

УДК 547.689:547'57:547.26'118:543.544:543.8

## ТОНКОСЛОЙНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ КРАСИТЕЛЕЙ КРАСНОГО ДИАПАЗОНА И ПОЛУПРОДУКТОВ

С.П. Белов<sup>1</sup>, И.В. Комлев<sup>2</sup>, Э.Е. Нифантьев<sup>2</sup>

<sup>1</sup> - Брянский государственный университет имени акад. И.Г.Петровского

<sup>2</sup> - Московский педагогический государственный университет

Для тонкослойной хроматографии лазерных красителей и полупродуктов (кумарины, нафталимиды, бензантроны, феналеноны, производные  $\gamma$ -пирона) предложены бинарные гомогенные азеотропные смеси растворителей с диэлектрическими постоянными от 2,4 до 19,3 и точками кипения от 56,0 до 82,4°C. Для всех исследованных веществ получены хорошо воспроизводимые величины  $R_f$ .

**Ключевые слова:** хроматография, тонкослойная хроматография, лазерные красители, элюент

В настоящее время тонкослойная хроматография (ТСХ), благодаря простоте, гибкости, универсальности и высокой чувствительности, представляет собой обширную, хорошо разработанную область аналитической химии органических соединений [1, 2].

Метод ТСХ успешно применялся для анализа чистоты и идентификации флуоресцирующих красителей - оптических отбеливателей [3], органических люминофоров [4–6], красителей для квантовой электроники [7, 8].

Успешное использование метода ТСХ предопределяется правильно подобранным способом нанесения пробы, природой и избирательной способностью применяемого сорбента, полярностью мобильной фазы, регламентацией условий хроматографирования, которые обуславливают хорошую воспроизводимость величин хроматографической подвижности  $R_f$  изучаемых веществ.

С целью получения хорошо воспроизводимых величин хроматографического удерживания и значительного упрощения лабораторной техники ТСХ нами предлагается при хроматографировании некоторых типов лазерных красителей и полупродуктов использовать в качестве мобильной фазы двухкомпонентные гомогенные азеотропные смеси растворителей (АСР), для которых характерно равенство состава равновесных жидкой и паровой фаз в течение продолжительного времени в достаточных для эксперимента диапазонах давления и температуры.

Известно об использовании АСР различной полярности для аналитического разделения и идентификации жирорастворимых витаминов [10], хелатов металлов [11], некоторых типов фосфорорганических соединений [12].

В качестве объектов исследования в настоящей работе были избраны кумариновые красители (включая соединения с «жестко» закрепленным атомом азота), производные перинденонов – нафталимиды, бензантроны, феналеноны (в том числе фосфорсодержащие вещества), красители на основе  $\gamma$ -пирона (ДСМ и аналоги).

Эти соединения широко используются в качестве компонентов как лазерных активных сред [8, 13, 14], так и органических электролюминесцентных фотодиодов [15].

Хорошего разделения с использованием ТСХ обычно удается добиться с использованием двух- или трехкомпонентного элюента, состав которого, однако, значительно меняется вследствие испарения легколетучих ингредиентов, поэтому после 1-2 развитий хроматограмм систему приходится обновлять, даже в случае применения специальных кювет для сохранения атмосферы, насыщенной парами смешанного растворителя [9].

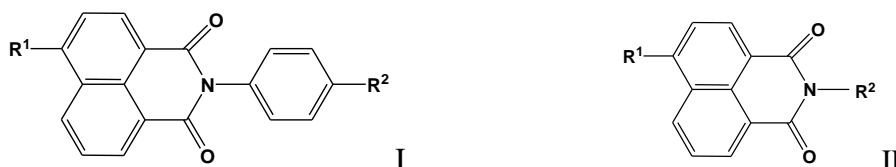
Присутствие примесей в люминесцентных красителях может вызывать тушение флуоресценции, увеличивать сечение самопоглощения, приводящее к снижению квантового выхода флуоресценции; для лазерных красителей это вызывает ухудшение генерационных характеристик [16]. В некоторых случаях примесные соединения обуславливают существенное ухудшение токсикологических параметров [17].

Вследствие этого разработка надежного экспрессного метода анализа чистоты органических люминесцентных красителей, особенно лазерных, является ответственной экспериментальной задачей, важной для практического использования.

Результаты ТСХ исследованных красителей и полупродуктов в нескольких АСР различной полярности, наиболее хорошо себя зарекомендовавших из числа предложенных нами, сведены в табл. 1-7 по группам соединений указанного строения.

