

О. Я. Смірнова, І. П. Полюжин, Й. Й. Ятчишин
Національний університет “Львівська політехніка”,
кафедра аналітичної хімії

НОРМАЛЬНОФАЗОВА ТОНКОШАРОВА ХРОМАТОГРАФІЯ ДЛЯ ЦИКЛІЧНИХ ПОХІДНИХ З-ХЛОРО-1,4-НАФТОХІНОНУ

© Смірнова О. Я., Полюжин І. П., Ятчишин Й. Й., 2018

Досліджено хроматографічні характеристики семи циклічних похідних 3-хлоро-1,4-нафтохінону в умовах нормальнофазової тонкошарової хроматографії для бінарного елюента на основі бензолу і таких підсилювальних полярних розчинників, як хлороформ, ацетон, ацетонітрил, метанол і пропан-2-ол. Нахил лінійних залежностей утримування досліджених сполук від концентрації полярного компонента в елюенті задовільно корелює з площею, яку займає адсорбована молекула солюту на нерухомій фазі. Відгинок у рівнянні Сочевінського залежить від полярного компонента рухомої фази.

Ключові слова: тонкошарова хроматографія; нафтохіон-1,4; циклічні похідні; склад елюента; рівняння Сочевінського.

O. Ya. Smirnova, I. P. Polyuzhyn, Yo. Yo. Yatchyshyn

NORMAL PHASE THIN LAYER CHROMATOGRAPHY FOR CYCLIC DERIVATIVES OF 3-CHLORO-1,4-NAPHTHOQUINONE

© Smirnova O. Ya., Polyuzhyn I. P., Yatchyshyn Yo. Yo., 2018

The chromatographic characteristics were investigated for seven cyclic derivatives of 3-chloro-1,4-naphthoquinone under conditions of normal-phase thin-layer chromatography for benzene-based binary eluent and such enhancing polar solvents as chloroform, acetone, acetonitrile, methanol and propan-2-ol. The slope of linear retention dependencies for the investigated compounds on the concentration of the polar component in the eluent satisfactorily correlates with the area occupied by the adsorbed solute molecule in the stationary phase. The intercept in the Soczewinski equation depends on the polar component of the mobile phase.

Key words: thin-layer chromatography; naphthoquinone-1,4; cyclic derivatives; composition of the eluent; Soczewinski equation.

Постановка проблеми. Аміновмісні похідні 3-хлоро-1,4-нафтохінону проявляють певні види біологічної активності, зокрема антибактеріальну, протигрибкову, а також хелатоуттворювальку дію для транспортування мікроелементів [1, 2], що зумовлено наявністю у структурі хіоїдного фрагмента та відповідних замісників, а також амінокислотні похідні 2-хлоро-1,4-нафтохінону, що належать до малотоксичних сполук [3]. Модифікація 2,3-дихлоро-1,4-нафтохінону аміновмісними сполуками на реакції нуклеофільного заміщення одного з атомів хлору на R-амінний фрагмент описана у [4]. Синтез і дослідження біологічної активності похідних 1,4-нафтохінону продовжуються. Зокрема досліджується протипухлинна активність різних похідних 1,4-нафтохінону [5–7].

Хоча в багатьох роботах, навіть сучасних, як, наприклад [8], які стосуються синтезу похідних 3-хлоро-1,4-нафтохінону, повідомляється, що використовувалось тонкошарова

хроматографія (ТШХ) для контролю закінчення реакції, однак не наведено умов ТШХ та результатів розділення. Можна знайти окремі дані з ТШХ, де використовували елюент постійного складу, зокрема в [9], де взаємодіє 2-N-амінокислотних похідних 3-хлор-1,4-нафтохіону з D-(+)-глюкозоаміном отримано D-(+)-глюкозиламонійні солі 2-N-R-3-хлоро-1,4-нафтохіону і вивчено їх фізико-хімічні властивості та біоактивність, для синтезованих солей наводяться величини R_f . в системі пропан-2-ол:оцтова кислота:вода = 2:2:1 та використанням ТШХ пластиночок “Silufol UV-254” і “Merk kieselgel 60 F254”. Величини R_f для цих солей знаходяться у межах 0,62–0,79, що вказує на певне нівелювання різниці сорбційних властивостей цих сполук в умовах застосування високополярного елюента (по 40 % пропан-2-олу та оцтової кислоти). Добавка води (20 % об.) у цьому елюенті може приводити до часткового гідролізу солей, які дослідженні в [8], оскільки вони утворені катіоном та аніоном слабких електролітів.

У [10, 11] узагальнено вплив складу елюента на утримування деяких похідних 1,4-нафтохіону в умовах обернено-фазової високоефективної рідинної хроматографії (ОФ-ВЕРХ) з метанольним та ацетонігрильним елюентами, що для забезпечення належної полярності елюента міслять воду (10–60 % об.). Альтернативою до ОФ-ВЕРХ може бути застосування прямофазової (нормальнофазової) хроматографії (НФХ), де елюент не містить води. Зокрема ТШХ є простим способом, який часто використовується для попередніх досліджень розділення сполук. У літературі відсутні дані систематичних досліджень з ТШХ таких сполук, як циклічні похідні 3-хлор-1,4-нафтохіону.

