

ИССЛЕДОВАНИЕ В ОБЛАСТИ ХИМИИ ПРОИЗВОДНЫХ  
КАРБАЗОЛА  
81. ФОТОХИМИЧЕСКОЕ ИНИЦИИРОВАНИЕ КОНДЕНСАЦИИ  
9-ОКСИМЕТИЛКАРБАЗОЛА

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

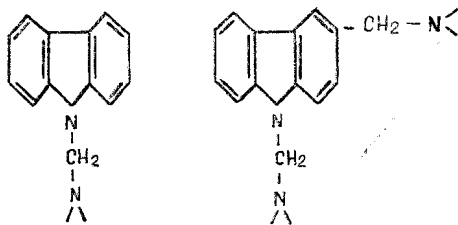
(Представлена научно-методическим семинаром органических кафедр  
и лабораторий)

9-Оксиметилкарбазол [1] может вступать в реакции поликонденсации, давая различные полимерные соединения. Такие продукты могут быть использованы для различных целей, одна из которых — использование продуктов реакции в составе фоточувствительных покрытий для электрофотографии.

Обычный способ поликонденсации 9-оксиметилкарбазола сводится к термической обработке его в кислой среде, где кислота выполняет роль катализатора. У этого простого способа имеются такие недостатки, как загрязнение продукта кислыми примесями и его окрашивание. Устранение отмеченных недостатков доступными методами далеко не всегда достигает цели.

В данном сообщении предлагается проводить реакцию конденсации 9-оксиметилкарбазола фотохимически без всяких катализирующих добавок. Суть метода заключается в том, что при облучении 9-оксиметилкарбазола УФ-светом в спиртовой среде, содержащей небольшое количество влаги, при температуре кипения раствора и его продувке воздухом в реакционном объеме образуются небольшие количества продуктов окисления, проявляющих кислую реакцию; образование небольших количеств таких примесей приводит к быстрому протеканию поликонденсационных процессов и выпадению полимерного осадка. Как правило, концентрация продуктов окисления в реакции настолько мала, что практически полимерные вещества получают очень чистыми.

Исследование структуры полимеров ИК-спектроскопией и химическими методами показало, что продукт не содержит оксиметильных групп, имеет карбазольную основу, содержит небольшой процент замещенных бензольных колец в 3-м положении, наблюдается повышенная интенсивность метиленовых групп и занятость 9-го положения. Перечисленные факты позволили предложить состав поликонденсата в виде смеси двух продуктов



Продукт не является результатом прямой фотохимической реакции, что было доказано идентичностью ИК-спектров соединений, полученных при термической конденсации в кислой среде и при конденсации с искусственной добавкой продуктов окисления без УФ-облучения. Проведение опыта в тех же условиях, но без нагревания, не дает выхода полимеров, что доказывается и хроматографическим определением.

Типовой опыт осуществлялся следующим образом.

В реактор [2] заливался спиртовой раствор 9-оксиметилкарбазола с концентрацией в пределах 0,1—10 г/л. При интенсивной начальной продувке объема воздухом производился нагрев реакционной массы до кипения. Включались источник облучения (лампа ДРТ-1000) и мешалка. Образование и выпадение полимерного продукта начиналось через 5—10 минут после начала облучения. Выход полимера через 3 часа достигал 50% от веса исходного мономера. По окончании опыта осадок отфильтровывался, промывался горячим спиртом и сушился при температуре 60°C в течение 2 суток.

В данных экспериментах использовался 9-оксиметилкарбазол, очищенный из этанола с т. пл. 129° С, изопропиловый спирт квалификации «ЧДА».

Продукт реакции получался в виде порошка белого цвета, нерастворимого в спиртах, ацетоне, бензоле, гексане, четыреххлористом углероде. Т. пл. продукта от 270 до 300°C (в зависимости от начальной концентрации). Измеренный среднечисловой молекулярный вес [3] имел значения 250—400.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Кулев Л. П., Лопатинский В. П. Известия ТПИ, 102, 103, 1959.
2. Иванов Г. Н., Толмачева В. Я., Лопатинский В. П. Авторское свидетельство по заявке № 1454018, «Способ получения 1-ацетилкарбазола».
3. Иванов Г. Н., Будаева В. А., Лопатинский В. П. Известия ТПИ, 136, 106, 1965.