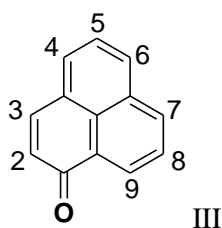
Таблица 1

Замещенные имидазы нафтоилена-1,8-дикарбоновой кислоты



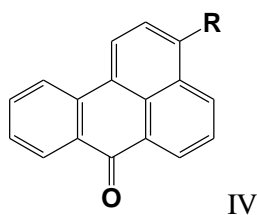
№	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sub>f</sub> в системах			
			I	II	III	IV
Ia	NO <sub>2</sub>	H	0,48	0,76	0,25	0,88
Iб	NH <sub>2</sub>	H	0,53	0,66	0,20	0,71
Iв	NH <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	0,60	0,75	0,23	0,80
Iг	NH <sub>2</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	0,59	0,74	0,23	0,79
Iд	NH <sub>2</sub>		0,58	0,60	0,17	0,72
Iе	NHCH <sub>2</sub> CH(OH)CH <sub>2</sub> Cl	H	0,53	0,72	0,22	0,91
Iж		H	0,40	0,42	0,10	0,84
Iз		H	0,50	0,65	0,17	0,88
Iи		H	0,48	0,81	0,15	0,93
Iк	-N=P(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	H	0,91	0,78	0,40	0,95
Iл	-N=P(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>		0,95	0,87	0,50	0,95
Iм	-N=P(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	0,95	0,93	0,62	0,88
Iн	-N=P(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	0,95	0,93	0,62	0,88
IIа	NH(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> OCH <sub>3</sub>	(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> OCH <sub>3</sub>	0,91	0,95	0,49	0,67
IIб	NHC <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	0,25	0,26	0,69	0,66
IIв	NH <sub>2</sub>	NH <sub>2</sub>	0,50	0,33	0,13	0,80

Замещенные перинафтеноны (феналеноны)



№	Заместитель	Rf в системах				
		I	II	III	IV	V
IIIa	3-OCH <sub>3</sub>	0,33	0,40	0,14	0,89	0,78
IIIб	4-NO <sub>2</sub>	0,82	0,79	0,65	0,93	0,65
IIIв	4-NH <sub>2</sub>	0,39	0,29	0,12	0,83	0,65
IIIг	4-OH	0,55	0,61	0,17	0,86	0,65
IIIд	4-NO <sub>2</sub>	0,92	0,87	0,63	0,89	0,82
IIIе	6-NH <sub>2</sub>	0,37	0,46	0,10	0,76	0,53
IIIж	2-C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> , 3-OCH <sub>3</sub> , 7-N	0,78 (0,77)	0,88 (0,89)	0,59 (0,61)	0,90 (0,91)	0,88 (0,88)
IIIз	2-C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> , 3-OCH <sub>3</sub> , 6-N	0,80 (0,81)	0,86 (0,84)	0,56 (0,54)	0,88 (0,86)	0,87 (0,86)
IIIи	2-C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> , 3-OCH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> , 6-N	0,74	0,87	0,78	0,89	0,89
IIIк	2-C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> , 3-OC <sub>16</sub> H <sub>23</sub> , 6-N	0,86	0,94	0,57	0,98	0,98
IIIл	6-N-CH <sub>2</sub> -P(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	0,38	0,30	0,10	0,80	0,81
IIIм	6-N-C(=O)-P(OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	0,37	0,69	0,14	0,85	0,65
IIIн	6-N	0,79	0,85	0,60	0,86	0,84
IIIо	6-N=P(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	0,72	0,83	0,45	0,91	0,78

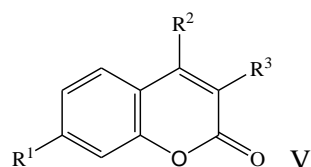
3-Замещенные бензантроны



№	Заместитель	Rf в системах				
		I	II	III	IV	V
IVa	H	0,98	0,95	0,76	0,87	0,65
IVб	F	0,90	0,95	0,70	0,91	
IVв	Br	0,98	0,95	0,83	0,87	0,64
IVг	OH	0,40	0,83	0,43	0,89	
IVд	NO <sub>2</sub>	0,98	0,95	0,78	0,83	0,76
IVе	NH <sub>2</sub>	0,61	0,81	0,55	0,82	0,68
IVж	NH(CH <sub>2</sub> ) <sub>2</sub> OH	0,44	0,63	0,22	0,88	0,81
IVз	NH(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> OH	0,25	0,55	0,10	0,85	0,61
Ив	NHCOCH <sub>3</sub>	0,42	0,65	0,17	0,86	0,80
Ик	OCH <sub>3</sub>	0,98	0,93	0,69	0,89	0,83
Ил		0,92	0,94	0,63	0,82	0,68
Им		0,23	0,61	0,14	0,85	0,55
Ин		0,95	0,95	0,76	0,88	0,65
Ио		0,89	0,93	0,68	0,95	
Ип		0,39	0,63	0,18	0,84	
Ир		0,86	0,95	0,70	0,91	
Ис		0,92	0,94	0,89	0,96	0,95
Ит	N=P(C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>3</sub>	0,48	0,72	0,44	0,64	0,87

