



Национальный  
исследовательский  
**Томский  
Государственный  
университет**



**ЛАБОРАТОРИЯ  
ОРГАНИЧЕСКОГО  
СИНТЕЗА**  
ТОМСКОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИВЕРСИТЕТА

Химический  
факультет

# ИССЛЕДОВАНИЕ N-МЕТИЛОЛЬНЫХ ПРОИЗВОДНЫХ АЛЛАНТОИНА МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Татаренко Ольга, 5 курс

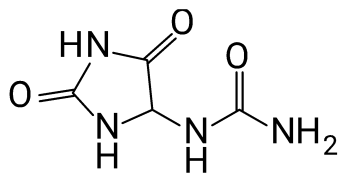
Научные руководители: профессор, д.х.н. Бакибаев А.А.

доцент, к.х.н. Мальков В.С.

аспирант, м.н.с. Тугульдурова В.П.

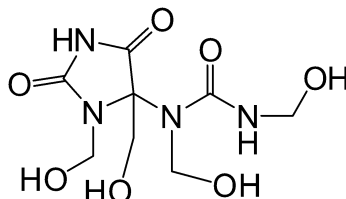
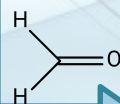
Томск 2017 г.

# Актуальность



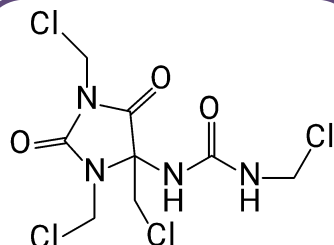
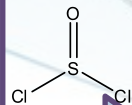
## Аллантоин

- Косметология
- Медицина
- Сельское хозяйство



## Диазолидинилмочевин

- а
- Косметология
- Медицина



## Хлорметильное производное аллантаина

1-(хлорметил)-3-(1,3,4-трис (хлорметил)-2,5-диоксоимидазолидин-4-ил)мочевина

- [1] Doi, T. Kajimura K. , Taguchi S., The different decomposition properties of diazolidinyl urea in cosmetics and patch test materials // Contact Dermatitis. 2011.Vol .65. P. 81-91.  
[2] Liebert, M. A. Final Report on the Safety Assessment of Diazolidinyl Urea // International Journal of Toxicology . 1990. Vol. 9(2). P. 229-245.  
[3] Thornfeldt , C. Cosmeceuticals containing herbs: fact, fiction, and future // Dermatol Surg. 2005. Vol. 31. P. 873-880.  
[4] Патент РФ 2178290, опубл. 2002.  
[5] Патент Германия 4137544, опубл. 1993.

