

ИССЛЕДОВАНИЕ В ОБЛАСТИ ХИМИИ ПРОИЗВОДНЫХ
КАРБАЗОЛА99. ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ НЕКОТОРЫХ
АМИНОПРОИЗВОДНЫХ КАРБАЗОЛА

Л.Ф.Ковалева, Е.Е.Сироткина, В.П.Лопатинский

(Представлена научно-методическим семинаром
органических кафедр и лабораторий ХТФ)

Проводя исследования в области химии аминопроизводных карбазола, мы изучили поведение различных замещенных соединений этого ряда при хроматографировании на тонком слое окиси алюминия.

Для разделения смеси веществ хроматографическим методом важной задачей является выбор состава подвижной фазы. Ряд исследователей предложили несколько способов выбора состава подвижной фазы [1,2]. При подборе условий хроматографирования нами учитывалось наличие в молекуле групп *NH* и *CO*. Все анализируемые производные были разделены на две группы: 9-алкил-3-[1-(амино) алкил] карбазолы (соединения I - V, первая группа); 9-этил-3-[1-(ациламино) этил] карбазолы (соединения VI - XXI, вторая группа) (табл. I и 2 соответственно).

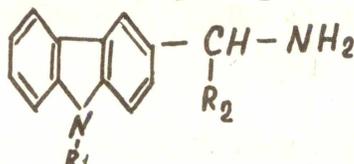
Было замечено, что соединения первой группы имеют большую сорбируемость, чем соединения второй группы. Поэтому они практически остаются на старте при использовании Al_2O_3 II степени активности и сравнительно неполярной системы растворителей хлороформ-диоксан (95:5). В системе растворителей хлороформ-метанол (97:3) величины R_f этих соединений попадают в оптимальную область (0,39-0,46), а изменение соотношения хлороформ-метанол (97:5) повышает величину R_f до 0,7, при этом пятна становятся менее компактными. Характер заместителя R_1 и R_2 в этих условиях почти не влияет на величину

ну R_f .

Сорбируемость соединений второй группы относительно навашина.
 поэтому при использовании системы растворителей хлороформ-диоксан (95:5) они имеют величину R_f в пределах 0,5 - 0,8.

Таблица I

Значения R_f
 9-алкил-3- [I-(амино)алкил] -карбазолов



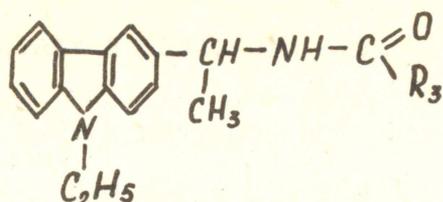
Соединение	R_1	R_2	Состав подвижной фазы	
			хлороформ-метанол (97:3)	хлороформ-метанол (95:5)
I	C_2H_5	CH_3	0,39	0,70
II	C_3H_7	CH_3	0,42	0,70
III	изо C_5H_{11}	CH_3	0,45	0,72
IV	C_2H_5	C_3H_7	0,40	0,71
V	C_2H_5	C_6H_5	0,46	0,71

Исключение составляют два соединения этой группы - VI и XXI, которые сорбируются наиболее прочно, что можно объяснить меньшим экранированием карбонильной группы в случае формиламинопроизводного (соед. VI) и появлением новой свободной аминогруппы в случае мета-аминобензоиламинопроизводного (соед. XXI). Характер заместителя

R_2 соединений X-XX в данных условиях также почти не влияет на величину R_f . При использовании системы растворителей хлороформ-метанол (95:5) пятна соединений второй группы уходят с фронтом растворителей. Составы подвижной фазы хлороформ-диоксан (95:5) и хлороформ-метанол (97:3) можно применять для разделения смеси соединений первой и второй группы.

Таблица 2

Значения R_f
 9-этил-3- [I-(ациламино) этил] - карбазолов



Соединение	R_3	Состав подвижной фазы	
		хлороформ-диоксан (95:5)	хлороформ - метанол (97:3)
УІ	H	0,29	0,53
УІІ	CH ₃	0,53	0,56
УІІІ	C ₂ H ₅	0,64	0,65
ІХ	C ₃ H ₇	0,68	0,68
Х	C ₆ H ₅	0,79	
ХІ	о - Cl C ₆ H ₄	0,79	0,80
ХІІ	м - Cl C ₆ H ₄	0,78	
ХІІІ	о - Br C ₆ H ₄	0,79	0,79
ХІУ	м - Br C ₆ H ₄	0,86	0,85
ХУ	п - Br C ₆ H ₄	0,88	
ХУІ	о - NO ₂ C ₆ H ₄	0,86	
ХУІІ	п - NO ₂ C ₆ H ₄	0,85	
ХУІІІ	м - NO ₂ C ₆ H ₄	0,76	0,80
ХІХ	C ₆ H ₄ -CH=CH	0,85	
ХХ	3,4,5-(OCH ₃)C ₆ H ₂	0,85	
ХХІ	м - NH ₂ C ₆ H ₄	0,26	0,50

Экспериментальная часть

Исходные вещества были синтезированы нами ранее [3].

В качестве адсорбента применяли нейтральную окись алюминия для хроматографирования II степени активности, выпускаемую заводом химреактивов г.Донецка.

Работу проводили в незакрепленном слое на стеклянных пластинках размером 10 x 12 см, длина пробега 10 см. Толщина слоя во всех случаях - 1 мм. Для хроматографирования использовали 0,1 - 0,4% этанольные растворы веществ, наносимые в количестве 0,005 - 0,02 мл.

Обнаружение всех веществ проводили в ультрафиолете (ультра-
химископ УБ-1) и в парах йода.

Все значения R_f являются средними из 5-6 определений.

Л и т е р а т у р а

1. А.А. Ахрем, А.И. Кузнецова. Тонкослойная хроматография,
"Наука", М., 1964.
2. Н.А. Измайлов. Укр. хим. журн., 1954, т. 20, с. 478.
3. Е.Е. Сироткина, В.П. Лопатинский, Л.Ф. Ковалева, О.Г. Якушина.
"Изв. ТПИ", т. 250 (в печати).

