

## ПОЛУЧЕНИЕ 5-БРОМ-8-ОКСИХИНОЛИНА

Л. И. АРИСТОВ, Т. И. КОСТИНА

(Представлена научно-методическим семинаром химико-технологического факультета)

Для выполнения ряда синтезов в ряду полихелатных полимеров нам был необходим 5-бром-8-оксихинолин.

В литературе описан синтез 5-бром-8-оксихинолина в среде уксусной кислоты [1]. Осуществление этого синтеза в лабораторных условиях требует десятикратное по весу количество уксусной кислоты и выходы 5-бромпроизводного незначительны.

В 1962 году А. Ф. Сухина показала, что при хлорировании 8-оксихинолина в серной кислоте с хорошим выходом получается 5-хлор-8-оксихинолин [2]. Бромирование 8-оксихинолина в этих же условиях, как показали наши опыты, также идет с лучшими выходами, чем в среде уксусной кислоты. Ниже приведены опытные данные по бромированию 8-оксихинолина в среде серной кислоты.

Таблица 1

№ опытов	Взято в реакцию		Температура реакции, °С	Концентрация серной кислоты, в %	Выход в % монобромпроизводного
	8-оксихинолина, г/моль	брома мм/моль			
1	10,0/0,069	3,6/0,069	-17	94	42,8
2	"	"	-0	94	52,6
3	"	"	-5	94	55,2
4	"	"	0	94	57,9
5	"	"	+10	94	32
6	"	"	-5	70	16,3
7	"	"	-5	57	16,3

Как видно из эксперимента, на выход монобромпроизводного влияет температура реакции, концентрация взятой кислоты.

Наилучшие выходы монобромпроизводного (57—55%) получаются при температуре реакционной среды 0—5°C.

С повышением температуры, а также с уменьшением концентрации серной кислоты выход монобромпроизводного снижается при увеличении выхода дибромпроизводного.

## Экспериментальная часть

10 г 8-оксихинолина растворяется в 25 мл серной кислоты ( $d=1,84$ ), находящейся в фарфоровом стакане, реакционная масса охлаждается до  $-5^{\circ}\text{C}$  и при механическом перемешивании из капельной воронки прибавляется 3,6 мл брома с такой скоростью, чтобы температура реакционной массы не превышала  $0^{\circ}\text{C}$ . После прибавления всего брома содержимое перемешивается еще 10 минут и выливается на лед (100 г). При этом выпадают сернокислые соли моно- и дибром-8-оксихинолина. При добавлении 100 мл воды раствор фильтруется от плохо растворимой соли 5-7-дибром-8-оксихинолина. Фильтрат нейтрализуется аммиаком, выпавший осадок отфильтровывается, промывается водой, высушивается и перекристаллизуется из этилового спирта. Выход 55% от теории, т. пл.  $124^{\circ}\text{C}$ .

Из нерастворимой соли дибромпроизводного после перевода ее в основание и перекристаллизации из бензола с выходом 10—15% получается 5-7-дибром-8-оксихинолин, т. пл.  $196^{\circ}\text{C}$ .

## Выводы

При бромировании 8-оксихинолина в среде концентрированной серной кислоты с выходом 57% получается 5-бром-8-оксихинолин.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Rosenmund, Doring. Arch. Pharm., 277, 266, (1928).
2. А. Ф. Сухина. ЖОХ, XXXII, 1356, 1962.