Аналіз останніх досліджень і публікацій. У розділі, де розглядається похідним 1,4-нафтохіону, атласу [12] з ТШХ для екстрактів лікарських рослин пропонуються два елюенти такого складу: 1) толуол : метанова кислота=99:1 для нафтохіонового аглікону; 2) етил ацетат : метанова кислота : льодяна оцтова кислота:вода=100:11:11:26 для глікозидів. Величини R_f з першим елюентом : плюмбагін (plumbagin, 1-метил-5-гідрокси-1,4-нафтохіон) та 7-метил-юглон (7-methyljuglone) – 0,45; юглон (5-гідрокси-1,4-нафтохіон) – 0,4; дрозерон (droserone, (1-метил-3,5-дигідрокси-1,4-нафтохіон) – 0,35. Отже, зміна положення метильної групи з елюентом №1 не впливає на утримування тоді, як поява в структурі полярної гідроокисельної групи зменшує R_f .

У [13], де розглядається синтез похідних 2-аміно-1,4-нафтохіонів (бензо- та нафто-хіонів) з N-захищеними (Boc - tert-butyloxycarbonyl, CBz - Carboxybenzyl) амінокислотами, використовували два хроматографічні методи: 1) ОФ-ВЕРХ з ізократичним елююванням – метанол : вода=70:30 (колонка SGX C18-7мкм, довжина – 20 см, діаметр – 4,6 мм); 2) нормальнофазова ТШХ. Для ТШХ використовували два елюенти: 1) хлороформ : метанол:оцтова кислота=55:40:5; 2) хлороформ : метанол=95:5. З табл. 1, де зроблено підсумок величин R_f для сполук, які були дослідженні у [13], бачимо відсутність значної кількості даних у цьому випадку. Зауважимо, що для елюента №1 поява групи $-CH_2-OH$, яка повинна сприяти сорбції речовини, навпаки, збільшує R_f від 0,46 до 0,50. На елюенті №2 безохідні сполуки (4) та (5) не розділяються, тоді як для аналогічних нафтохіонідних сполук (9) та (10) спостерігається добре розділення, що можна пояснити різницею у захисних групах Boc та CBz.

Таблиця 1
Величини R_f для похідних 2-аміно-1,4-нафтохіонів з N-захищеними амінокислотами [13]

№ з/п	Речовина	$R_f(1)$	$R_f(2)$	R-фрагмент
1	2-аміно-1,4-бензохіон	0,91	0,28	-
2	N-Boc-гліцил-(2-аміно-1,4-бензохіон)-амід	-	-	-H
3	N-Boc-серил-(2-аміно-1,4-бензохіон)-амід	-	0,45	-CH ₂ -OH
4	N-Boc-проліл-(2-аміно-1,4-бензохіон)-амід	-	0,57	-(CH ₂) ₃ -
5	N-Boc-тирозил-(2-аміно-1,4-бензохіон)-амід	-	0,57	-CH ₂ -C ₆ H ₄ -OH
6	2-аміно-1,4-нафтохіон	-	0,36	-
7	N-Boc-гліцил-(2-аміно-1,4-нафтохіон)-амід	0,46	-	-H
8	N-Boc-серил-(2-аміно-1,4-нафтохіон)-амід	0,50	-	-CH ₂ -OH
9	N-Boc-проліл-(2-аміно-1,4-нафтохіон)-амід	-	0,62	-(CH ₂) ₃ -
10	N-CBz-тирозил-(2-аміно-1,4-нафтохіон)-амід	-	0,30	-CH ₂ -C ₆ H ₄ -OH

В [14], що стосується ТШХ для чотирьох похідних алканіну (alkannin, 5,8-дигідрокси-2-[*(1S)*-1-гідрокси-4-метил-пент-3-ен-1-ил]-нафталін-1,4-діон), застосовано трикомпонентну рухому фазу – н-гексан : етилацетат : оцтова кислота=100:15:1 і отримано такі R_f 0,38, 0,43 та 0,62. У монографії [15] розділ 29 розглядає ТШХ хінодних похідних, де зібрано тільки коротку інформацію про розділення різними варіантами, однак там відсутнє узагальнення утримування.