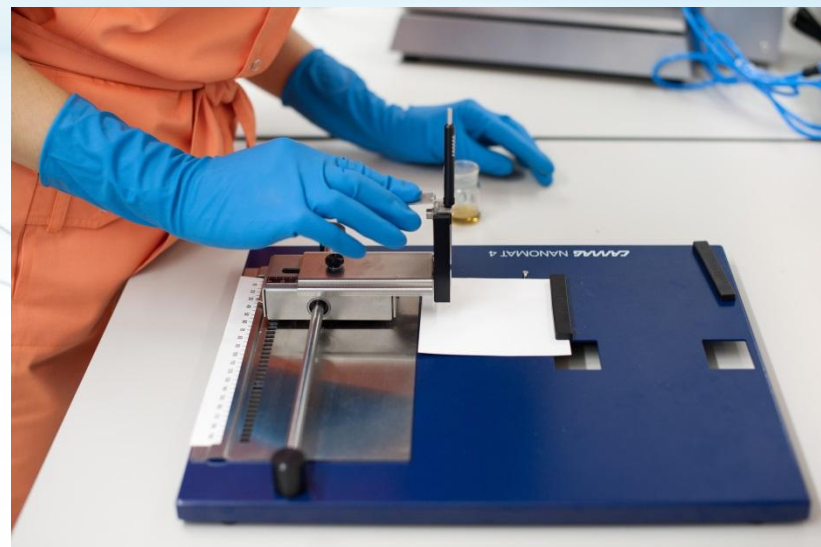
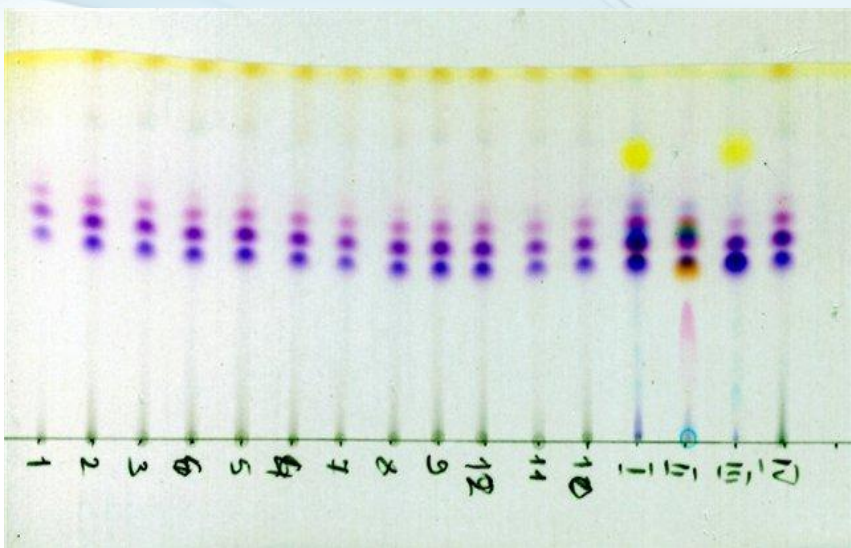
# Достоинства и недостатки метода ТСХ

## Достоинства

1. Экспрессность
2. Доступность
3. Дешёвое оборудование
4. Наглядность и информативность

## Недостатки

1. Трудоемкость
2. Использование токсичных растворителей





# Цель и задачи

Цель – разработка метода контроля синтеза хлорметильных производных аллантаина путем детектирования диазолидинилмочевины методом тонкослойной хроматографии.

Задачи:

- Анализ литературных данных в области ТСХ для гетероциклических азотсодержащих соединений
- Подбор детектирующего агента
- Подбор элюирующей системы
- Подбор условий хроматографирования

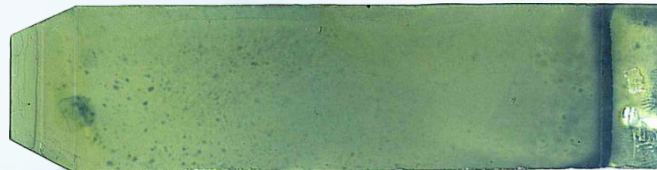


# Методики ТСХ для гетероциклических соединений

## Методика ТСХ бикарэта

Элюирующая система: ацетон – хлороформ (1:2)

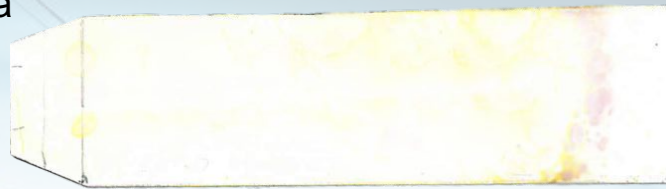
Проявитель: 10% раствор ФМК



## Методика ТСХ аллантаина

Элюирующая система: ледяная уксусная кислота – вода – бутанол (15:25:60)

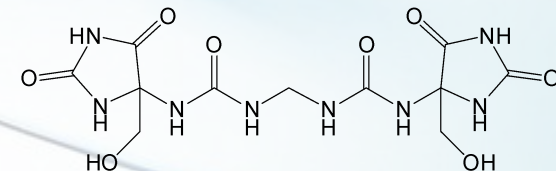
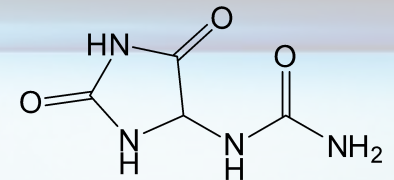
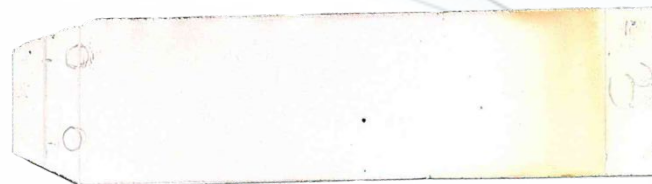
Проявитель: Реактив Эрлиха



## Методика ТСХ имидазолидинилмочевины

Элюирующая система: хлороформ – метанол – уксусная кислота – вода (5:3:1:1)

Проявитель: Раствор нингидрина



[7] British Pharmacopoeia (BP), 2013.

