

Warszawa, 9 grudnia 1937 r.

URZĄD PATENTOWY



C 09 b 11/12

## RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 25543.

Kl. 22 <sup>α, 11/12</sup> ~~b, 11~~

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
(Frankfurt n. M., Niemcy).

### Sposób wytwarzania kwaśnych barwników trójfenylo-metanowych.

Zgłoszono 26 listopada 1935 r.

Udzielono 24 września 1937 r.

Pierwszeństwo: 27 listopada 1934 r. (Niemcy).

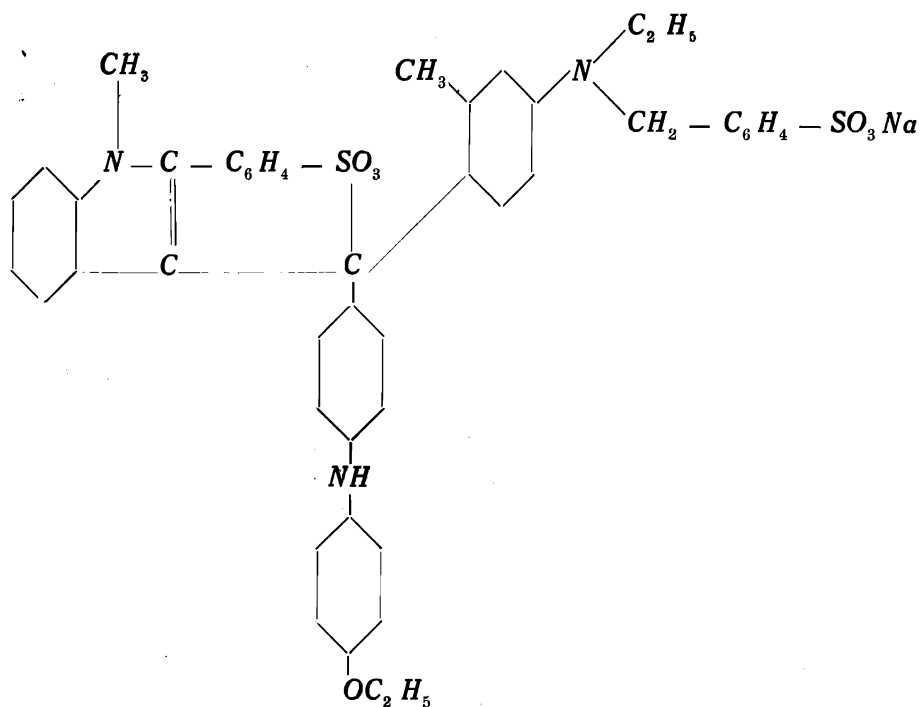
Wykryto, że otrzymuje się kwaśne barwniki trójfenylo-metanowe o wybitnej trwałości i przezroczystych odcieniach, jeśli indole, podstawione w położeniu 1, 2 i zawierające w położeniu 3 resztę *p* - chloro- albo *p* - alkoksy - benzoylową, kondensuje się z drugorzędowymi lub trzeciorzędowymi aminami aromatycznymi i takimiż aminami szeregu heterocyklicznego, a następnie atomy chloru w położeniu para względnie grupy *p* - alkoksylowe w produktach kon-

densacji wprowadza się w reakcję z pierwszorzędowymi aminami aromatycznymi, zawierającymi w położeniu para do grupy aminowej grupę alkoksylową, przy czym uwalnia się chlorowcowodór względnie odpowiedni alkohol, po czym tak wytworzone związki sulfonuje się, albo też jeśli najpierw sulfonuje się produkty kondensacji, a następnie dopiero wprowadza się je w reakcję z pierwszorzędowymi aminami aromatycznymi, zawierającymi w położeniu

para grupę alkoksylową. Indole podstawione w położeniu 1, 2 i 3, stosowane jako materiały wyjściowe, można łatwo otrzymać poddając przemianie produkty reakcji aryliidów kwasu benzoowego z tlenochlorkiem fosforowym za pomocą indolów, podstawionych w położeniu 1, 2, i działając na te produkty kondensacji kwasami rozcieńczonymi, przy czym grupa aryliidowa ulega odszczepieniu tworząc np. indolilofenylo-keton.

Przykład I. 34,6 części wagowych 1-

metylo - 2 - fenilo - 3 - *p* - chloro - benzoylo - indolu i 22,5 części wagowych etylo - benzoylo - meta - toluidyny kondensuje się, jak zwykle, w obecności 30,7 części wagowych tlenochlorku fosforu w temperaturze 100 — 105°C. Otrzymany zielony barwnik, nierozpuszczalny w wodzie, sulfonuje się, a następnie stapia z *p* - fenetydyną w temperaturze 120 — 125°C. W ten sposób otrzymuje się barwnik o wzorze następującym:



który w postaci swej soli sodowej barwi wełnę i jedwab na błękitno z odcieniem czerwonym; zabarwienia te są wybitnie odporne na działanie światła, są przezroczyste i wykazują dobrą barwę w świetle sztucznym (wieczorowym). 1 - metylo - 2 -