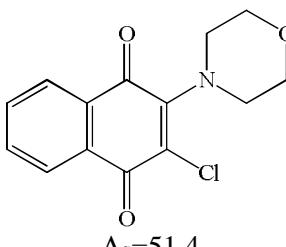
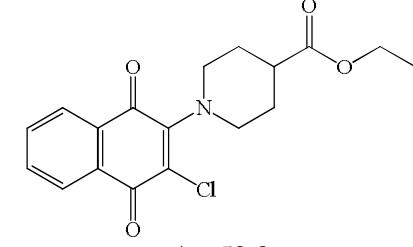
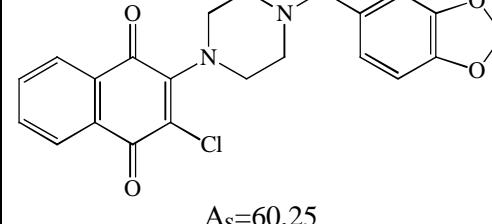
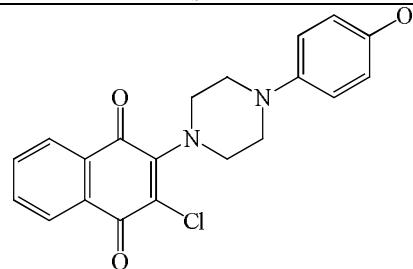
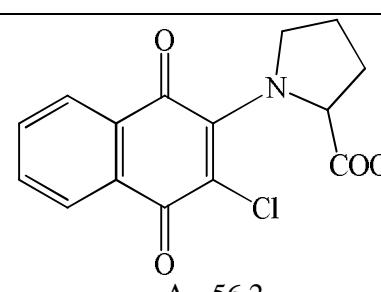
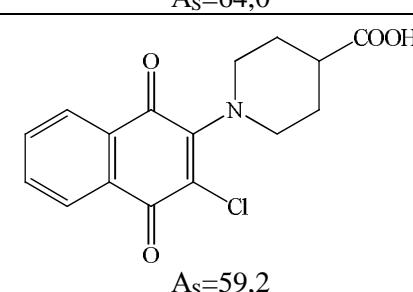
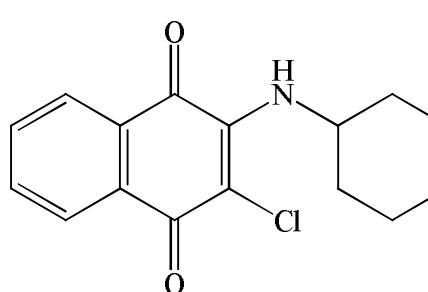
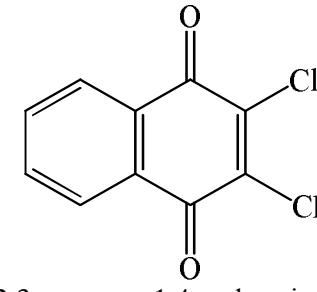
Мета роботи – дослідити хроматографічне розділення семи цикліческих похідних 3-хлор-1,4-нафтохіону за допомогою прямофазової ТШХ, а також встановити співвідношення між утримуванням та структурою цих сполук.

Експериментальна частина

У табл. 2 наведено структури досліджених цикліческих похідних 3-хлоро-1,4-нафтохіону **I–VII**, які були синтезовані на кафедрі технології біологічно активних сполук, фармації та біотехнології Національного університету “Львівська політехніка” з використанням як початкової сполуки **VIII** – 2,3-дихлоро-1,4-нафтохіону згідно з [4] і надані для досліджень ТШХ.

Таблиця 2

Структури цикліческих похідних 3-хлоро-1,4-нафтохіону та площа A_s , яку займає адсорбована молекула солюту на нерухомій фазі та розрахована згідно з [16]

Номер сполуки	Структура речовини	Номер сполуки	Структура речовини
(I)		(II)	
(III)		(IV)	
(V)		(VI)	
(VII)		(VIII)	 2,3-дихлоро-1,4-нафтохіон, AS = 25,5

У табл. 2 також наведено розраховану згідно з монографією [16] відносну площину A_S , яку займає одна молекула сполук **I–VII**, що адсорбована на поверхні нерухомої фази для досліджених похідних 3-хлоро-1,4-нафтохіону. Одиниця вимірювання розрахованої площини A_S відповідає 8,5 кв. Ангстрема, наприклад, для бензольного кільця прийнято $A_S=6$ або 51 кв. Ангстрема. Базовим структурним фрагментом був 2-аміно-3-хлоро-1,4-нафтохіон з величиною $A_S=33,5$.

ТШХ проводили з використанням пластиинок Silufol (виробник Kavalier) з широкопористим силікагелем Silpearl. Концентрація розчинів солютів у диметилсульфоксиді (ДМСО) була 2–5 мг/мл, а об'єм розчину, який наносився на стартову лінію, становив 1 мкл. Розчинники, використані у цій роботі, були вибрані відповідно до класифікації Снайдера (Snyder) [16]. В усіх бінарних системах бензол становив основу, а елюаційну здатність підсилювали, використовуючи полярні компоненти (хлороформ, ацетон, ацетонітріл, метанол, пропан-2-ол) у межах концентрацій від 2,5 до 10 % об.

Хроматограми були отримані методом руху розчинника знизу вверх. Оскільки досліджені похідні 3-хлор-1,4-нафтохіону були інтенсивно забарвлені, то проявляючих реагентів не застосовували. Хроматограми після суšіння на повітря сканували за допомогою планшетного сканера. Для обробки цифрових зображень у растрому форматі BMP використовували програму Densitan [17]. Сканування проводили з роздільною здатністю 600 точок на дюйм. Відстань від стартової лінії (L , мм) обчислювали за формулою $L=(N-1)\cdot\Delta L$, де N – кількість точок вимірювання за допомогою програми Densitan; $\Delta L=42$ мкм – відстань між двома точками вимірювання згідно з роздільною здатністю сканування.

Для забезпечення відтворювальних експериментальних умов і отримання надійних характеристик утримування такі параметри ТШХ підтримувалися постійними: розмір пластиинки, відстань стартової лінії від дна 1,0 см, кількість солюту, нанесеного на стартову лінію, об'єм розчинника у камері, час урівноваження парів елюента, температура хромаграфування. Для кожної комбінації “солют-елюент певного складу” було отримано п'ять хроматограм і для подальших узагальнень були використані усереднені величини R_f . Стандартне відхилення для визначення величини R_f становило 0,015.

Параметрами утримування сполук були величини R_f та R_M . Відносне утримуванням R_f в ТШХ розраховується за формулою (1) як відношення відстані утримування солюту (L) до відстані, яку пройшов фронт рухомої фази ($L_0=120$ мм). Параметр R_M (Bate-Smith-Westal) розраховували за формулою (2):

$$R_f = \frac{L}{L_0}; \quad (1)$$

$$R_M = \lg\left(\frac{1}{R_f} - 1\right). \quad (2)$$

Узагальнення результатів ТШХ проводили за рівнянням (3), яке було запропоноване Сочевінським і ґрунтуються на концепції конкуренції між молекулами розчинника рухомої фази з молекулами солюту за активних адсорбційних центрів на поверхні стаціонарної фази:

$$R_M = A - B \cdot \lg(N_B), \quad (3)$$

де N_B – мольна частка полярного компонента у бінарній суміші рухомої фази; А та В – константи, величини яких залежать від властивостей солюту та складу рухомої фази. Математичну обробку даних виконували з використанням табличного процесора MS EXEL.

Результати експериментів та їх обговорення

У табл. 3 наведено величини R_f для циклічних похідних 3-хлоро-1,4-нафтохіону. На рис. 1 показано приклади залежностей величин R_f від об'ємної частки полярного компонента в елюенті. З рис. 1 бачимо, що величини R_f закономірно зростають із збільшенням вмісту полярного компонента і в межах однієї сполуки (приклад для сполуки **I** на рис. 1-Е) для однакової об'ємної частки полярної складової рухомої фази величина R_f зростає у такому ряду: ацетонітріл-хлороформ-ацетон-пропан-2-ол-метанол.

Таблиця 3

Відносне утримування R_f для сполук I–VII залежно від складу бінарного елюента

Номер сполуки	Вміст полярного компонента в елюенті, % об.	Хлороформ	Пропан-2-ол	Метанол	Ацетон	Ацетонітрил
I	2,5	0,207	0,230	0,292	0,224	0,194
	5,0	0,341	0,374	0,459	0,359	0,328
	7,5	0,438	0,474	0,541	0,454	0,412
	10,0	0,507	0,548	0,613	0,531	0,474
II	2,5	0,189	0,209	0,277	0,196	0,181
	5,0	0,317	0,360	0,429	0,342	0,301
	7,5	0,424	0,467	0,554	0,446	0,398
	10,0	0,505	0,546	0,609	0,525	0,472
III	2,5	0,146	0,163	0,219	0,154	0,127
	5,0	0,284	0,334	0,386	0,312	0,266
	7,5	0,401	0,461	0,542	0,429	0,363
	10,0	0,502	0,543	0,608	0,516	0,468
IV	2,5	0,120	0,138	0,199	0,130	0,113
	5,0	0,276	0,302	0,393	0,289	0,251
	7,5	0,389	0,433	0,522	0,419	0,353
	10,0	0,502	0,537	0,605	0,514	0,464
V	2,5	0,151	0,206	0,265	0,171	0,148
	5,0	0,284	0,365	0,439	0,315	0,276
	7,5	0,406	0,497	0,567	0,442	0,393
	10,0	0,472	0,565	0,626	0,510	0,457
VI	2,5	0,129	0,168	0,234	0,142	0,125
	5,0	0,264	0,330	0,419	0,286	0,256
	7,5	0,395	0,471	0,560	0,420	0,380
	10,0	0,470	0,549	0,627	0,496	0,451
VII	2,5	0,247	0,292	0,353	0,273	0,229
	5,0	0,382	0,428	0,491	0,397	0,348
	7,5	0,458	0,507	0,555	0,474	0,422
	10,0	0,512	0,550	0,617	0,534	0,478

Найбільша різниця у величинах R_f між дослідженими речовинами спостерігається для усіх використаних полярних складників елюента за концентрації 2,5 %, а далі із зростанням вмісту спостерігається зменшення цієї різниці і за 10 % об. усі солюти мають майже однакові величини R_f . Послідовність збільшення R_f для усіх полярних компонентів елюента є такою, що відповідає зменшенню площині A_S , яку займає адсорбована молекула солюту на нерухомій фазі та розрахована згідно з [16]:

Сполуки	(IV) <	(III) »	(VI) <	(V) <	(II) <	(I) <	(VII)
$A_S=$	64,0	60,25	59,2	56,2	52,0	51,4	44,9

За зростанням різниці у величинах R_f між крайніми сполуками (IV) та (VII) у разі найсприятливішої для розділення солютів концентрації полярної складової рухомої фази 2,5 % об. спостерігається така послідовність:

Полярна складова	Ацетонітрил	Хлороформ	Ацетон	Пропан-2-ол	Метанол
ΔR_f для сполук (IV) та (VII)	0,116	0,127	0,143	0,154	0,154

Найменші різниці ΔR_f спостерігаються для пар сполук (IV) та (III), (II) та (I), (V) та (VI), (III) та (VI), (V) та (VI), для яких різниця у площах A_S є не більшою за 4 одиниці. Сусідні сполуки (VII) та (I), очевидно, будуть добре розділятися, оскільки за концентрації 2,5 % об. найменша величина $\Delta R_f=0,035$ для ацетонітрилу, що можна було передбачити за різниці у площах $A_S=51,4-44,9=6,5$.

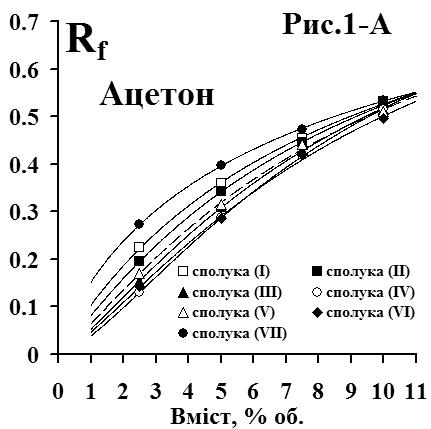


Рис.1-А

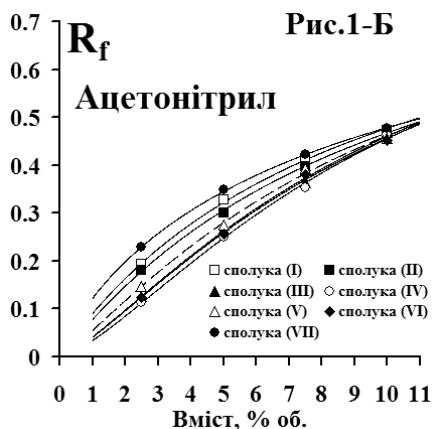


Рис.1-Б

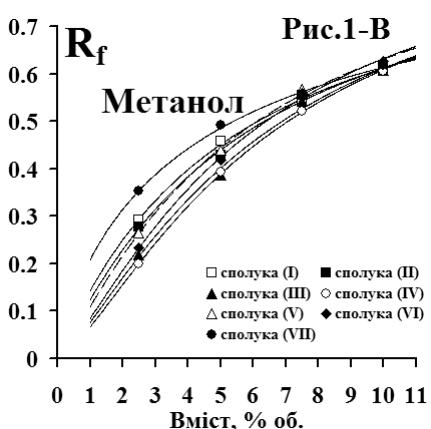


Рис.1-В

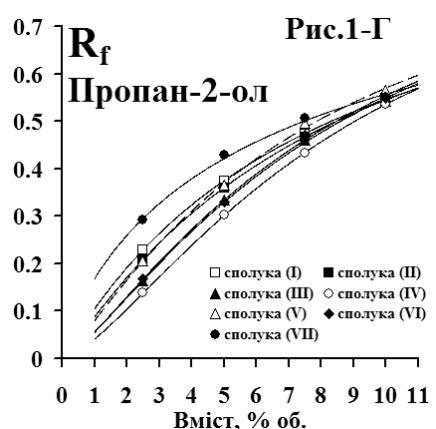


Рис.1-Г

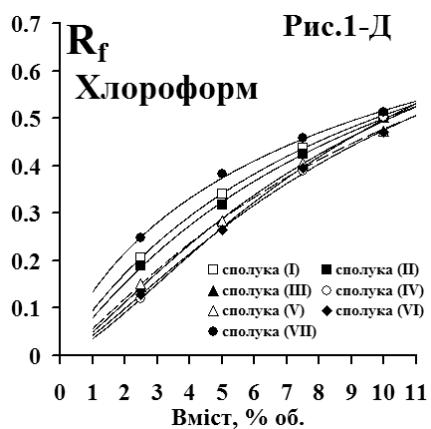


Рис.1-Д

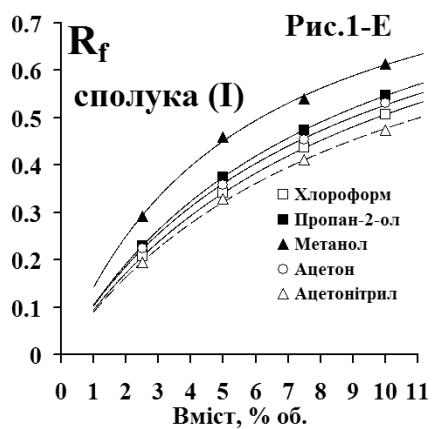


Рис.1-Е

Рис. 1. Залежності утримування R_f сполук I-VII від вмісту (% об.) полярного складника в елюєнті

У табл 4 наведено параметри A та В кореляцій згідно з рівнянням Сочевінського (3). Якщо рухома фаза складається тільки з полярного компонента, тобто коли $N_B=1$, тоді константа А в рівнянні (3) відповідає величині R_M . Для цього граничного випадку, використовуючи константу А, розраховано величину $R_f(N_B=1)$, яка наведена в табл. 4. Величини $R_f(N_B=1)$ закономірно наближаються до одиниці у межах від 0.849 до 0.963.

