

Проверка идентичности

При установлении подлинности олигопептидов путем сравнения спектра испытуемого образца со спектром стандартного образца или с опубликованным стандартным спектром пики в 2 спектрах должны совпадать по положению, интегральной интенсивности и мультиплетности (см. ОФС 1.2.1.1.0007.15). Характеристические сигналы, уникальные для каждой аминокислоты, должны быть охарактеризованы определёнными химическими сдвигами с соответствующими доверительными интервалами, приведенными в частной фармакопейной статье.

При установлении подлинности полипептидов используют одномерные спектры ^1H целиком, как «отпечатки пальца» объекта, без детализации значений химических сдвигов и мультиплетности отдельных сигналов. Рекомендуется проводить сравнение нормированных интегральных интенсивностей характеристичных областей спектров ^1H испытуемого и стандартного образцов, содержащих сигналы определенных аминокислотных функциональных групп. Например, сигналы протонов метильных групп алифатических остатков находятся в интервале $0,9 \div 1,5$ м.д., области сигналов остальных протонов алифатических боковых цепей – $1,5 \div 3,5$ м.д., протонов $\alpha\text{-CH}$ – $3,5 \div 4,5$ м.д., ароматических протонов, протонов пептидных групп – $6,7 \div 9,0$ м.д. Характеристическая область протона имидазола в гистидине $8,0 \div 9,2$ м.д., NH-индольного протона триптофана $9,0 \div 11,0$ м.д. Области спектра, содержащие сигналы остаточных органических растворителей, не учитывают при проведении нормированного интегрирования. Доверительные интервалы нормированных интегральных интенсивностей характеристичных областей спектров ^1H приводят в частной фармакопейной статье.

Установление подлинности олигопептидов при отсутствии стандартных образцов включает в себя идентификацию аминокислот и определение аминокислотной последовательности в пептидной цепи. Идентификацию аминокислот проводят в 3 этапа: