柱之前就完成衍生化反应，进入色谱柱的就已经是衍生后的化合物了。而柱后就是原先不能被测定的目标物先进入色谱柱进行分离，然后在其进入检测器之前加入衍生化试剂，在进入检测器之前完成整个反应。

柱前衍生受仪器和反应条件的影响较少，被测物预先就衍生化完成，对于那些衍生时间和温度有特殊要求的物质最适合。而柱后衍生优点是受认为因素干扰少，全程由仪器自己来完成，对人的依赖少，不需要分析人员在预处理方面花费大量时间。但是柱后衍生几乎所有的色谱峰都会发生扩散、展宽，使得方法建立和日常应用变得复杂化。两种衍生化方法都各有优缺点，具体使用哪一种还需要结合实际情况来进行选择。