В усіх випадках за даними табл. 4 отримано добре кореляції, оскільки величини R^2 знаходяться у межах від 0,995 до 0,999. Константа А має від'ємні значення, їх абсолютні величини лежать в діапазоні від 0.635 до 1.416 та залежать як від солюту, так і від полярного компонента рухомої фази. За зменшення абсолютних величин константи А отримано такі ряди

для полярного компонента рухомої фази, які відрізняються між собою тільки положенням хлороформу та ацетону:

(I), (IV), (VII)	пропан-2-ол	хлороформ	ацетон	метанол	ацетонітрил
(I), (III), (V), (VI)	пропан-2-ол	ацетон	хлороформ	метанол	ацетонітрил

Для константи А спостерігається невелика різниця для хлороформу та ацетону.

Таблиця 4

**Параметри А та В кореляції згідно з рівнянням Сочевінського $R_M = A - B \cdot \lg(N_B)$
для відповідного діапазону мольної частки полярного компонента рухомої**

Номер сполуки	Параметри кореляцій	Хлороформ $N_B=0,027-0,109$	Пропан-2-ол $N_B=0,029-0,114$	Метанол $N_B=0,053-0,196$	Ацетон $N_B=0,030-0,118$	Ацетонітрил $N_B=0,042-0,159$
I	A	-0,9685	-1,0396	-0,9200	-0,9648	-0,7504
	B	0,9956	1,0183	1,0219	0,9915	0,9895
	R^2	0,998	0,999	0,998	0,999	0,998
	$R_f(N_B=1)$	0,903	0,916	0,893	0,902	0,849
II	A	-1,0262	-1,1162	-0,9736	-1,0618	-0,7779
	B	1,0688	1,1023	1,0969	1,1014	1,0446
	R^2	0,998	0,999	0,996	0,999	0,999
	$R_f(N_B=1)$	0,914	0,929	0,904	0,920	0,857
III	A	-1,2184	-1,3331	-1,1452	-1,2277	-0,9904
	B	1,2782	1,3252	1,3406	1,2912	1,3268
	R^2	0,998	0,999	0,995	0,999	0,998
	$R_f(N_B=1)$	0,943	0,956	0,933	0,944	0,907
IV	A	-1,3737	-1,4163	-1,1825	-1,3549	-1,0515
	B	1,4342	1,4385	1,4013	1,4318	1,4135
	R^2	0,998	0,999	0,999	0,999	0,998
	$R_f(N_B=1)$	0,959	0,963	0,938	0,958	0,918
V	A	-1,1040	-1,2429	-1,0805	-1,1372	-0,8913
	B	1,1894	1,1901	1,1979	1,1990	1,1995
	R^2	0,998	0,998	0,997	0,998	0,998
	$R_f(N_B=1)$	0,927	0,946	0,923	0,932	0,886
VI	A	-1,2215	-1,3416	-1,1750	-1,2238	-0,9849
	B	1,3162	1,3248	1,3291	1,3189	1,3284
	R^2	0,998	0,999	0,998	0,998	0,998
	$R_f(N_B=1)$	0,943	0,956	0,937	0,944	0,906
VII	A	-0,8400	-0,8540	-0,7793	-0,8079	-0,6352
	B	0,8446	0,8005	0,8177	0,8108	0,8420
	R^2	0,997	0,996	0,997	0,999	0,999
	$R_f(N_B=1)$	0,874	0,877	0,857	0,865	0,812

Величини В лежать в діапазоні від 0,8005 до 1,4342 та помітно залежать від солюту, а також майже не змінюються від якісного складу елюента, що підтверджується даними табл. 4. Співвідношення між середніми величинами нахилів В та площами A_s , які займають адсорбовані молекули сполук I-VII на нерухомій фазі, показано на рис. 2. За зростання площини A_s спостерігається збільшення нахилу В, що добре узгоджується з теорією утримування в НФХ, яка детально описана у [16].