Таблица 4

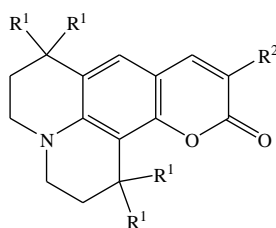
Кумариновые лазерные красители



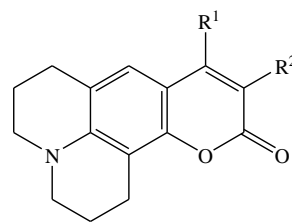
№	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>3</sup>	R <sub>f</sub> в системах			
				I	II	III	IV
Va	N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H	H	0,91	0,88	0,75	0,95
Vб	N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	H	0,88	0,88	0,74	0,95
Vв	N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	H		0,93	0,92	0,78	0,95
Vг	NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	H	0,55	0,66	0,32	0,94
Vд	OH	CF <sub>3</sub>	H	0,52	0,80	0,50	0,94

Таблица 5

Хинолизинокумариновые лазерные красители



VI



VII

№	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sub>f</sub> в системах			
			I	II	III	IV
VIa	H	COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	0,58	0,91	0,52	0,93
VIб	CH <sub>3</sub>	COOC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	0,72	0,93	0,63	0,95
VIa	H	COCH <sub>3</sub>	0,78	0,92	0,64	0,94
VIIб	H	H	0,83	0,95	0,64	0,95
VIIв	H	CHO	0,73	0,94	0,51	0,95
VIIг	H		0,36	0,17	0,05	0,14
VIIд	H	COOH	0,71	0,92	0,36	0,87
VIIе	H		0,83	0,98	0,74	0,95
VIIж	H		0,83	0,98	0,74	0,95
VIIз	CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Br	0,94	0,95	0,76	0,86

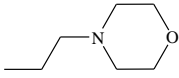
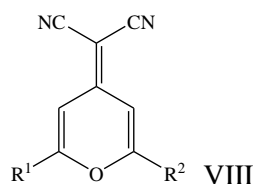
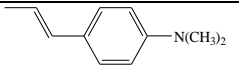
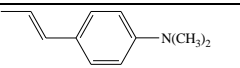
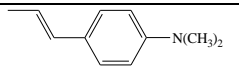
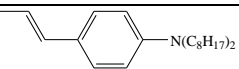
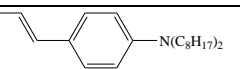
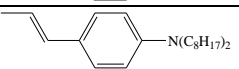
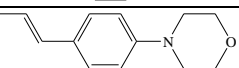
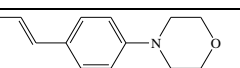
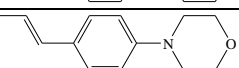
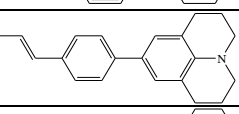
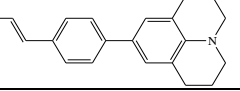
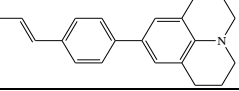
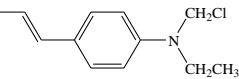

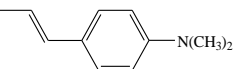
VIIи	CF <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> Br	0,95	0,95	0,80	0,89
VIIк	CF <sub>3</sub>		0,48	0,44	0,29	0,70
VIIл	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -		0,85	0,94	0,72	0,74
VIIм	CF <sub>3</sub>	H	0,89	0,93	0,72	0,91
VIIн	C <sub>2</sub> F <sub>5</sub>	H	0,90	0,94	0,74	0,95
VIIо	C <sub>4</sub> F <sub>9</sub>	H	0,92	0,94	0,77	0,96

Таблица 6

Лазерные красители на основе γ-пирона (DCM и аналоги)



№	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sub>f</sub> в системах			
			I	II	III	IV
VIII а	CH <sub>3</sub>		0,88 (0,87)	0,97 (0,95)	0,72 (0,75)	0,97 (0,95)
VIIIб			0,86 (0,72)	0,95 (0,87)	0,70 (0,62)	0,95 (0,93)
VIIIв	CH <sub>3</sub>		0,92 (0,90)	0,95 (0,90)	0,79 (0,80)	0,97 (0,95)
VIIIг			0,95 (0,95)	0,95 (0,87)	0,91 (0,90)	0,69 (0,70)
VIIIд	CH <sub>3</sub>		0,85 (0,83)	0,93 (0,91)	0,70 (0,71)	0,93 (0,92)
VIIIе			0,83 (0,78)	0,91 (0,87)	0,65 (0,62)	0,91 (0,87)
VIIIж	CH <sub>3</sub>		0,94 (0,93)	0,89 (0,88)	0,57 (0,58)	0,91 (0,90)
VIIIз			0,91 (0,87)	0,87 (0,83)	0,55 (0,51)	0,89 (0,85)
VIIIи	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	0,91	0,80	0,55	0,79
VIIIк	CH <sub>3</sub>		0,94	0,89	0,57	0,91
VIIIл			0,94	0,89	0,57	0,91

