

СРАВНЕНИЕ СПОСОБОВ ПОЛУЧЕНИЯ ДИОКСИХИНОЛИЛМЕТАНА

Л. И. АРИСТОВ, Р. Т. ЧУПРИНА, В. Н. ЛИНКО

(Представлена научно-методическим семинаром химико-технологического факультета)

Диоксихинолилметан представляет интерес как исходный материал для синтеза полимерных продуктов и биологически активных соединений, однако в литературе имеются противоречивые указания о температуре плавления этого вещества. Так, Н. Шуллер, получивший это соединение путем сернокислотной конденсации, указывает т. пл. 246°C [1]. С такой температурой плавления он был использован В. В. Коршак с сотрудниками для синтеза полихелатных соединений [2]. Буркхалтер, получивший это вещество путем конденсации 8-оксихинолина с формальдегидом в среде соляной кислоты, указывает температуру плавления для диоксихинолилметана 280°C . [3].

Нами более подробно изучены условия получения диоксихинолилметана как по методу Шуллера, а также по методу Буркхалтера, выяснены факторы, влияющие на выход этого продукта.

Сернокислотный способ по (Шуллеру)

Таблица 1

№ п.п.	Взято		Температура реакции, $^{\circ}\text{C}$	Выход % после первой перекристаллизации	Температура плавления, $^{\circ}\text{C}$	
	8-оксихинолина, г	40 % формальдегида, мл			после первой перекристаллизации	после четвертой перекристаллизации
1	10	44	-10	63,9	244—246	276
2	"	"	-5	64,5	"	"
3	"	"	0	72,5	"	"
4	"	"	+5	68,4	"	"
5	"	"	+15	62,5	"	"
6	"	"	0	73,7	"	"

Как видно из эксперимента, при получении диоксихинолилметана в среде концентрированной серной кислоты лучшие выходы (72%) получены при температуре 0°C . С повышением, а также с понижением

температуры выходы продукта снижаются. Однако качество полученного диоксихинолилметана во всех опытах было невысокое, если судить о повышении температуры плавления после каждой перекристаллизации.

Т а б л и ц а 2

Солянокислый способ (по Буркхалтеру)

№ п. п.	Взято		Температура реакции, °С	Время реакции, в мин.	Выход в % после одной перекристаллизации	Температура плавления, °С
	8-оксихинолина, г	40% формальдегида, мл				
1	5	1,5	кипение реакционной массы	60	51,6	272—274
2	"	"	"	90	70,3	272—274
3	"	"	"	120	70,3	272—274
4	"	"	"	150	62,5	272—274

Только после четырехкратной перекристаллизации из диметилформамида удалось повысить температуру плавления диоксихинолилметана до 276°C. Следует отметить, что элементарный анализ на азот продуктов с т. пл. 246 и 276°C были совпадающими. Найдено %: N — 9,51, 9,32, вычислено %: N — 9,24.

При получении диоксихинолилметана в среде соляной кислоты выход продукта зависит от продолжительности нагревания. Нагревание реакционной массы в течение 1,5 часа уже достаточно для получения максимального выхода продукта. Полученный продукт после вторичной перекристаллизации из диметилформамида имел температуру плавления 279—280°C. Рентгенограммы чистых веществ (с т. пл. 276 и 280°C), полученных обоими способами, были идентичными. Пониженную температуру плавления диоксихинолилметана, полученного в среде концентрированной серной кислоты, можно, по-видимому, объяснить большей примесью изомера — 7,7'-бис-8-оксихинолилметана, от которого, вероятно, освобождаемся только путем неоднократной перекристаллизации.

На основе проведенных опытов можно сделать вывод о предпочтительности получения диоксихинолилметана в среде соляной кислоты.

Экспериментальная часть

Диоксихинолилметан (солянокислый способ). К 30 г 8-оксихинолина (0,2 М), внесенного в колбу емкостью 0,5 л, прибавляется 9 мл 40% раствора формальдегида (0,108 М) и 105 мл концентрированной соляной кислоты. Содержимое колбы соединяется с обратным холодильником и нагревается на воздушной бане при слабом кипении раствора в течение 90 минут. Реакционная масса оставляется на сутки для созревания осадка. Образовавшийся желто-зеленый осадок отфильтровывается и переносится в стакан, где растворяется при слабом нагревании в 500 мл дистиллированной воды. Раствор нейтрализуется едким натром до нейтральной реакции по универсальному индикатору. Выпавший осадок отфильтровывается, промывается водой и высушивается. После трех перекристаллизаций из диметилформамида получается 19,3 г (62%) вещества с температурой плавления 279—280° (на блоке).

Выводы

Исследованы условия получения, 5,5'-бис-8-оксихинолилметана в среде серной и соляной кислот. Показаны преимущества получения вещества в соляной кислоте.

ЛИТЕРАТУРА

1. H. Schuller, I prack Chemie [2], 88, 180, 1913.
 2. В. В. Коршак, С. В. Виноградова, В. С. Артемова, Т. М. Бабчи-
нищев. Высокомолекулярные соединения, 2, 974, 1960.
 3. J. H. Burckhalter, R. I. Leib, I. org. Chem. 26, 4078, 1961.
-