

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 аминокпроизводных 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).

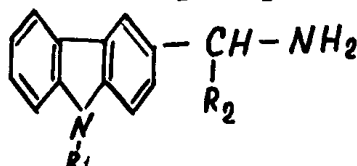
Было замечено, что соединения первой группы имеют большую сорбируемость, чем соединения второй группы. Поэтому они практически остаются на старте при использовании  $Al_2O_3$  II степени активности и сравнительно малополярной системы растворителей хлороформ-диоксан(95:5). В системе растворителей хлороформ-метанол (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 малая, 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-[1-(амино)алкил]-карбазолов



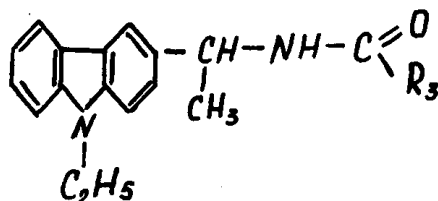
Соединение	$R_1$	$R_2$	Состав подвижной фазы	
			хлороформ-метанол (97:3)	хлороформ-метанол (95:5)
I	$C_2H_5$	$CH_3$	0,39	0,70
II	$C_3H_7$	$CH_3$	0,42	0,70
III	изо $C_5H_{11}$	$CH_3$	0,45	0,72
IV	$C_2H_5$	$C_3H_7$	0,40	0,71
V	$C_2H_5$	$C_6H_5$	0,46	0,71

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-[1-(ациламино)этил]-карбазолов



Соединение	$R_3$	Состав подвижной фазы	
		хлороформ-диоксан (95:5)	хлороформ - метанол (97:3)
УI	H	0,29	0,53
УII	CH <sub>3</sub>	0,53	0,56
УIII	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	0,64	0,65
IX	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	0,68	0,68
X	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub>	0,79	
XI	o - C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	0,79	0,80
XII	m - C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	0,78	
XIII	o - B <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	0,79	0,79
XIV	m - B <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	0,86	0,85
XV	п - B <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	0,88	
XVI	o - NO <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	0,86	
XVII	п - NO <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	0,85	
XVIII	m - NO <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	0,76	0,80
XIX	C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> -CH=CH	0,85	
XX	3,4,5-(OCH <sub>3</sub> )C <sub>6</sub> H <sub>2</sub>	0,85	
XXI	m - NH <sub>2</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub>	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).

