

ИССЛЕДОВАНИЕ В ОБЛАСТИ ХИМИИ ПРОИЗВОДНЫХ
КАРБАЗОЛА

XXVII. ИССЛЕДОВАНИЕ ОКСИЭТИЛИРОВАНИЯ КАРБАЗОЛА
В ДИНАМИЧЕСКИХ УСЛОВИЯХ

Е. Е. СИРОТКИНА, В. П. ЛОПАТИНСКИЙ, А. Е. ХУДЯКОВ

(Представлена научно-методическим семинаром химико-технологического факультета)

В предыдущей работе [1] нами было установлено, что при взаимодействии карбазола с окисью этилена в статических условиях может быть получен 9-(β -оксиэтил) карбазол с выходом более 90% в присутствии едкого кали в среде ацетона или метилэтилкетона при 50°C за 50 минут. Поэтому было интересно проверить возможность достижения высоких степеней превращения карбазола в 9-(β -оксиэтил) карбазол при оксиэтилировании в динамических условиях. Установка для оксиэтилирования состояла из стеклянной колонки, снабженной водяной рубашкой и обратным холодильником. Окись этилена подавалась в нижнюю часть колонки из испарителя через барботер. Расход ее измерялся реометром. В качестве катализатора использовался гранулированный едкий кали, которым заполнялась колонка. В верхнюю часть колонки непрерывно подавался насыщенный раствор карбазола в ацетоне. Пропускание окиси этилена начиналось после того, как раствор был доведен до температуры реакции. Скорость пропускания окиси этилена регулировалась температурой водяной бани, в которую был погружен испаритель. Продукты реакции выводились снизу колонки в воду, подкисленную соляной кислотой. Выпавший осадок, являвшийся смесью карбазола и 9-(β -оксиэтил)карбазола, отфильтровывался, сушился и взвешивался, после чего от него отделялся карбазол. Отделение непрореагировавшего карбазола было основано на плохой растворимости его в четыреххлористом углероде, в котором 9-(β -оксиэтил) карбазол хорошо растворим. В этой установке было проведено несколько серий опытов, в которых исследовалась зависимость выходов 9-(β -оксиэтил)карбазола от температуры, скоростей пропускания окиси этилена и ацетонового раствора карбазола, а также от высоты слоя катализатора. Результаты опытов сведены в табл. 1.

Опыты показали, что при повышении температуры выходы 9-(β -оксиэтил)карбазола возрастают и максимальная скорость процесса наблюдается при температуре кипения растворителя. Однако при этом возрастает количество продуктов осмоления, так что оптимальной температурой является 50°C. Установлено также, что выходы 9-(β -оксиэтил)карбазола увеличиваются при уменьшении скорости пропускания ацетонового раствора карбазола до 2,0 мл/мин при толщине слоя ка-

тализатора 400 мм и скорости пропускания окиси этилена 176 мл/мин. При соблюдении указанных оптимальных условий 9-(β-оксиэтил) карбазол может быть получен с выходом до 88% от теоретического. Большая часть не вступившего в реакцию карбазола может быть возвращена на повторное оксиэтирование после однократной перекристаллизации.

Таблица 1

№ п. п.	Температура реакции	Скорость вытекания реакционного раствора	Высота столба катализатора	Скорость пропускания окиси этилена	Выход 9-β-оксиэтил-карбазола	
					на прореагировавший карбазол	на исходный карбазол
	°С	мл/мин	мм	мл/мин	% от теор.	% от теор.
1	40	3,3	400	176	84,9	36,6
2	45	3,3	400	176	94,9	49,1
3	50	3,3	400	176	82,7	73,8
4	50	4	400	66	70,8	21,7
5	50	4	400	107	63,8	30,8
6	50	4	400	146	82,8	59,8
7	50	4	400	176	94,3	64,4
8	50	4	400	226	93,2	76,9
9	50	4	300	176	85,6	54,2
10	50	4	350	176	93,0	62,8
11	50	4	450	176	95,9	68,8
12	50	6,7	400	176	84,0	47,5
13	50	4	400	176	96,1	61,5
14	50	3,3	400	176	93,1	72,0
15	50	2,5	400	176	94,5	85,8
16	50	2	400	176	90,5	88,0

Выводы

1. Исследовано влияние основных факторов на процесс оксиэтирования карбазола в динамических условиях.

2. Установлено, что в оптимальных условиях 9-(β-оксиэтил) карбазол может быть получен с выходом 88% от теоретического.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. П. Лопатинский, Е. Е. Сироткина, И. П. Жеребцов. Изв. ТПИ, 112, 42, 1963.