

## 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-(β-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. Полукасовые 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-(β-окси) этилкарбазола, который очищают, как описано в работе [4]. Чистый 9-(β-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-(β-окси) этилкарбазол. В условиях, найденных для 9-(β-окси) этилкарбазола, из 200 г 3-хлоркарбазола, 167 г едкого кали, 76,4 мл этиленхлоргидрина в 600 мл метилэтилкетона получают 3-хлор-9-(β-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-(β-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-(β-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-(β-окси) этилкарбазола действием этиленхлоргидрина на карбазол.

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

## ЛИТЕРАТУРА

1. H. 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.