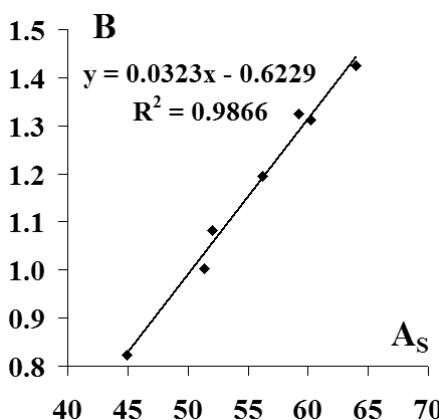


Рис. 2. Співвідношення між середніми величинами нахилів В та площею A_s , які займають адсорбовані молекули сполук I–VII на нерухомій фазі

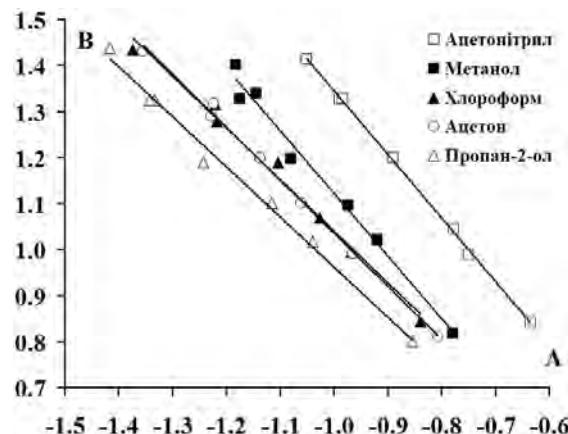


Рис. 3. Співвідношення між величинами нахилів В та відтинками А у рівнянні Сочевінського для полярних компонентів рухомої фази та сполук I–VII

На рис. 3 показано співвідношення між величинами нахилів В та відтинками А у рівнянні Сочевінського для полярних компонентів рухомої та сполук I–VII. Співвідношення на рис. 3 у межах кожного полярного компонента рухомої фази добре описуються прямими лініями з близькими нахилами, які наведено у табл. 5. Ці нахили за абсолютною величинами знаходяться у межах від 1,09 до 1,16 для хлороформу, ацетону та пропан-2-олу і дещо більшими величинами 1,36 та 1,38 – для метанолу та для ацетонітрилу, відповідно.

Таблиця 5

Параметри лінійних кореляцій між величинами А та В з рівняння Сочевінського

Полярний компонент	Ацетонітрил	Метанол	Хлороформ	Ацетон	Пропан-2-ол
Нахил	-1.3811	-1.3632	-1.1281	-1.1569	-1.0882
Відтинок	-0.0364	-0.2409	-0.0884	-0.1220	-0.1257
R^2	0.9991	0.9857	0.9886	0.9966	0.9919

Найбільшу абсолютну величину відтинку 0,1257 серед цих прямих ліній отримано для пропан-2-олу, а для решти полярних компонентів рухомої фази ця величина знаходиться у межах 0,024–0,122. Прямі лінії для хлороформу та ацетону фактично збігаються. Отже, в координатах мольної частки спостерігається така послідовність у ряду зростання величини R_f , що визначається розташуванням лінійних залежностей між параметрами А та В: ацетонітрил-метанол-хлороформ=ацетон-пропан-2-ол. Різницю залежностей утримування R_f від складу рухомої фази між поданням даних у різних координатах осі абсцис можна пояснити тим, що у формулу переходу від об'ємної (%) до молярної частки входять густина та молярна маса полярного компонента рухомої фази.

Висновки. Досліджено утримування семи цикліческих похідних 3-хлоро-1,4-нафтохіону, сполук I–VII в умовах прямофазової ТШХ з силікагелем, як стаціонарною фазою та бінарними елюентами на основі бензолу з об'ємною часткою відповідних полярних компонентів у межах 2,5–10 % об. Під час використання об'ємної частки (%) як координати осі абсцис встановлено для усіх сполук I–VII зростання величини R_f за заміни полярного компонента рухомої фази у такому ряду: ацетонітрил-хлороформ-ацетон-пропан-2-ол-метанол.

Показано, що нахили прямолінійних залежностей згідно з рівнянням Сочевінського між параметром утримування R_M і логарифмом від мольної частки полярного модифікатора $\lg(N_B)$ добре корелюють з площею A_s , яку займає адсорбована молекула солюту на нерухомій фазі і яка була розрахована за алгоритмом Снайдера. Для елюентів з певним полярним компонентом виявлено існування лінійних кореляцій між відтинками та нахилами у рівнянні Сочевінського.

Показано, що найбільша різниця у величинах R_f між дослідженими речовинами спостерігається для усіх використаних полярних складників елюента за концентрації 2,5 %, тобто

досягається максимальне розділення досліджених сполуки I–VII методом ТШХ. За зростання вмісту полярного компонента в елюенті спостерігається зменшення цієї різниці і за 10 % об. усі солюти мають майже однакові величини R_f .