[8] Казанцева, О.Н. Химико-фармацевтическое и фармакокинетическое исследование нового биологически активного психотропного вещества 2,4,6,8-тетраэтил-2,4,6,8 – тетраазобикарета/3,3,0/октандиона-3,7/ бикарэта/: автореферат диссертации на соискание ученой степени канд. фарм. наук: 15.00.02/ Казанцева Ольга Николаевна.- Уфа, 1992. – С. 7.

[9] RYDER D. S. , The thin layer chromatographic detection and determination of an imidazolidinyl urea β preservaue // J. Soc. Cosmet. Chem. 1974. Vol. 25. P. 535–544.

# Универсальные проявители для ТСХ

Раствор 2,4-динитрофенилгидразина  
в HCl 2M



1% раствор FeCl<sub>3</sub>



Раствор K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> в конц. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>



Реактив Несслера



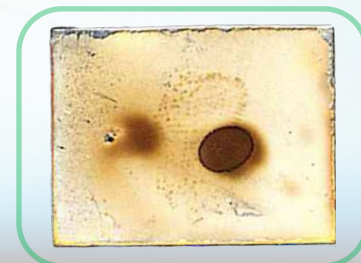
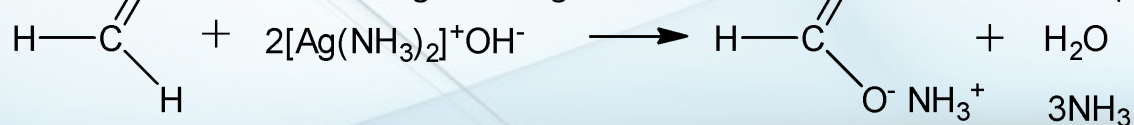


# Подбор специфического проявителя

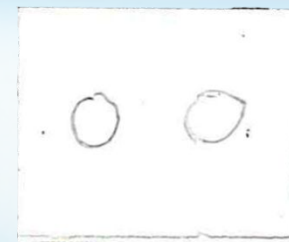
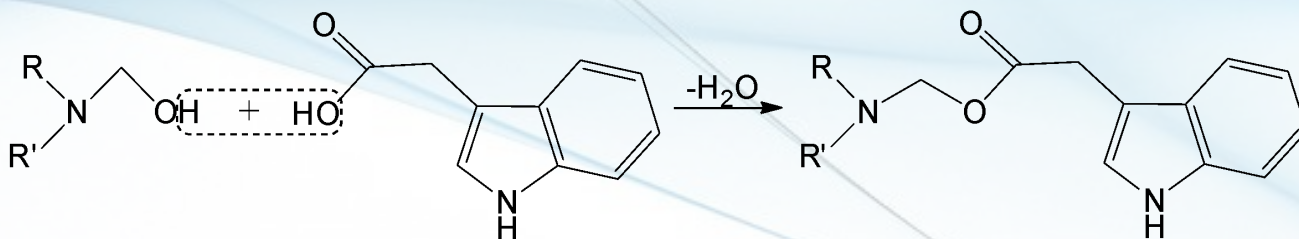
Реакция на пластине:

Результат:

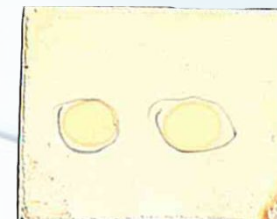
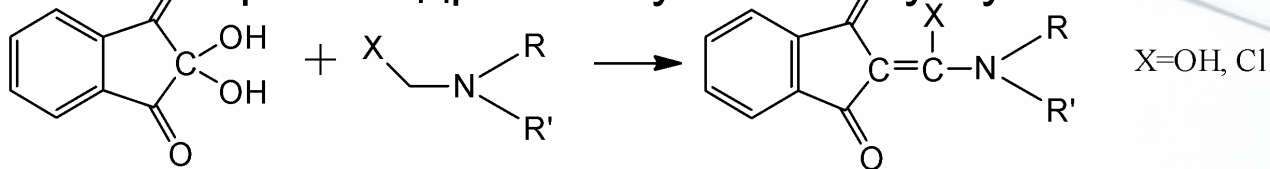
1. Раствор  $\text{AgNO}_3$  в  $\text{NH}_3$  (Реактив Толленса)  $\text{Ag} \downarrow$



2. Раствор  $\beta$ -индолилуксусной кислоты в  $\text{HCl}$  (УФ 366 нм)



3. Раствор нингидрина в бутаноле и уксусной кислоте

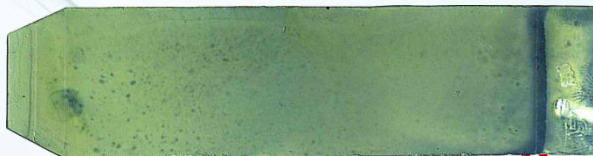


# Проверка выбранных методик

## Методика ТСХ бикарэта

Элюирующая система: ацетон – хлороформ (1:2)

Проявитель : 10% раствор ФМК



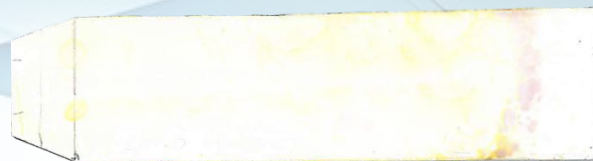
Реактив Толленса



## Методика ТСХ аллантаина

Элюирующая система: ледяная уксусная кислота – вода – бутанол (15:25:60)

Проявитель : Реактив Эрлиха



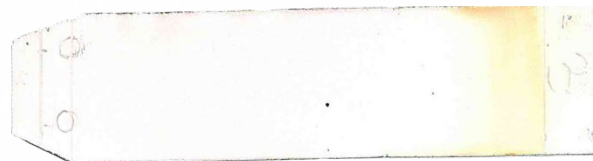
Реактив Толленса



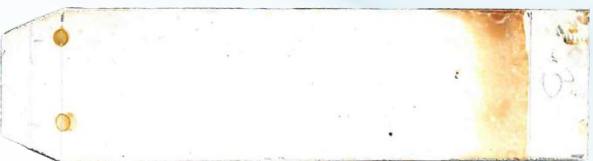
## Методика ТСХ имидазолидинилмочевины

Элюирующая система: хлороформ – метанол – уксусная кислота – вода (5:3:1:1)

Проявитель : Раствор нингидрина



Реактив Толленса



[7] British Pharmacopoeia (BP), 2013.

