

**ИССЛЕДОВАНИЕ В ОБЛАСТИ ХИМИИ ПРОИЗВОДНЫХ
КАРБАЗОЛА 75. ФОТОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ
1-АЦЕТИЛКАРБАЗОЛА**

Г. Н. ИВАНОВ, В. Я. ТОЛМАЧЕВА, В. П. ЛОПАТИНСКИЙ

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

В данном сообщении приведены результаты изучения реакционной способности 9-ацетилкарбазола в возбужденном состоянии при использовании УФ-излучения. Хотя реакции кетонных групп в возбужденном состоянии изучались ранее у большого числа соединений [1, 2, 3], в литературе нам не встречалось примеров фотохимических реакций ацетильных производных карбазола. Использование в качестве исходного продукта доступного 9-ацетилкарбазола было также интересным потому, что непосредственная связь кетонной группы с атомом азота давала возможность ожидать проявления специфической реакционной способности карбонильного кислорода к восстановлению, присоединению, циклизации и другим реакциям [1, 2, 3].

В качестве источника УФ-излучения использовался полный спектр ртутной лампы ПРК-7, работавшей в режиме электрической мощности, равной 1 квт. Облучению подвергали растворы 9-ацетилкарбазола в алифатических спиртах, из которых лучшим оказался изопропиловый. Температуры в опытах составляли 35-45°C, продолжительность облучения зависела от концентрации исходного вещества и объема реакционной массы. Результаты нескольких серий опытов позволили установить оптимальный показатель — 0,01 г/см³ × 0,02 часа, при котором достигался наибольший выход продукта превращения — 1-ацетилкарбазола (25-28%). Например, при объеме реакционной массы 1000 см³ и навеске 9-ацетилкарбазола 10 г необходимая продолжительность облучения составляет 20 час. Увеличение продолжительности облучения и концентрации исходного вещества повышало выход 1-ацетилкарбазола незначительно.

В продуктах реакции основную массу (40%) составлял исходный 9-ацетилкарбазол. Остаток после выделения ацетильных производных представлял собой смолистую массу, состав которой пока не изучен. Схема реакционного сосуда изображена на рис. 1.

Экспериментальная часть

Реагенты. 9-ацетилкарбазол, перекристаллизованный из этанола, имел т. пл. 74°C. Изопропиловый спирт имел квалификацию «чда».

1-ацетилкарбазол. 10-12 г 9-ацетилкарбазола растворялось в 1000-1200 см³ изопропилового спирта, и раствор заливался в реактор. После

подключения к реактору обратного холодильника реакционная масса продувалась током гелия (или азотом, очищенным от кислорода) с целью удаления кислорода из пространства над реактором. С момента включения ртутной лампы ток инертного газа уменьшался и оставался посто-

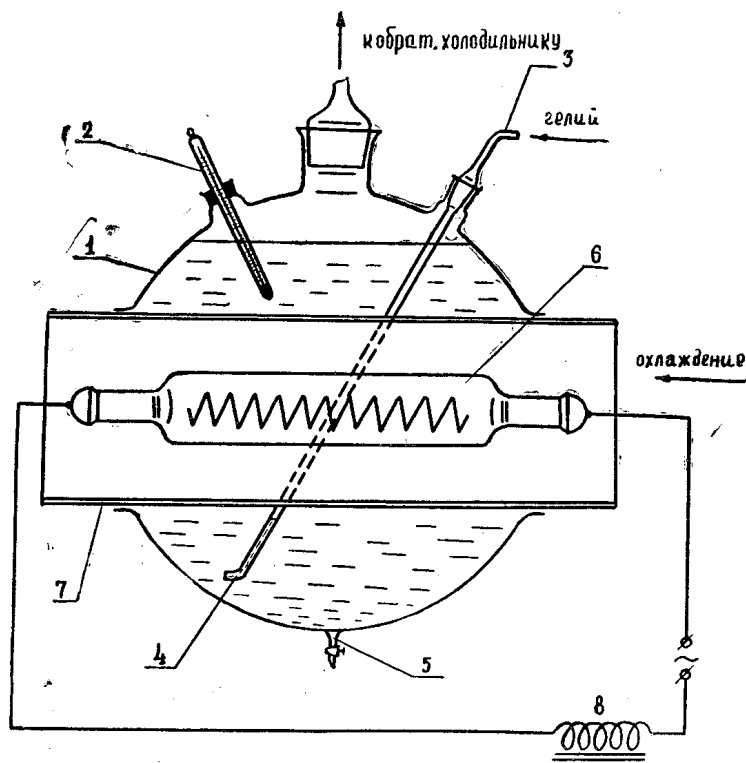


Рис. 1. Схема реакционного сосуда:
1 — реакционная колба, 2 — термометр, 3 — патрубок подачи инертного газа, 4 — барботер, 5 — сливной патрубок, 6 — ртутная лампа, 7 — кварцевая рубашка, 8 — дроссель

янным для осуществления необходимой циркуляции раствора. После 20—24 часов облучения реакционная масса сливалась из реактора, от нее отгонялась большая часть изопропилового спирта, и из остатка при кристаллизации выделены желтоватые кристаллы с т. пл. 129—130°C (выход 25—28% в расчете на 1-ацетилкарбазол). При перекристаллизации из метанола т. пл. повысилась до 132—133°C (лит. т. пл. 133—134° 1ацетилкарбазола [4]). Найдено: ацетильных групп оксимированием 12,9%. Вычислено (для моноацетилкарбазола) 13,3%. Продукт дает ИК-спектры и хроматограммы, не совпадающие со спектрами и хроматограммами заведомых образцов 2-, 3- и 9-ацетилкарбазолов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Дж. Калверт, Дж. Питс. Фотохимия. ИЛ., М., 1968.
2. А. Шенберг. Препаративная органическая фотохимия. ИЛ., М., 1963.
3. Н. Турро. Молекулярная фотохимия. «Мир», 1967.
4. Н. F. R. Manske, M. Kulka. Can. J. Res. B. 28, 443—50, 1950; C. A. 45, 2467, 1951.