1. Миколів О. Б. Біологічна активність амінокислотних похідних 1,4-нафтохіону / О. Б. Миколів, Л. Р. Журахівська, Н. Г. Марінцова, І. І. Губицька та ін. // Вісник Національного медичного університету; мат. наук-практ. конф. з міжнародною участю “Актуальні питання фармакології”. – Вінниця, 2007. – № 11. – С. 791–792.
2. Степанюк Г. І. Церебропротекторна дія амінокислотних похідних 1,4-нафтохіону на моделі гострої ішемії головного мозку / Г. І. Степанюк, Р. О. Шеремета, В. П. Новіков, Л. Р. Журахівська, Н. Г. Марінцова // Ліки. – 2004. – № 5–6. – С. 37–39.
3. Руда Н. В. Дослідження гострої токсичності нових амінокислотовмісних похідних 1,4-нафтохіону / Н. В. Руда, О. П. Драпак, Г. І. Степанюк // Український біофармацевтичний журнал. – 2013. – Т. 26, № 3. – С. 31–34.
4. Журахівська Л. Р. Модифікація 2,3-дихлоро-1,4-нафтохіону аміновмісними сполуками / Л. Р. Журахівська, Е. І. Абдеррахім, О. В. Федорова, В. В. Новіков та ін. // Вісник Національного університету “Львівська політехніка” “Хімія, технологія речовин та їх застосування”. – 2001. – № 426. – С. 141–143.
5. Benites J. Biological evaluation of donor-acceptor aminonaphthoquinones as antitumor agents / J. Benites, J. A. Valderrama, K. Bettega, R. C. Pedrosa, P. B. Calderon, J. Verrax // European Journal of Medicinal Chemistry. – 2010. – Vol. 45, Issue 12. – P. 6052–6057.
6. Bhasin D. Anticancer activity and SAR studies of substituted 1,4-naphthoquinones / D. Bhasin, S. N. Chettiar, J. P. Etter, P. Li, M. Mok // Bioorganic & Medicinal Chemistry. – 2013. – Vol. 21, Issue 15. – P. 4662–4669.
7. Prachayasittikul V. Synthesis, anticancer activity and QSAR study of 1,4-naphthoquinone derivatives / V. Prachayasittikul, R. Pingaew, A. Worachartcheewan, C. Nantasesamat, S. Prachayasittikul, S. Ruchirawat, V. Prachayasittikul // European Journal of Medicinal Chemistry. – 2014. – Vol. 84. – P. 247–263.
8. Ibis C. An investigation of nucleophilic substitution reactions of 2,3-dichloro-1,4-naphthoquinone with various nucleophilic reagents / C. Ibis, A. H. Shntaif, H. Bahar, S. S. Ayla // Journal of the Serbian Chemical Society. – 2015. – Vol. 80 (6). – P. 731–738.
9. Бондарчук О. П. Синтез, будова та біологічна активність D-(+)-глюкозиламонієвих солей амінокислотних похідних 1,4-нафтохіону / О. П. Бондарчук, М. С. Курка, А. М. Кричковська, Н. Г. Марінцова, В. П. Новіков // Актуальні питання фармацевтичної і медичної науки та практики. – 2010. – Вип. 23, №1. – С. 18–21.
10. Смірнова О. Я. Узагальнення впливу складу елюента на утримування похідних 1,4-нафтохіону в умовах обернено-фазової високоефективної рідинної хроматографії / О. Я. Смірнова, І. П. Полюжин, Й. Й. Ятчишин, Р. Я. Мусянович // Вісник Національного університету “Львівська політехніка” “Хімія, технологія речовин та їх застосування”. – 2005. – № 529. – С. 19–25.
11. Смірнова О. Я., Ятчишин Й. Й., Полюжин І. П. Аналіз похідних 1,4-нафтохіону методами рідинної хроматографії // Київська конф. з аналітичної хімії “Сучасні тенденції аналізу-2015”: Тези доп. – К. : Вид-во Київського національного університету ім. Тараса Шевченка, 2015. – С. 65–66.
12. Wagner H. Plant Drug Analysis: A Thin Layer Chromatography Atlas / H. Wagner, S. Bladt, V. Rickl. – Plant Drug Analysis. Thin Layer Chromatography Atlas, Springer, 2009. – 384 p.
13. Pachatouridis C. Derivatives of aminoquinones with N-protected amino acids / C. Pachatouridis, E. A. Couladouros, V. P. Papageorgiou, M. Liakopoulou-Kyriakides // Letters in Peptide Science. – 1998. – Vol. 5, Issue 4. – P. 259–262.
14. Bozan B. Quantitative determination of naphthoquinones of Arnebia densiflora by TLC-densitometry / B. Bozan, K. H. C. Baser, S. Kara // Fitoterapia. – 1999. – Vol. 70, Issue 4. – P. 402–406.
15. Thin Layer Chromatography in Phytochemistry / Edited by Monika Waksmundzka-Hajnos, Joseph Sherma, and Teresa Kowalska (Chromatographic Science Series Editor: Jack Cazes), CRC Press-Taylor & Francis Group, 2008. – 875 p.
16. Snyder L. R. Principles of adsorption chromatography / L. R. Snyder. – New York: Dekker, 1968. – 413 p.
17. Шандренко С. Г. Комп’ютерна реєстрація та аналіз результатів тонкошарової хроматографії / С. Г. Шандренко, А. С. Головін, М. П. Дмитренко, А. І. Юрченко, О. Ф. Бабичева // Журнал Хроматографічного товариства. – 2002. – Т. 2, № 4. – С. 22–30.