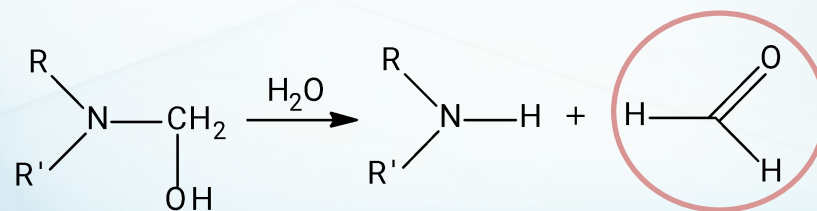
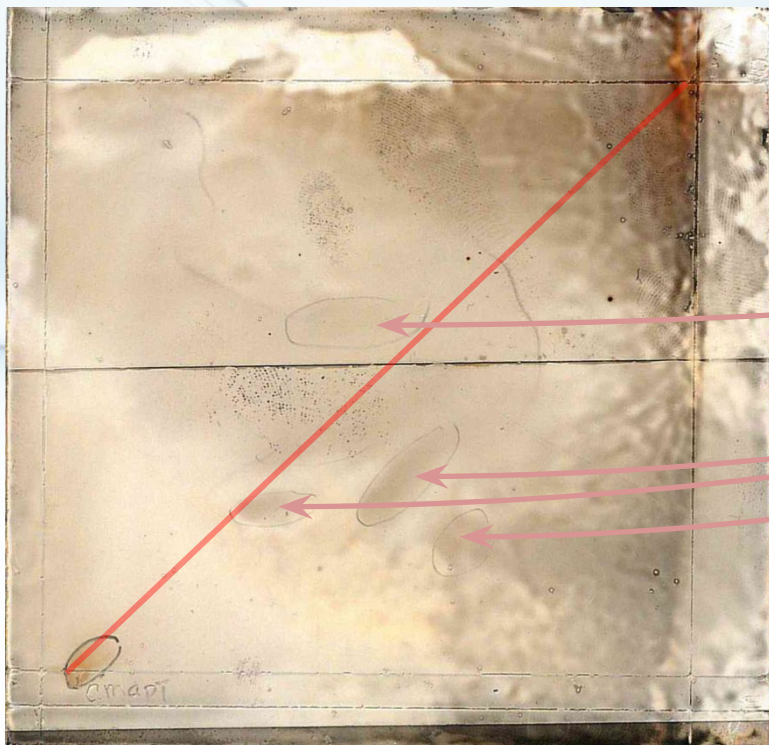
[8] Казанцева, О.Н. Химико-фармацевтическое и фармакокинетическое исследование нового биологически активного психотропного вещества 2,4,6,8-тетразил-2,4,6,8 – тетраазобизцикло/3,3,0/октандиона-3,7/ бикарэта/: автореферат диссертации на соискание ученой степени канд. фарм. наук: 15.00,.2/ Казанцева Ольга Николаевна.- Уфа, 1992. – С. 7.

[9] RYDER, D. S. The thin layer chromatographic detection and determination of an imidazolidinyl urea  $\beta$  preservative // J. Soc. Cosmet. Chem. 1974. Vol. 25. P. 535–544.



# Двумерная хроматография

Элюирующая система: бутанол – вода – ледяная уксусная кислота (15:25:60)  
Проявитель : Реактив Толленса



# Подбор элюента

Элюирующая система	Увеличение полярности ↓
Гексан–этилацетат	
Гексан–ацетонитрил	
Хлористый метилен– уксусная кислота	
ТГФ–ДМФА	
Ацетонитрил–метанол	
Ацетон–метанол	
Этилацетат–уксусная кислота	
ДМСО–ацетон	
ИПС–уксусная кислота–вода	
Метанол–уксусная кислота	

# Выбранные элюирующие системы



Ацетон-метанол-ЛУК



Ацетонитрил-метанол-ЛУК

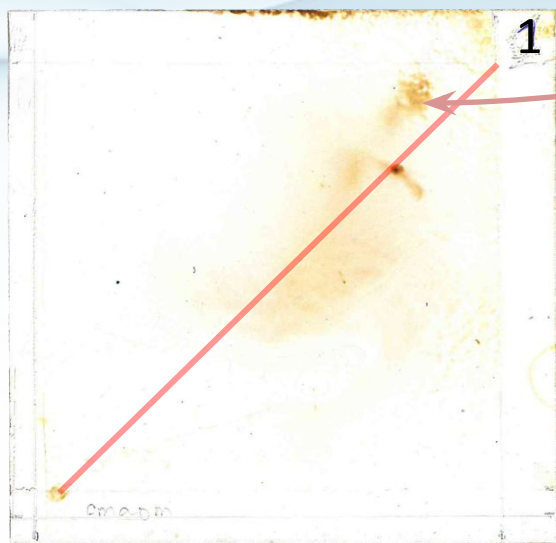
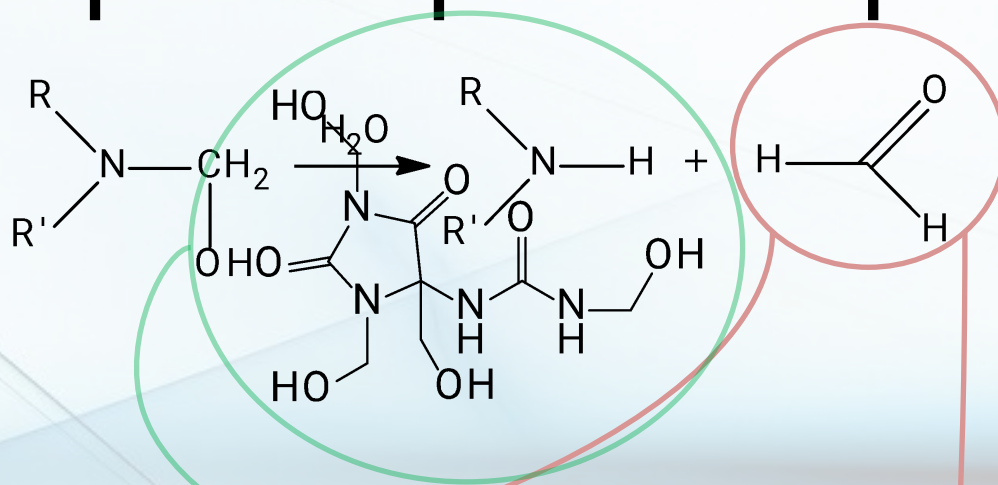


