

ИССЛЕДОВАНИЕ В ОБЛАСТИ ХИМИИ ПРОИЗВОДНЫХ
КАРБАЗОЛАXIX. СИНТЕЗ 9-(α -ЭТОКСИ) ЭТИЛКАРБАЗОЛА

Ю. П. ШЕХИРЕВ, В. П. ЛОПАТИНСКИЙ

(Представлена научным семинаром химико-технологического факультета)

При изучении взаимодействия винилацетата с карбазолом в присутствии щелочей мы установили, что при температурах ниже 0°C реакция приводит к образованию продукта присоединения 9-(α -ацетокси) этилкарбазола. Последний при кристаллизации из этилового спирта легко обменивает ацетильную группу на этоксильную с образованием 9-(α -этоксид) этилкарбазола [1]. Для окончательной идентификации полученного таким образом 9-(α -этоксид) этилкарбазола было решено провести его синтез другим путем.

Учитывая высокую реакционную способность галогенов в α -галогеноэтилалкиловых эфирах, мы считали, что взаимодействие α -хлордиэтилового эфира с карбазолом может привести к образованию интересующего нас 9-(α -этоксид) этилкарбазола.

Для синтеза α -хлордиэтилового эфира была использована методика, предложенная Ллойдом с сотрудниками, которая заключается в пропускании сухого газообразного хлористого водорода в смесь паральдегида и этилового спирта [3].

Первые опыты по взаимодействию α -хлордиэтилового эфира с карбазолом показали, что они бурно реагируют без катализатора и растворителя. Однако реакция сопровождается сильным осмолением, которое можно объяснить вторичными процессами, обусловленными выделяющимся при реакции хлористым водородом.

С целью связывания хлористого водорода реакцию стали проводить в растворе метилэтилкетона в присутствии твердого едкого кали. Таким путем нам удалось получить 9-(α -этоксид) этилкарбазол с выходом до 55% на вступивший в реакцию карбазол. Синтезированный продукт имеет физические константы и свойства, совпадающие с литературными данными [1, 2]. Температура плавления в смеси с образцом 9-(α -этоксид) этилкарбазола, полученным при обменной реакции между 9-(α -ацетокси) этилкарбазолом и этанолом, не обнаруживает депрессии.

Экспериментальная часть

α -хлордиэтиловый эфир. В смесь 62,1 г паральдегида и 62 г этанола (95,5%) при охлаждении смесью снега и соли пропускалось 67,4 г газообразного сухого хлористого водорода. Жидкость разде-

лялась на два слоя; верхний слой отделялся, высушивался над CaCl_2 и подвергался фракционированной перегонке. Отбиралась фракция с температурой кипения $92-96^\circ\text{C}$. Выход 42,95 г (30% от теоретического), $n_D^{20} = 1,4033$ (литературные данные: т. кип. $92-96^\circ\text{C}$; $n_D^{20} = 1,4053$ [3]). 9-(α -этокси) этилкарбазол. К суспензии 10 г карбазола и 3,3 г твердого КОН в 50 мл метилэтилкетона при 20°C и перемешивании добавлялось по каплям в течение 2 часов 8,5 мл α -хлорэтилового эфира. По окончании реакции масса выливалась в подщелоченную воду; выделялось желтое масло, которое постепенно превращалось в твердый осадок. Осадок отфильтровывался и обрабатывался 50 мл этанола при нагревании до 60°C . Не вступивший в реакцию карбазол (4,03 г) отфильтровывался. Из спирта при охлаждении выкристаллизовывался белый игольчатый осадок с т. пл. $72-74^\circ\text{C}$; выход 4,73 г (55,3% на вступивший в реакцию карбазол). После двухкратной перекристаллизации из спирта продукт плавится при $75-76^\circ\text{C}$ (литературные данные: т. пл. $74-74,5^\circ\text{C}$ [1, 2]). Найдено %: N 5,91; 6,08. $\text{C}_{16}\text{H}_{17}\text{ON}$, вычислено %: N 5,85.

ЛИТЕРАТУРА

1. В. П. Лопатинский, Е. Е. Сироткина, Ю. П. Шехирев, Л. Ф. Ковалева, А. Н. Юшко. Взаимодействие карбазола и индола с виниловыми эфирами. Тезисы докладов Всесоюзной конференции по химии пятичленных азотистых гетероциклов, Изд. Ростовского-на-Дону госуниверситета, 8, 1962.
2. J. Furukawa, A. Onishi, T. Tsuruta, J. Org. Chem, 23, 672, 1958.
3. Lloyd, Swallen, Board, J. Am. Chem. Soc., 52, 654, 1930.