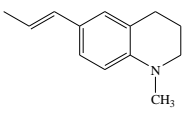
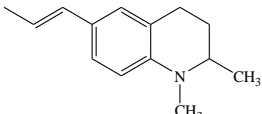
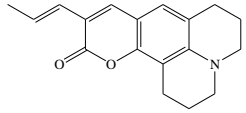
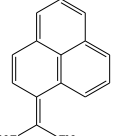
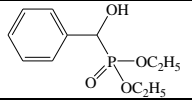
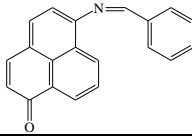
VIII <sub>M</sub>	CH <sub>3</sub>		0,88	0,97	0,72	0,97
VIII <sub>H</sub>	CH <sub>3</sub>		0,72	0,97	0,72	0,97
VIII <sub>O</sub>	CH <sub>3</sub>		0,50	0,72	0,10	0,58

Таблица 7

Прочие дериваты и полупродукты

№	Соединение	R <sub>f</sub> в системах				
		I	II	III	IV	V
IX		0,85	0,90	0,68	0,90	0,92
X		0,41	0,56	0,34	0,44	0,62
XI		0,81	0,93	0,74	0,95	0,93

Экспериментальная часть

АСР готовили смешением компонентов в определенной пропорции и последующей перегонкой с отбором фракции, обладающей температурой кипения, соответствующей описанной в [18]. Были отобраны следующие АСР (компоненты смеси, состав (вес. %), температура кипения, °С, диэлектрическая постоянная смеси (цитировано по [10]): хлороформ – этанол (92,0 : 8,0); 59,4; 6,1 (I); хлороформ - ацетон (87,5 : 12,5); 65,0; 9,3 (II); бензол - диоксан (12,0 : 88,0); 82,4; 2,4 (III); ацетон - четыреххлористый углерод (87,4 : 12,6); 56,0; 19,3 (IV); этанол - толуол (68,0 : 32,0); 62,7; 5,5 (V).

Вещества для ТСХ получены методами, описанными в литературе: Ia-e, IIa-в [19], IIIa-e [20], IIIж-к [21], IVб-г [22], IVж,з [23], IVл-р [24], IVс [25], VIa,б [26], VIIa-к [27], VIIIa-о [28], IX [29], X [30], XI [31]. Остальные соединения синтезированы стандартными методами или являются коммерческими препаратами. Краситель VIII<sub>л</sub> любезно предоставлен к.х.н. А.П.Луговским (Белорусский государственный университет, г. Минск). Синтез фосфонометилированных и иминофосфорановых красителей приведен в [27]. Методика нанесения образцов на пластинку и обработка результатов ТСХ близки к описанным нами ранее в [32].

Хроматографирование проводили восходящим способом в стеклянных кюветах с притертой крышкой при комнатной температуре на пластинках «Силуфол» (15x15 см) производства фирмы Кавалир (Чехия).

Визуализация соединений легко происходит при облучении пластинок УФ-лампой, при этом наблюдаются интенсивно флюоресцирующие пятна от голубого до зеленого свечения (производные нафталимидов, кумаринов) или от оранжевого до красного (замещенные бензантроны, феналеноны,  $\gamma$ -пироны). Фосфорсодержащие красители, кроме того, могут быть обнаружены реактивом Васьковского [33], при этом производные фосфора (V) проявляются в виде синих или зеленоватых пятен на светло – коричневом фоне. Нефлюоресцирующие полупродукты четко обнаруживаются при экспозиции пластинок в камере с парами йода в течение 1 – 2 минут.

#### *Результаты и их обсуждение*

Удалось подобрать АСР для экспресс-анализа чистоты и идентификации методом ТСХ различных типов красителей для квантовой электроники – периинденонов (нафталимидов, феналенонов, бензантронов), кумаринов и хинолизинокумаринов, стирилпиранонов (ДСМ и аналогов), фосфорсодержащих генерирующих красителей с фосфонометильными и трифенилфосфазенильными группировками.

Установлены определенные закономерности ТСХ красителей, связанные со сложным многофакторным взаимодействием элюент – сорбент – адсорбированное вещество.

Так, в большинстве систем отмечены большие величины  $R_f$  для фосфонометилированных и фосфазосоединений по сравнению с исходными аминокпроизводными (например, Iб и Iк, Iв и Iн, Iг и Iм, IIIе и IIIл,м,о).

