

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ МЕТОДА ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ КОНТРОЛЯ ЗА ХОДОМ СИНТЕЗА 4,7-ДИЗАМЕЩЕННЫХ ХИНОЛИН-2-КАРБОНОВЫХ КИСЛОТ

Жданова А.В., Дюсенов А.И., Кунавина Е.А.

ФГБОУ ВО «Оренбургский государственный университет», г. Оренбург

Метод тонкослойной хроматографии (ТСХ) является наиболее перспективным методом качественной и полуколичественной оценки состава образца. Он отличается простотой, высокой экономичностью и универсальностью.

ТСХ является разновидностью жидкостной планарной хроматографии, в которой подвижная фаза движется в пористой среде плоского слоя сорбента под действием капиллярных сил. Метод основан на том, что разделяемые вещества по-разному распределяются между сорбирующим слоем и протекающим через него элюентом, вследствие чего расстояние, на которое эти вещества смещаются по слою за одно и то же время, различается. Данный метод широко используется для анализа всех классов химических соединений в науке, промышленности, медицине, фармации, в контроле загрязнений окружающей среды. С помощью метода ТСХ можно получить важную информацию о составе реакционной смеси при протекании синтеза органических соединений [1, 2].

С целью получения новых потенциально значимых представителей ряда 4,7-дизамещенных хинолин-2-карбоновых кислот [3-5] нами осуществлена трехкомпонентная конденсация эквимольных количеств алкил(арил)метилкетонов с диэтилоксалатом и *m*-фенилендиамином в среде уксусной кислоты при нагревании (Рисунок 1).

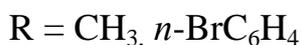
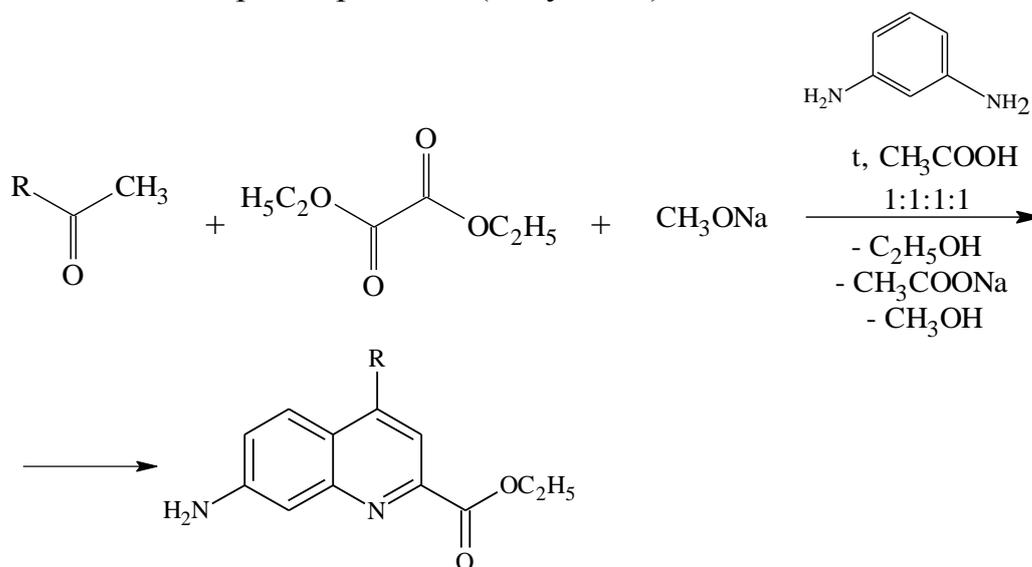
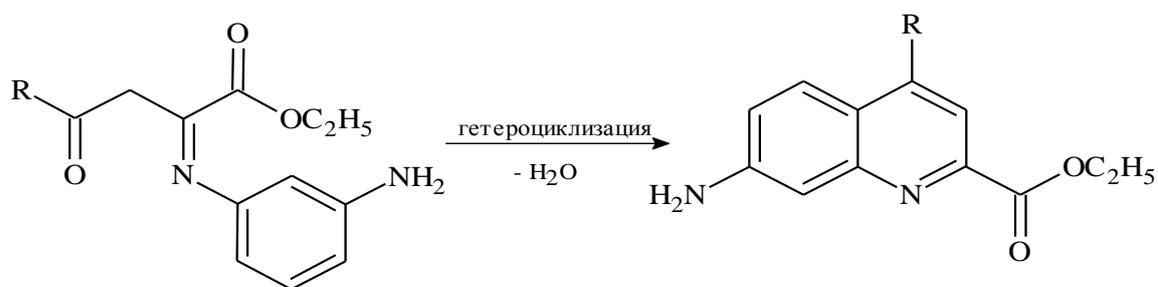
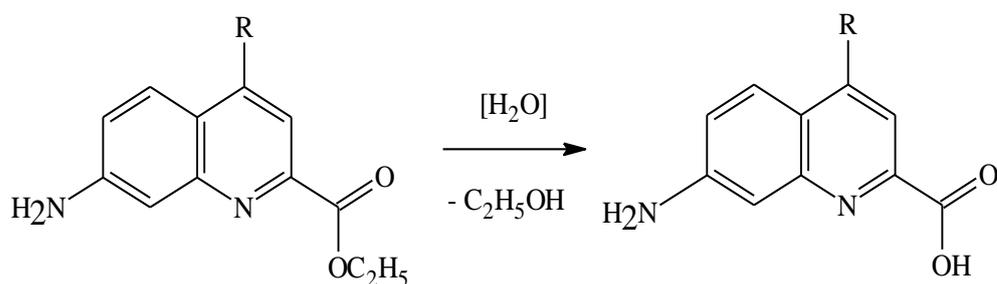


Рисунок 1 – Схема синтеза 7-амино-4-алкил(арил)хинолин-2-карбоновых кислот



4) гидролиз сложного эфира до карбоновой кислоты:



С помощью метода ТСХ контролировали ход синтеза 4,7-дизамещенных хинолин-2-карбоновых кислот и чистоту соединений в присутствии двух свидетелей: *m*-фенилендиамина как исходного вещества и натриевого производного как промежуточного продукта.

