

## ИССЛЕДОВАНИЕ В ОБЛАСТИ ХИМИИ ПРОИЗВОДНЫХ КАРБАЗОЛА

### 54. Синтез 9-этанолкарбазолов взаимодействием карбазолов с этиленхлоргидрином

В. П. ЛОПАТИНСКИЙ, И. П. ЖЕРЕБЦОВ, Л. С. АЛАБЕРДИНА,  
Н. А. ХОМЯКОВА

(Представлена научно-методическим семинаром органических кафедр химико-технологического факультета Томского политехнического института)

9-этанолкарбазолы интересны как промежуточные вещества для синтеза мономеров на основе карбазола [1, 2].

Двумя общими способами их получения являются: действие окиси этилена на калий-карбазол [1] или на карбазол и его замещенные в присутствии щелочей в протоноакцепторных растворителях [3, 4, 5] и действие этиленхлоргидрина на карбазол в присутствии водных растворов щелочей в метилэтилкетоне [6] или ацетоне [7].

Последний способ разработан лишь для получения 9-( $\beta$ -окси) этилкарбазола.

В некоторых случаях, особенно в препаративных целях, удобнее пользоваться этиленхлоргидрином как реагентом для введения оксиэтильной группировки.

Этот способ, однако, в приложении к синтезу 9-( $\beta$ -окси)-этилкарбазола имеет существенные недостатки — большую продолжительность и малый выход [6, 7].

Задачей нашей работы явилось изучение возможностей синтеза 9-этанолкарбазолов через этиленхлоргидрин с целью усовершенствования метода получения 9-( $\beta$ -окси) этилкарбазола этим способом и распространение синтеза на галогензамещенные 9-этанолкарбазолы.

Предварительные опыты показали, что при взаимодействии этиленхлоргидрина и твердых щелочей в таких растворителях, как ацетон или метилэтилкетон выделяется окись этилена. При введении в такую систему карбазола или его замещенных и проводя реакцию в замкнутом сосуде можно было рассчитывать получить 9-этанолкарбазолы с большими выходами и при меньшей продолжительности реакции, чем описано ранее [6], так как взаимодействие окиси этилена с карбазолом [4] или его замещенными [5] происходит быстро и приводит к хорошим выходам 9-этанолкарбазолов. Такая возможность подтвердилась и ниже приводятся результаты опытов получения 9-этанолкарбазолов предлагаемым способом, основное отличие которого от ранее известного [6, 7] состоит в проведении синтеза в присутствии твердого едкого кали в замкнутом сосуде.

### Экспериментальная часть

3-хлор- и 3,6-дихлоркарбазолы получались по методикам, описанным ранее [8, 9].

9-( $\beta$ -окси) этилкарбазол. В колбу емкостью 2 л загружают 100 г карбазола (т. пл. 240°C), 100 г свежеприготовленного порошка едкого кали, 300 мл метилэтилкетона и 48 мл этиленхлоргидрина. Плотную закрытую колбу взбалтывают в течение получаса при комнатной температуре, затем полчаса выдерживают на водяной бане, нагретой до 45—50°, и снова взбалтывают. Получасовые циклы взбалтывания и нагревания чередуют так, чтобы общая продолжительность реакции составила 5—6 часов, после чего смесь выливают в воду и отмывают от щелочи и растворителя. Органический слой отделяют и высушивают, получая 124 г (98%) сырого 9-( $\beta$ -окси) этилкарбазола, который очищают, как описано в работе [4]. Чистый 9-( $\beta$ -окси) этилкарбазол плавится при 81—82°C (справочная 81—82, 83—83,5° [2]). Найдено %: N 6,36; OH (по Верлею) 8,1. C<sub>14</sub>H<sub>13</sub>ON. Вычислено %: N 6,63; OH 8,05.

3-хлор-9-( $\beta$ -окси) этилкарбазол. В условиях, найденных для 9-( $\beta$ -окси) этилкарбазола, из 200 г 3-хлоркарбазола, 167 г едкого кали, 76,4 мл этиленхлоргидрина в 600 мл метилэтилкетона получают 3-хлор-9-( $\beta$ -окси) этилкарбазол с выходом 98%. Очищая сырой продукт вакуумперегонкой с последующей перекристаллизацией из смеси бензола с петролейным эфиром, получают вещество с т. пл. 93° (справочная 93°C [5]).

Найдено %: N 5,50; OH (по Верлею) 6,75. C<sub>14</sub>H<sub>12</sub>ONCl.

Вычислено %: N 5,0; OH 6,02.

### 3,6-дихлор-9-( $\beta$ -окси) этилкарбазол

В аналогичных условиях из 174 г 3,6-дихлоркарбазола, 124 г едкого кали и 57 мл этиленхлоргидрина в 522 мл метилэтилкетона получают 3,6-дихлор-9-( $\beta$ -окси) этилкарбазол с выходом 97,5%. Сырой продукт очищают перекристаллизацией из спирта и получают вещество, плавящееся при 161—162° (справочная 161—162°C [5]).

Найдено %: N 4,97; OH (по Верлею) 6,10. C<sub>14</sub>H<sub>11</sub>ONCl.

Вычислено %: N 5,0; OH 6,07.

## Выводы

1. Усовершенствован способ получения 9-( $\beta$ -окси) этилкарбазола действием этиленхлоргидрина на карбазол.

2. Способ распространен на замещенные в ядре 9-этанолкарбазолы.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Н. Otsuki, J. Okano, T. Takeda. J. Soc. Chem. Ind. Japan., **49**, 169, 1946; С. А. **42**, 6354, 1948.
2. Мономеры, сб. 2, ИЛ., 1953.
3. В. П. Лопатинский, Е. Е. Сироткина, И. П. Жеребцов. Авт. свид. 159533, Б. И. **1**, 16, 1964.
4. В. П. Лопатинский, Е. Е. Сироткина, И. П. Жеребцов. Известия ТПИ, **112**, 42, 1963.
5. В. П. Лопатинский, И. П. Жеребцов, Е. Е. Сироткина, С. К. Верещагина. Известия ТПИ, **136**, 11, 1965.
6. H. Miller, R. Flowers, L. Flowers. J. Am. Chem. Soc., **70**, 3019, 1948.
7. British Thomson—Houston Co, Англ. пат. 620733 (1949), С. А. **43**, 6669 (1949).
8. В. П. Лопатинский, И. П. Жеребцов. Методы получения химических реактивов и препаратов, ИРЕА, II, 1964.
9. В. П. Лопатинский, И. П. Жеребцов, С. К. Верещагина. Методы получения химических реактивов и препаратов, ИРЕА, **11**, 1964.