Исключение составляют лишь хроматографические подвижности аминотилфосфонатов на основе нафталимидов с объемистыми неопентилгликолевыми фрагментами или перфторалкильными радикалами (Iз, Iи).

Циклические аминокпроизводные перинафтененов отличаются несколько большими значениями  $R_f$ , чем незамещенные по азоту соединения (IIIе и IIIн, IVе и IVн-р).

Соединения, для которых возможно образование водородных связей с ОН-группами сорбента (Iе, IIIе, IVж-и, Vг,д, VIд) обычно отличаются меньшей подвижностью, чем сходные по структуре вещества (IIа, Va,б, VIв).

С увеличением длины алкильного радикала в 9-перфторхинолизинокумаринах (красители VIIм-о) происходит постепенное увеличение величин  $R_f$  во всех испытанных АСР.

Лазерные красители на основе  $\gamma$ -пирона отличаются низкой сорбируемостью при ТСХ во всех испытанных системах, однако, как правило, бис-производные красителя ДСМ и его аналогов (VIIIб,г,е,з) несколько менее подвижны, чем соответствующие монодериваты (VIIIа,в,д,ж). Для этой группы соединений оказалась существенной предварительная активация пластинок в течение 1-2 минут при 120°C; в этом случае удалось достичь более значительной разницы в величинах  $R_f$  между моно- и бис-производными (в табл. 6 указаны в скобках значения  $R_f$  после активации пластинок).

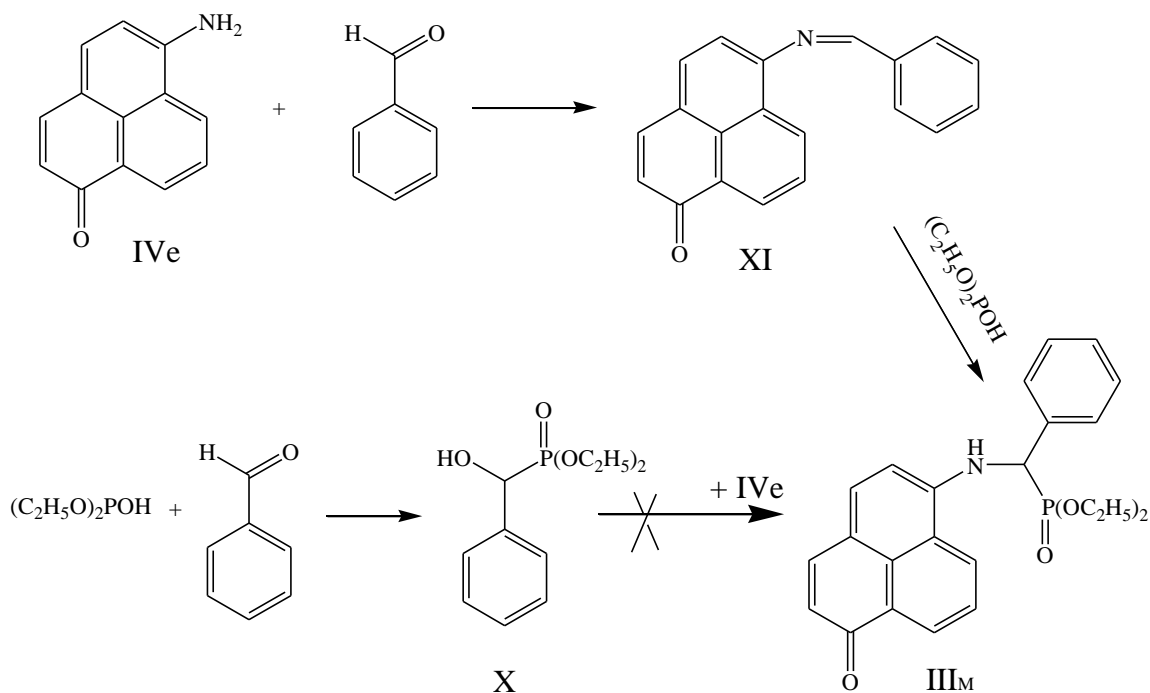
Это наблюдение оказалось справедливым и при разделении структурно близких 2-фенилперинафтененов IIIж и IIIз.

Предварительное активирование сорбента позволило достичь хорошего разделения моно- и дизамещенных ДСМ даже в случае использования вместо АСР хлорированных углеводородов (хлорбутан, хлористый метилен), что упрощает задачу отделения от примесей красителя ДСМ и его аналогов в случае препаративной ТСХ или колоночного хроматографирования.

Хроматография в исследованных АСР не только быстро и надежно контролирует чистоту лазерных красителей, но позволяет также следить за ходом реакции Кабачника-Филдса [34], Аппеля [35] по накоплению флюоресцирующего продукта с большими значениями  $R_f$ , чем у исходных аминоксоединений (для кислых фосфитов величины  $R_f$  приведены в [12]).