ТГФ-ДМФА-ЛУК

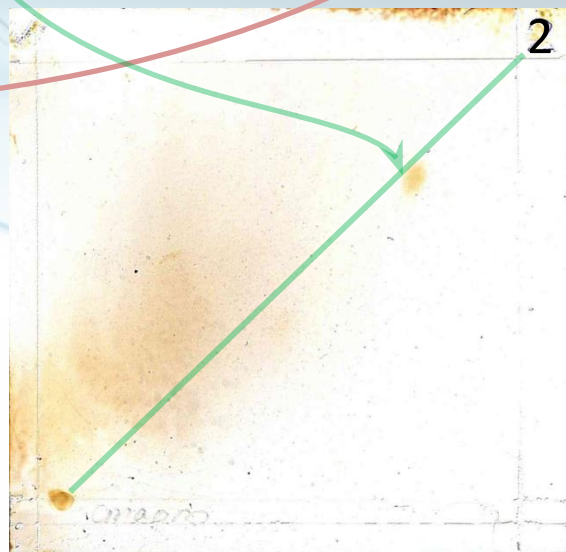
Проявитель: реактив  
Толленса



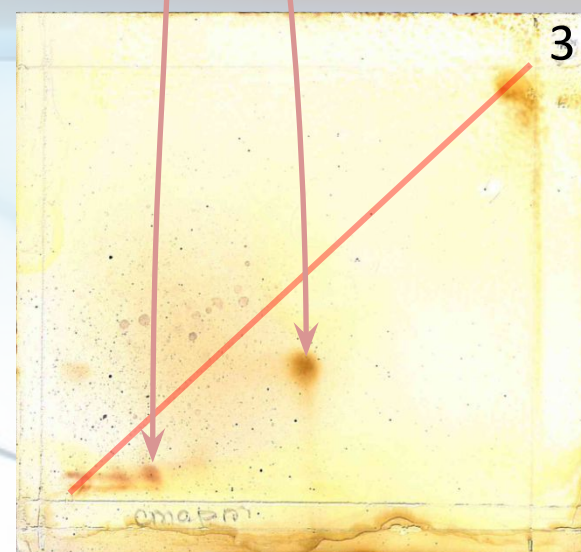
# Двумерная хроматография



**Ацетон**-метанол-ЛУК(7:2:0,5)



**Ацетонитрил**-метанол-ЛУК(7:2:0,5)



**ТФ**-ДМФА-ЛУК(7:2:0,5)

# Выводы

1. Проведен анализ литературных данных о применении ТСХ;
2. Подобрана хроматографическая система для анализа диазолидинилмочевины – ацетонитрил-метанол-ЛУК ;
3. Подобран проявитель – реактив Толленса.
4. Обнаружен факт гидролиза диазолидинилмочевины на кислом силикагеле при использовании некоторых элюентов.

A rack of test tubes in various colors (pink, yellow, blue) is shown. The text "Спасибо за внимание!" is overlaid in the center.

**Спасибо за  
внимание!**