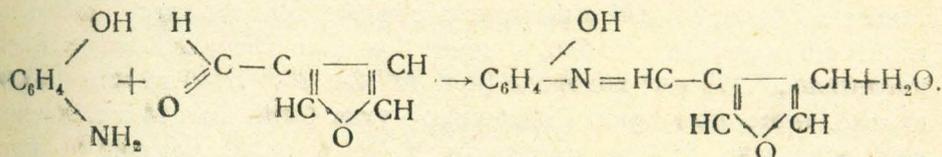


В. И. Исагулянц и М. Г. Маноле

## Синтез фурфурил-пара-аминофенола

Из продуктов конденсации пара-аминофенола с фурфуролом в литературе описано получение фурфурилиден-пара-аминофенола. Шиф<sup>1</sup> показал, что фурфурол с пара-аминофенолом, взятые в молекулярных соотношениях, образуют продукт конденсации с выделением одной молекулы воды, по уравнению:



Кениг оспаривает возможность образования основания Шифа при взаимодействии пара-аминофенола с фурфуролом и полагает, что в этом случае образуется продукт конденсации без выделения воды.

Леви<sup>2</sup> получил фурфурилиден-пара-аминофенол при взаимодействии пара-аминофенола с фурфуролом и впервые описал его свойства. По Леви, фурфурилиден-пара-аминофенол — кристаллическое вещество с т. пл. 176,5° С.

Для синтеза фурфурил-пара-аминофенола мы воспользовались указаниями Леви в части получения фурфурилиден-пара-аминофенола и разработали метод получения фурфурил-пара-аминофенола — препарата, не описанного в литературе.

Фурфурил-пара-аминофенол — кристаллическое вещество с т. пл. 105—106,5° С. Нерастворим в воде и бензине. Хорошо растворим в ацетоне и серном эфире. Микроопределение азота для синтезированного фурфурил-пара-аминофенола показывает достаточную чистоту полученного препарата.

### Получение фурфурилиден-пара-аминофенола

Для синтеза мы исходили из сульфата пара-аминофенола, так как при употреблении для этой цели пара-аминофенола реакция протекает хуже.

К 20 г сульфата пара-аминофенола, растворенного в воде и под-

кисленного уксусной кислотой, при комнатной температуре приливалось  $10,5 \text{ см}^3$  фурфуrolа, суспендированного в воде. Смесь энергично встряхивалась. Образовавшаяся красного цвета жидкость нейтрализовалась  $\frac{1}{2} \text{ N}$  раствором NaOH. При этом выпали красивые желтые кристаллы, которые были промыты водой и высушены на воздухе. Выход  $21,5 \text{ г}$ , что составляет  $90\%$  от теории. Температура плавления  $175,5\text{—}176^\circ$ .

### Получение фурфурил-пара-аминофенола

*а) Каталитическое восстановление в присут. платинового катализатора (платина на активированном угле, по Зелинскому).*

$1,5 \text{ г}$  фурфурилиден-пара-аминофенола, растворенного в  $10 \text{ см}^3$   $30\%$ -ой уксусной кислоты, было помещено в утку для гидрирования, куда было прибавлено  $0,6 \text{ г}$  катализатора (платина на угле, по Зелинскому), растертого в ступке в виде тонкого порошка. Гидрирование велось при комнатной температуре в приборе для количественного гидрирования<sup>8</sup>. Поглощение водорода шло интенсивно, более  $1 \text{ см}^3$  в минуту, в течение первого часа, затем поглощение водорода ослабло, а через 3 часа прекратилось вовсе. Всего поглотилось  $173 \text{ см}^3$  водорода (при  $30^\circ \text{ C}$  и  $76,8 \text{ м/м}$ ) вместо  $198 \text{ см}^3$ , необходимого по теории. Содержимое утки было вылито в стаканчик, нейтрализовано  $8\%$ -ым раствором NaOH и отфильтровано от катализатора. Из прозрачного фильтрата через 24 часа выпали золотисто-желтого цвета кристаллы фурфурил-пара-аминофенола с т. пл.  $106,5^\circ \text{ C}$ .

*б) Восстановление при помощи цинковой пыли в щелочной среде.*

В круглодонной колбе ёмкостью  $0,5$  литра, снабженной мешалкой,  $10 \text{ г}$  фурфурил-пара-аминофенола растворялось в  $100 \text{ см}^3$   $20\%$ -го раствора NaOH. К этому раствору было прибавлено  $10 \text{ г}$  цинковой пыли, и при комнатной температуре реакционная смесь перемешивалась в течение 5 часов, пока цвет реакционной смеси от желто-зеленоватой окраски изменился до светлосерого цвета. После этого реакционная смесь отстаивалась и прозрачная жидкость была отделена декантацией и нейтрализована уксусной кислотой. При этом выпал обильный осадок светложелтого цвета. Осадок был отсосан, промыт и высушен. Из фильтрата после стояния выпало еще некоторое количество кристаллов. Небольшое количество кристаллов было выделено из осадка цинковой пыли экстракцией серным эфиром. Всего было получено  $8,6 \text{ г}$  кристаллического продукта с т. пл.  $105,5\text{—}106,5^\circ \text{ C}$ . Продукт идентичен с фурфурил-пара-аминофенолом, полученным путем каталитического восстановления. Выход составляет  $86\%$  от теории.

## Микроопределение азота

1-е определение: Навеска фурфурил-пара-аминофенола 0,00945 г.

Получено азота . . . . . 0,6419 см<sup>3</sup>.

$$N_2 = 7,56\%$$

2-е определение: Навеска фурфурил-пара-аминофенола 0,0028 г.

Получено азота . . . . . 0,1911 см<sup>3</sup>.

$$N_2 = 7,59\%$$

Высчитано N<sub>2</sub> для C<sub>11</sub>H<sub>11</sub>O<sub>2</sub>N — 7,409%.

## Л И Т Е Р А Т У Р А

1. Liebig's—Annalen der Chemie, **201** (1880) 335.
2. Levi—Gazzeta Chimica Italiana, № **59** (1929) 544—48.
3. Лебедев, С. В.—Жизнь и труды, стр. 283 и 381.

Армянский филиал Академии наук СССР

Химический институт

Վ. Ի. Իսաղյանց եւ Մ. Գ. Մանուկ

## ՖՈՒՐՖՈՒՐԻԼ-ՊԱՐԱ-ԱՄԻՆՖԵՆՈՒՄԻ ՍԻՆՏԵԶԸ

Ա Մ Փ Ո Փ Ո Ւ Մ

Ստացված է գրականության մեջ անհայտ՝ ֆուրֆուրիլ-պարա-ամինֆենոլ, որը ստացված են նրա հիմնական հաստատունները:

V. I. Isagulyants, and M. G. Manole

*Synthesis of furfuryl-para-aminophenol*

## S u m m a r y

Furfuryl-para-aminophenol unknown in literature has been obtained and its basic constants determined.