Кроме того, удалось показать, что реакция Кабачника-Филдса протекает для изученной группы нафталимидов и периинденонов по схеме первоначального образования основания Шиффа и последующего присоединения к нему диалкилфосфита (показано на примере получения красителя IIIм).





При ТСХ ни в одном случае не было отмечено присутствие даже следовых количеств (1-оксифенилметил)фосфоната. При этом на последовательной серии хроматограмм отчетливо видно, как по мере протекания реакции первоначально образующийся красный бензиденамин XI с большим значением  $R_f$  переходит в менее подвижный аминометилфосфонат ШМ с оранжево-красной флуоресценцией.

Отмечено, что при ТСХ в испытанных АСР II и IV лазерных красителей с фосфазо-группами (II-н, Шо, IV<sub>т</sub>) в условиях эксперимента ни в одном случае не было отмечено протекание азореакции Виттига [36] этих соединений с карбонильной группой элюента.

По результатам проведенных исследований показано, что ТСХ в АСР различной полярности является простым и удобным способом контроля чистоты лазерных красителей (особенно привлекательны системы II и III), при синтезе таких соединений может служить способом контроля полноты завершения химических реакций, а в некоторых случаях способствовать установлению механизма их протекания.

### Список литературы

1. Sherma J., Fried B. Handbook of Thin-Layer Chromatography. New York: Dekker, 2003. 1048 p.
2. Chromatographic Science Series, New York: Dekker, 1990. Vol. 52 (Modern Thin-Layer Chromatography), 490 p.
3. Konstantinova T.N., Konstantinov Hr.I., Betsheva R.I. Dyes and Pigments. 1999. Vol. 43. № 3. P. 197.
4. Allison R.T., Garratt N.J. Med. Lab. Sci. 1989. Vol. 46. № 2. P. 113.
5. Konstantinova T.N., Lazarova R.A. Dyes Pigments. 2007. Vol. 74. P. 208.
6. Chen J., Burghart A., Derecskei-Kovacs A., Burgess K. J. Org. Chem. 2000. Vol. 65. № 10. P. 2900.
7. Sukumaran V.S., Ramalingam A. Spectrochim. Acta. A. 2006. Vol. 63. № 3. P. 673.
8. Крымова, А.И. / А.И. Крымова, В.А. Петухов, М.Б. Попов // Квантовая электроника. - 1985. - Т. 12. - № 10. - С. 2163.
9. Maile R.J., Fischesser H.J., Anderson M.M. J. Chromatogr. 1977. Vol. 132. № 2. P. 336.
10. Roeder E. Pharmazie. 1975. Vol. 30. № 6. P. 349.
11. Ballschmiter K. Fresenius Z. anal. Chem. 1971. Vol. 254. P. 348.