Для проведения анализа использовали ТСХ пластины Sorbfil UV-254. Подбор растворителей, выполняющих роль подвижной фазы, осуществляли таким образом, чтобы их смесь удовлетворяла наиболее эффективному разделению веществ. Анализ проводили через каждые 2 часа кипячения реакционной смеси. На ТСХ пластину наносили равные количества вещества из реакционной смеси после 2, 4, 6, 8 и 10 часов кипячения и помещали в хроматографическую камеру для разделения веществ. Хроматографические зоны детектировали парами йода. Разделенные на хроматограмме зоны веществ дополнительно выявляли рассмотрением пластинок в УФ-свете (Mercury 134). Данные хроматографических исследований представлены на рисунках 2 и 3.

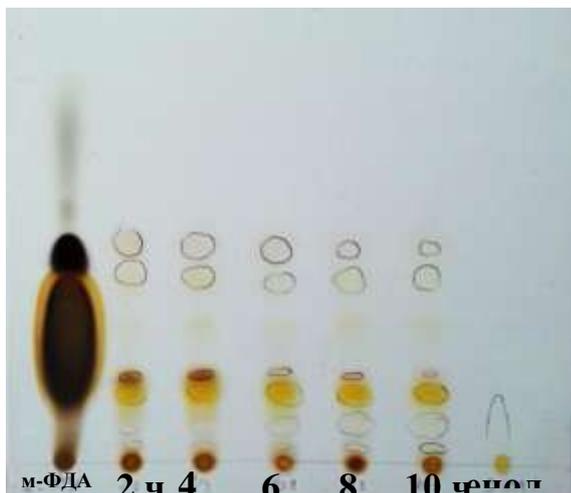


Рисунок 2 – Контроль синтеза 7-амино-4-метилхинолин-2-карбоновой кислоты с помощью метода ТСХ (после визуализации зон)

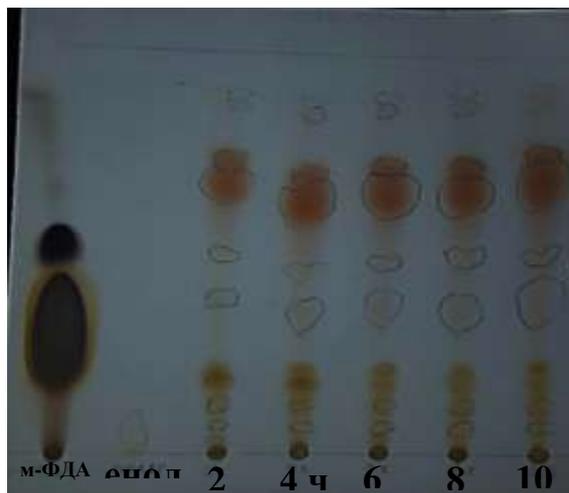


Рисунок 3 – Контроль синтеза 7-амино-4-(4-бромфенил)-хинолин-2-карбоновой кислоты с помощью метода ТСХ (после визуализации зон)

На ТСХ было обнаружено несколько новых пятен, что свидетельствует о том, что в системе образовалось новое вещество – предполагаемый продукт, и промежуточные вещества. Причем с увеличением времени синтеза замечено, что концентрация продукта в системе увеличивается.

После очистки целевых хинолин-2-карбоновых кислот кипячением в 95 %-ном этаноле и проведением контрольной ТСХ на пластине визуализируются зоны, указывающие на индивидуальность соединений.

Таким образом, из экспериментальных исследований следует, что метод ТСХ по абсолютной чувствительности и возможности идентификации веществ в сложных смесях превосходит многие известные методы и удобен при осуществлении контроля синтеза многих органических веществ, включая 7-амино-4-алкил(арил)хинолин-2-карбоновые кислоты.

Список литературы

1. Гейсс, Ф. Основы тонкослойной хроматографии / Под ред. В. Г. Березкина. – М.: Химия, 1999. – 311 с.
2. Березкин, В. Г. Количественная тонкослойная хроматография / В. Г. Березкин, А. С. Бочков. – М.: Наука, 1980. – 183 с.
3. Джоуль Дж., Миллс К, Химия гетероциклических соединений, 2-е переработан. изд. / Пер. с англ. Ф.В. Зайцевой и А.В. Карчава. – М.: Мир, 2004. – 728 с.
4. Козьминых, В. О., Гончаров В. И., Кириллова Е. А., Голоцван А. В., Трехкомпонентная тандемная гетероциклизация ацетофенона с диэтилоксалатом и м-аминофенолом – новый метод получения 7-гидрокси-4-фенилхинолин-2-карбоновой кислоты / В. О. Козьминых, В. И. Гончаров, Е. А. Кириллова, А. В. Голоцван // Вестн. Оренбург. гос. ун-та. Оренбург. - 2008. - Вып. 1. – С. 101-107.
5. Кириллова, Е. А. Трехкомпонентная гетероциклизация метилкетонов с диэтилоксалатом и ароматическими аминами – новый метод получения хинолин-2-карбоновых кислот / Е. А. Кириллова, А. В. Голоцван, В. О. Козьминых, В.И. Гончаров // Материалы Международной конференции «Новые направления в химии гетероциклических соединений». – Кисловодск. – 2009. – С. 340.

