

**ИССЛЕДОВАНИЕ В ОБЛАСТИ ХИМИИ ПРОИЗВОДНЫХ
КАРБАЗОЛА****65. СИНТЕЗ АМИДОВ 9-МЕТИЛКАРБАЗОЛКАРБОНОВЫХ
КИСЛОТ**

В. В. ГОЛЬДШТЕЙН, В. П. ЛОПАТИНСКИЙ, Е. Е. СИРОТКИНА

(Представлена научно-методическим семинаром химико-технологического факультета)

По литературным данным [1, 2], амиды карбазол-карбонových кислот получают при взаимодействии карбазола с хлористым карбамилем в присутствии безводного хлористого алюминия при 70—80° в среде дихлорбензола. Однако трудная доступность и неустойчивость хлористого карбамила делают его неудобным реагентом, что заставило нас искать другие пути синтеза амидов. Кроме того, в литературе отсутствуют данные о получении амидов карбонových кислот 9-алкилкарбазолов. Известно, что мочевина при быстром нагревании расщепляется с образованием изоциановой кислоты, которая при взаимодействии с аминами приводит к получению замещенных мочевины [3]. В данной работе была изучена возможность использования этой реакции для синтеза амидов карбонových кислот 9-алкилкарбазолов.

Исследование показало, что реакция между 9-алкилкарбазолом и мочевиной в нейтральной среде в присутствии хлористого алюминия не происходит и для ее осуществления необходимо присутствие доноров протонов, таких, как протонные кислоты. Наиболее эффективно происходит синтез амидов в 100%-ной уксусной кислоте при температуре кипения. При этом в зависимости от количества взятых реагентов образуются преимущественно либо 3-моноамиды, либо 3,6-диамины карбонových кислот 9-алкилкарбазолов.

Данная реакция может быть осуществлена также и в бензоле при комнатной температуре при условии пропускания через реакционную смесь газообразного хлористого водорода, но выходы продуктов при этом снижаются.

Экспериментальная часть

Амид 9-метилкарбазол-3-карбоновой кислоты.

В колбу, снабженную обратным холодильником, загружают 0,01 М 9-метилкарбазола, 0,4 М уксусной кислоты (100%) и 0,01 М безводного хлористого алюминия. После того, как реакционная масса будет нагрета до кипения, в нее вносят небольшими порциями в течение 1 часа 0,01 М мочевины. Смесь кипятят еще 2—2,5 часа до тех пор, пока не перестанет выделяться белый осадок продукта реакции. Осадок отфильтровывают, кипятят с 10%-ным раствором едкого натрия для удаления хлористого алюминия, промывают водой и высушивают. Выход моноамида достигает 82—85% от теоретического. Вещество плавится при 236—238°, умеренно растворимо в диметилформамиде, плохо растворимо

в этаноле, нерастворимо в ароматических углеводородах, хлорбензоле и уксусной кислоте.

Анализы. Найдено, %: N 12,4. $C_{14}H_{12}N_2O$.

Вычислено, %: N 12,5.

Омыление амида в течение 30 часов смесью уксусной и соляной кислот (1:1) при кипении привело к 9-метилкарбазол-3,6-дикарбоновой кислоте с выходом 20%.

Диамид 9-метилкарбазол-3,6-дикарбоновой кислоты.

Получен по вышеописанной методике из 0,01 М 9-метилкарбазола и 0,028 М мочевины в присутствии 0,02 М хлористого алюминия и 0,4 М уксусной кислоты (100%) с выходом 87—88%. Вещество не имеет четкой точки плавления, немного растворимо в диметилформамиде и нерастворимо в других вышеперечисленных растворителях. Разлагается выше температуры 330°.

Анализы. Найдено, %: N 15,2. $C_{15}H_{13}N_3O_2$.

Вычислено, %: N 15,7.

Выводы

Осуществлен синтез моно-и диамидов 9-метилкарбазол-3- и 3,6-карбонновых кислот при взаимодействии 9-метилкарбазола с мочевиной.

ЛИТЕРАТУРА

1. И. Г. Фр. пат. 797072, 1936; С. А. 30, 6389, 1936.
2. Н. Норфф, Н. Охлингер. Ам. пат. 2137287, 1938; С. А. 33, 1759, 1939.
3. П. Каррер. Курс органической химии, ГХИ, 1960.