

**ИССЛЕДОВАНИЕ В ОБЛАСТИ ХИМИИ ПРОИЗВОДНЫХ
КАРБАЗОЛА 76. СИНТЕЗ 9-ЭТИЛ-3 (1-АМИНО-) ЭТИЛКАРБАЗОЛА**

Е. Е. СИРОТКИНА, В. П. ЛОПАТИНСКИЙ, Л. Ф. КОВАЛЕВА, О. Г. ЯКУШИНА

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

Превращение кетонов карбазольного ряда в amino-алкилы по реакции Лейкарта в литературе еще не было описано. Между тем получение таких аминов представляло интерес в связи с их потенциальной физиологической активностью. В качестве исходного вещества был выбран 3-ацетил-9-этилкарбазол. Для первоначального изучения его гидроаминирования использовалась методика А. Н. Коста и И. И. Грандберга [3] с применением избытка формамида (4—6 молей), муравьиной кислоты и скелетного никеля. Была разработана методика разделения продуктов реакции в тонких слоях на силикагеле с использованием в качестве подвижной фазы смеси растворителей, состоящей из бензола (95% об.) и метанола (5%). Хроматографическое изучение показало, что продукты реакции Лейкарта с 3-ацетил-9-этилкарбазолом представляют собой сложную смесь веществ. С целью нахождения условий более полного гидроаминирования кетона была проведена серия восьмичасовых опытов при различных температурах от 130 до 180°C и с обрывом реакции через каждый час. Анализ полученных хроматограмм показал, что полное превращение кетона происходит при 160°C через 4 часа, а при 180°C — через 1 час. В опытах при высоких температурах (170—180°C) через несколько часов появлялся 3-винил-9-этилкарбазол, доказанный по данным элементного анализа и совпадением R_f (0,97) и ИК-спектров с таковыми для 3-винил-9-этилкарбазола, полученного другим способом. С его термической полимеризацией, по-видимому, было связано значительное образование (до 50%) смолистых веществ в продуктах реакции при высоких температурах и жестких условиях. С целью избежания жестких условий синтеза и уменьшения, тем самым, количества побочных продуктов из рецептуры были исключены муравьиная кислота и скелетный никель. Этим путем удалось достичь высоких выходов продукта гидроаминирования (9-этил-3-(1-формиламино-)этилкарбазол, R_f 0,48), который после очистки перекристаллизацией составлял 75%. При щелочном гидролизе водно-спиртового раствора формильного производного был получен 9-этил-3-(1-амино-)этилкарбазол.

Экспериментальная часть

3-ацетил-9-этилкарбазол имел т. пл. 113—114°C [2]. Формамид получался по известной методике [1].

1. 9-этил-3-(1-формиламино-)этилкарбазол.

В круглодонную колбу, снабженную мешалкой, газоотводной трубкой и термометром, вносят 40 г 3-ацетил-9-этилкарбазола (0,168 м) и 40 мл формамида (0,89 м). Колбу помещают в термостат с температурой 180°C и выдерживают при данной температуре до прекращения выделения углекислого аммония, отрицательной реакции на кетон с 2,4-динитрофенилгидразином и при отсутствии на хроматограмме исходного кетона. Реакцию заканчивают за 2,5—3 часа. По окончании реакции содержимое колбы охлаждают, осадок промывают водой, сушат и очищают перегонкой в вакууме с последующей перекристаллизацией. При температуре 265—270°C (4 мм рт. ст.) и перекристаллизацией из этанола получают 30 г (75% от теорет.) бесцветного кристаллического вещества с температурой плавления 115—116°C, идентифицированного как 9-этил-3-(1-формиламино-) этилкарбазол.

Найдено %: N—10,42; C—77,1; H—7,13. Молекулярный вес (по Раути) 264. $C_{17}H_{18}N_2O$.

Вычислено %: N—10,5; C—76,7; H—6,76. Молекулярный вес 266. 2. 9-этил-3 (1-амино-) этилкарбазол.

К спиртовому раствору 10 г 9-этил-3-(1-формиламино-) этилкарбазола в 20 мл этанола добавляют 20 мл водно-спиртового (1:1) раствора, 2,1 г едкого кали и полученную смесь кипятят с обратным холодильником в течение 2 часов. После этого спирт отгоняют, к маслянистому остатку в колбе добавляют воду и содержимое колбы перемешивают. При этом выпадает белый кристаллический осадок в количестве 8,2 г (92% от теорет.) с т. пл. 33—34°C, который очищают перегонкой в вакууме. При 196—198°C (2 мм рт. ст.) получают бесцветное масло, быстро кристаллизующееся в белые кристаллы с т. пл. 35—36°C, хорошо растворимые в спиртах, эфире, ароматических углеводородах и идентифицированные как 9-этил-3-(1-амино-)этилкарбазол.

Найдено %: N—11,72; C—79,74; H—7,62. $C_{16}H_{19}N_2$.

Вычислено %: N—11,7; C—80,7; H—7,57.

ЛИТЕРАТУРА

1. Реакции и методы исследования органических соединений. Сборник 3, Госхимиздат, М., 1954, стр. 253.
2. Методы получения химических реактивов и препаратов. Выпуск II, ИРЕА, М., 1964.
3. А. Н. Кост, И. И. Грандберг. ЖОХ, 25, 1432, 1955.