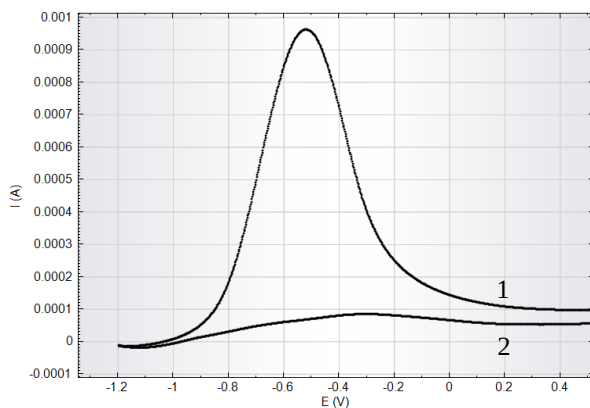




Анодная вольтамперограмма аминированных НЧ Fe_3O_4 , зарегистрированная с использованием Pt электрода (1); фон: раствор LiClO_4 в CH_3CN (2). Концентрация НЧ в исходной суспензии 0.4 г/л. Предварительное восстановление при 2.5 В в течение 60 с

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект 14-03-01017-А) и стипендии Президента Российской Федерации.

ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ АКРИДОНОВ И ИХ ПРОИЗВОДНЫХ

Грехнева Е.В., Кудрявцева Т.Н., Денисова Е.А.

Курский государственный университет
305000, г. Курск, ул. Радищева, д. 33

Многие производные акридонкарбоновых кислот (акридонуксусной кислоты, 4-карбоксиакридона и др.) обладают целым рядом полезных фармакологических свойств и исследуются в качестве фармакологических препаратов [1], поэтому к чистоте таких соединений предъявляются повышенные требования. При этом производные акридонкарбоновых кислот могут подвергаться деструкции при хранении, а также содержать примеси исходных соединений и побочных продуктов вследствие того, что синтез осуществляется в несколько стадий. Поэтому возникает проблема контроля качества, как сырья, так и готовой продукции. Для этих целей возможно использование хроматографических методов, а именно газо-жидкостной (ГЖХ) и высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Однако некоторые производные акридонкарбоновых кислот могут подвергаться термодеструкции и, следова-

тельно использование ГЖХ для таких соединений является неприемлемым. Некоторые производные могут гидролизаться в компонентах элюента при использовании ВЭЖХ. В связи с этим задача разработки оптимального хроматографического метода, подходящего для анализа производных акридонкарбоновых кислот является актуальной [2].

В качестве модели для выбора оптимального метода анализа нами проведено последовательное получение этил-2-(2-хлоро-9-оксоакридин-10(9H)-ил)ацетата. Первоначально по реакции Ульмана – конденсацией о-хлорбензойной кислоты и 4-хлоранилина была синтезирована 4'-хлорфенилантраниловая кислота. Затем была проведена ее циклизация в среде концентрированной серной кислоты при 90-100 °С. Полученный 2-хлоракридон алкилировали бутиловым эфиром монохлоруксусной кислоты в среде ДМФА при нагревании. Для очистки от примеси исходного акридона полученный бутиловый эфир был омылен 5%-м раствором гидроксида натрия. После подкисления лимонной кислотой была выделена 2-хлоракридонуксусная кислота, которую в дальнейшем этерифицировали этанолом традиционным способом.

Продукты каждой стадии синтеза анализировались методами ГЖХ (хроматограф «Кристалл 2000», детектор электронного захвата, газ-элюент - азот) и ЖХ (хроматограф Милихром А-02). На данном этапе исследований наиболее достоверные и воспроизводимые результаты получены методом жидкостной хроматографии. Анализ проводили на колонке ProntoSIL-120-5-C18 AQ DB-2003, размер: 2.0x75 мм, номер: 2154, зерно: 5.0 мкм. В качестве подвижной фазы использовали смесь [4М LiClO₄+0.1М HClO₄]:H₂O=1:20, ацетонитрил. Скорость подачи: 100.00 мкл/мин, температура: 40.0 °С, давление: 2.2 МПа.

1. Кудрявцева Т.Н., Богатырев К.В., Сысоев П.И. и др. Синтез и исследование антибактериальной активности некоторых производных фторзамещенных акридонов // Фторные заметки. 2013. № 2. С. 87.

2. Грехнева Е.В., Кудрявцева Т.Н., Чаплыгин Д.А. и др. Количественный анализ 4-карбоксиакридона хроматографическими методами // Актуальные проблемы химии, химической технологии и химического образования: сб. докл. всерос. науч.-практ. конф. с междунар. участием, посвящ. 60-летию образования кафедры химии КГУ, г. Курск, 22–24 дек. 2015 г. Курск, 2015. 162 с.