12. Комлев, И.В. / И.В. Комлев, П.П. Дахнов, Л.М. Троицкая // ЖАХ. - 1978. - Т. 33. - Вып. 10. - С. 2046.
13. Майер, Г.В. / Г.В. Майер, Т.Н. Копылова, В.А. Светличный В.А. и др. // Квантовая электроника. - 2007. - Т. 37. - № 1. - С. 53.
14. Riechel S., Lemer U., Feldmann J. et al. Appl. Phys. 2000. Vol. 71. P. 897.
15. Ermer S., Valley J.F., Lyter R. et al. Proc. SPIE – Int. Soc. Opt. Eng. 1993. Vol. 1853 (Organic and Biological Optoelectronics). P. 183.
16. Diake J.M., Morse R.I. Optics Commun. 1975. Vol. 13. № 2. P. 109.
17. Wuebbles B.J., Felton J.S. Environ Mutagen. 1985. Vol. 7. P. 511.
18. Гордон, А. Спутник химика / А. Гордон, Л.М. Афанасиади. - М.: Мир, 1976.
19. Красовицкий, Б.М. Препаративная химия органических люминофоров / Б.М. Красовицкий, Л.М. Афанасиади. - Харьков: Фолио, 1997. - 207 с.
20. Аладов, А.В. / А.В. Аладов, В.В. Рыльков, А.В. Резниченко и др. // Опт. и спектр. - 1988. - Т. 64. - Вып. 1. - С. 51.
21. Кажока, Х.А. / Х.А. Кажока, М.В. Петрова, Э.Э. Лиепиньш, И.А. Мейровиц // Изв. АН Латв. ССР, сер. хим. - 1989. - № 1. - С. 93.
22. Fukutani H., Miura K., Educhi C. et. al. Пат. 4083725 (1978). США. // С.А. 1975. Vol. 83. P. 481.
23. Kirillova E., Meirovics I. Latv. Kim. Zurn. 2000. № 4. P. 64.
24. Кириллова, Е.М. / Е.М. Кириллова, И.А. Мейровиц, С.В. Беляков // ХГС. - 2002. - № 7. - Кириллова Е.М., Мейровиц И.А, Беляков С.В. С. 896.
25. Carlini F.M., Pieri G., Paffoni C. Пат. 4036733 (1977). США. // С.А. 1977. Vol. 86. P. 67.
26. Lakshmi G.S.P.V., Murthy Y.L.N., Anjaneyulu A.S.R., Santhamma C. Dyes and Pigments. 1995. Vol. 29. № 3. P. 211.
27. Нифантьев, Э.Е. / Э.Е. Нифантьев, С.П. Белов, И.В. Комлев, В.А. Петухов и др. // Сб. научн. трудов XVII Междунар. научно-техн. конференции «Лазеры в науке, технике, медицине - 2006». - М.: МНТОРЭС им. А.С.Попова, 2007. - С. 75.
28. Копылова, Т.Н. / Т.Н. Копылова, В.А. Светличный, Л.Г. Самсонова и др. // Квантовая электроника. - 2003. - Т. 33. - № 9. - С. 807.
29. Mukherjee T.K., Golubovic A. J. Org. Chem. 1965. Vol. 30. № 9. P. 3166.
30. Texier-Boullet F., Foucaud A. Synthesis. 1982. № 2. P. 165.
31. Grabchev I., Moneva I. Dyes Pigments. 1998. Vol. 37. № 2. P. 165.
32. Комлев, И.В. / И.В. Комлев, П.П. Дахнов, Л.М. Троицкая // Вестн. МГУ, сер. хим. - 1980. - Т. 21. - № 2. - С. 197.
33. Vaskovsky V.E., Kostetski E.Y., Vasendin I.M. J. Chromatogr. 1975. Vol. 114. № 1. P. 129.
34. Кабачник, М.И. / М.И. Кабачник, Т.Я. Медведь // Докл. АН СССР. - 1952. - Т. 89. - С. 689.
35. Appel R. Angew. Chem. 1975. Bd. 87. S. 863.
36. Cossio F.P., Alonso C., Lecea B. et. al. J. Org. Chem. 2006. Vol. 71. № 7. P. 2839.

#### **Сведения об авторах**

Белов Сергей Петрович - кандидат химических наук, доцент кафедры «Химия» ФГБОУ ВПО «Брянский государственный университет имени академика И.Г. Петровского», bsp1111@mail.ru.

Комлев Игорь Витальевич - старший научный сотрудник ФГБОУ ВПО «Московский педагогический государственный университет», chemdept@mtu-net.ru.

Нифантьев Эдуард Евгеньевич - доктор химических наук, профессор, член-корреспондент РАН, заведующий кафедрой ФГБОУ ВПО «Московский педагогический государственный университет», chemdept@mtu-net.ru.

## THIN-LAYER CHROMATOGRAPHY OF RED DYES AND INTERMEDIATES

S.P.Belov, I.V.Komlev, E.E.Nifant'ev

<sup>1</sup> - Academician I.G. Petrovskii Bryansk State University

<sup>2</sup> - Moscow Pedagogical State University

Binary homogeneous azeotropic solvent mixtures for thin-layer chromatography of laser dyes and intermediates (coumarins, naphthalimides, benzantrones, phenalenones,  $\gamma$ -pyrone derivatives) are proposed with dielectric constants of 2,4 – 19,3 and boiling points of 56,0 – 82,4°C. For all studied substances well-reproducible  $R_f$  values are obtained.

**Key words:** *Chromatography, thin-layer chromatography, laser dyes, eluent*

### References

1. Sherma J., Fried B. *Handbook of Thin-Layer Chromatography*. New York, Dekker. 2003. 1048 p.
2. *Chromatographic Science Series*, New York, Dekke., 1990. Vol. 52 (Modern Thin-Layer Chromatography). 490 p.
3. Konstantinova T.N., Konstantinov Hr.I., Betcheva R.I. *Dyes and Pigments*. 1999. Vol. 43. No. 3. P. 197.
4. Allison R.T., Garratt N.J. *Med. Lab. Sci.* 1989. Vol. 46. No. 2. P. 113.
5. Konstantinova T.N., Lazarova R.A. *Dyes and Pigments*. 2007. Vol. 74. P. 208.
6. Chen J., Burghart A., Derecskei-Kovacs A., Burgess K. *J. Org. Chem.* 2000. Vol. 65. No. 10. P. 2900.
7. Sukumaran V.S., Ramalingam A. *Spectrochim. Acta. A*. 2006. Vol. 63. No. 3. P. 673.
8. Krymova A.I., Petukhov V.A., Popov M.B. *Kvantovaya elektronika*, 1985. Vol. 12. No. 10. P. 2163.
9. Maile R.J., Fischesser H.J., Anderson M.M. *J. Chromatogr.* 1977. Vol. 132. No. 2. P. 336.
10. Roeder E. *Pharmazie*. 1975. Vol. 30. No. 6. P. 349.
11. Ballschmiter K. *Fresenius Z. anal. Chem.* 1971. Vol. 254. P. 348.
12. Komlev I.V., Dakhnov P.P., Troitskaya L.M. *ZhAKh*. 1978. Vol. 33. Issue 10. P. 2046.
13. Mayer G.V., Kopylova T.N., Svetlichniy V.A., Podgaetskiy V.M., Dolotov S.M., Ponomareva O.V., Monich A.E., Monich E.A. *Kvantovaya elektronika*, 2007. T. 37. № 1. P. 53.
14. Riechel S., Lemer U., Feldmann J. et al. *Appl. Phys.* 2000. Vol. 71. P. 897.
15. Ermer S., Valley J.F., Lyter R. et al. *Proc. SPIE – Int. Soc. Opt. Eng.* 1993. Vol. 1853 (Organic and Biological Optoelectronics). P. 183.
16. Diake J.M., Morse R.I. *Optics Commun.* 1975. Vol. 13. No. 2. P. 109.
17. Wuebbles B.J., Felton J.S. *Environ Mutagen.* 1985. Vol. 7. P. 511.
18. Gordon A., Ford R. *Sputnik khimika*. Moscow. Mir. 1976.
19. Krasovitskiy B.M., Afanasiadi L.M. *Preparativnaya khimiya organicheskikh lyuminoforov*. Kharkov/ Folio/ 1997. 207 p.
20. Aladov A.V., Rylkov V.V., Reznichenko A.V. *Opt. and Spektr.* 1988. Vol. 64. Issue 1. P. 51.
21. Kazhoka Kh.A., Petrova M.V., Liepinsh E.E., Meyrovits I.A. *Izv. AN Latv. SSR, ser. khim.* 1989. No. 1. P. 93.
22. Fukutani H., Miura K., Euchi C. et. al. Пат. 4083725 (1978). США. // C.A. 1975. Vol. 83. P. 481.
23. Kirillova E., Meirovics I. *Latv. Kim. Zurn.* 2000. No. 4. P. 64.
24. Kirillova E.M., Meirovics I.A., Belyakov S.V. *KhGS*. 2002. No. 7. P. 896.
25. Carlini F.M., Pieri G., Paffoni C. Пат. 4036733 (1977). США. // C.A. 1977. Vol. 86. P. 67.
26. Lakshmi G.S.P.B., Murthy Y.L.N., Anjaneyulu A.S.R., Santhamma C. *Dyes and Pigments*. 1995. Vol. 29. No. 3. P. 211.

27. Nifant'ev E.E., Belov S.P., Komlev I.V., Petukhov V.A. *Sbornik hauchnykh trudov XVII Mezhdunar. nauchno-tekhn. konf. «Lazery v nauke, tekhnike, medizine - 2006»*. Moscow. MNTOPES im. A.S.Popova. 2007. P. 75.
28. Kopylova T.N., Svetlichniy V.A., Samsonova L.G., Svetlichnaya N.N., Reznichenko A.V., Ponomareva O.V., Komlev I.V. *Kvantovaya elektronika*, 2003. Vol. 33. No. 9. P. 807.
29. Mukherjee T.K., Golubovic A. *J. Org. Chem.* 1965. Vol. 30. No. 9. P. 3166.
30. Texier-Boullet F., Foucaud A. *Synthesis*. 1982. No. 2. P. 165.
31. Grabchev I., Moneva I. *Dyes and Pigments*. 1998. Vol. 37. No. 2. P. 165.
32. Komlev I.V., Dakhnov P.P., Troitskaya L.M. *Vestnik MGU, ser. khim.* 1980. Vol. 21. No. 2. P. 197.
33. Vaskovsky V.E., Kostetski E.Y., Vasendin I.M. *J. Chromatogr.* 1975. Vol. 114. No. 1. P. 129.
34. Kabachnik M.I., Medved T.Ya. *Doklady AN SSSR*. 1952. Vol. 89. P. 689.
35. Appel R. *Angew. Chem.* 1975. Bd. 87. S. 863.
36. Cossio F.P., Alonso C., Lecea B. et. al. *J. Org. Chem.* 2006. Vol. 71. No. 7. P. 2839.

#### **Authors' information**

Sergey P. Belov - candidate of chemical sciences, associate professor of Department of Chemistry at Academician I.G. Petrovskii Bryansk State University, bsp1111@mail.ru.

Igor V. Komlev - senior researcher at Moscow Pedagogical State University, chemdept@mtu-net.ru.

Eduard E. Nifant'ev – doctor of chemical sciences, professor, corresponding member RAS, head of the Department at Moscow Pedagogical State University, chemdept@mtu-net.ru.