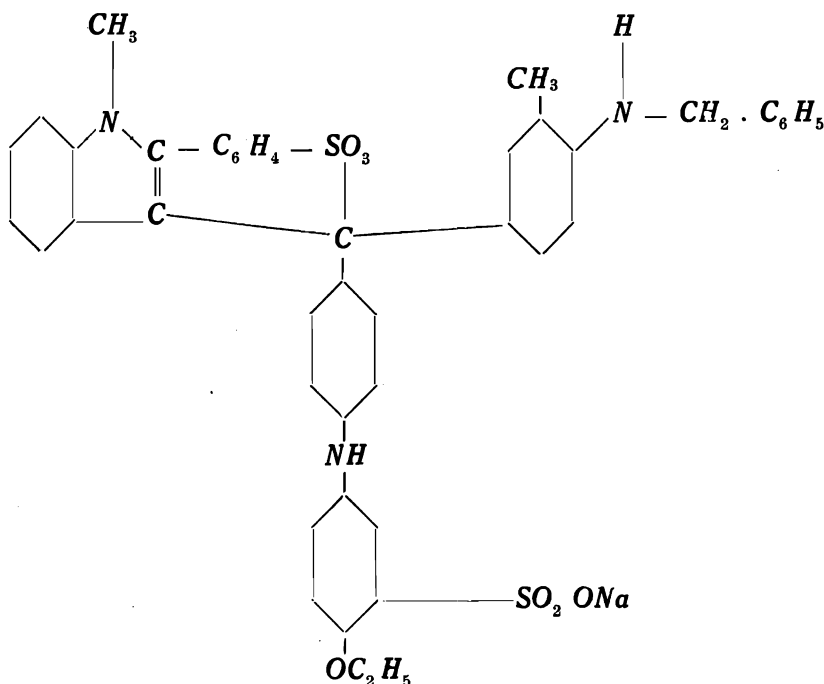
fenylo - 3 - *p* - chloro - benzoylo - indol, użyty jako materiał wyjściowy, można otrzymać w sposób następujący: 92,4 części wagowych *p* - chlorobenzanilidu, 82,8 części wagowych 1 - metylo - 2 - fenilo - 3 - *p* - chloro - benzoylo - indolu oraz 184,5 części wagowych tlenochlorku

fosforu mieszając ogrzewa się do temperatury 100 — 105°C i utrzymuje w tej temperaturze w ciągu 5 godzin. Następnie stop wylewa się do gorącego rozcieńczonego kwasu solnego mieszając i w ciągu kilku godzin utrzymuje w temperaturze kąpieli wodnej. Po ostygnięciu powstały osad odsącza się, a pozostałość po wysuszeniu przekrystalizowuje z ligoiny albo alkoholu. Tak otrzymany 1 - metylo - 2 - fenilo - 3 - *p* - chloro - benzoylo - indol topnieje w temperaturze 158,5°C.

Przykład II. Jeśli etylo - benzylo - *m* - toluidynę, użytą w przykładzie I, zastąpi się 21,1 części wagowych etylo - benzylo - aniliny, a poza tym postąpi się, jak opisano powyżej, to otrzymuje się barwnik, który w postaci soli sodowej barwi wełnę i

jedwab na odcienie niebieskie, wykazujące nieco wyraźniejszy odcień czerwony, niż barwnik, opisany w przykładzie I, poza tym o podobnych właściwościach.

Przykład III. Przez kondensację 34,6 części wagowych 1 - metylo - 2 - fenilo - 3 - *p* - metoksy - benzoylo - indolu z 20,0 częściami wagowymi benzylo - *o* - toluidyny w obecności 30,7 części wagowych tleno - chlorku fosforu w temperaturze 100 — 105°C wytwarza się zielony barwnik zasadowy, nierozpuszczalny w wodzie. Po stopieniu go z *p* - fenetydyną w temperaturze 120 — 125°C i następującym potem sulfonowaniu barwnika, otrzymanego w ten sposób, otrzymuje się barwnik o wzorze następującym:



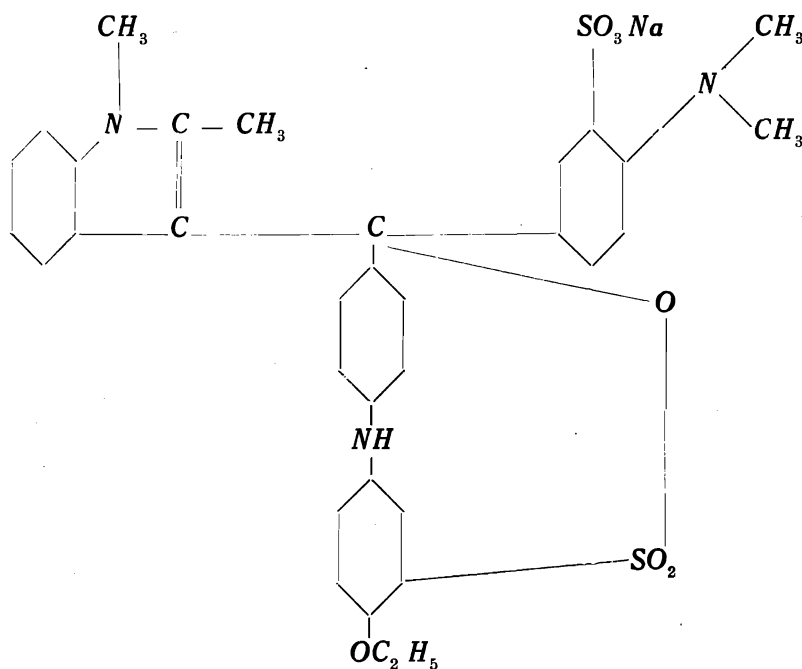
który w postaci soli sodowej barwi jedwab i wełnę na odcienie fioletowe o doskonałej odporności na działanie światła i przezro-

czystości przy bardzo dobrej barwie w świetle sztucznym (wieczorowym).

Przykład IV. 28,3 części wagowych

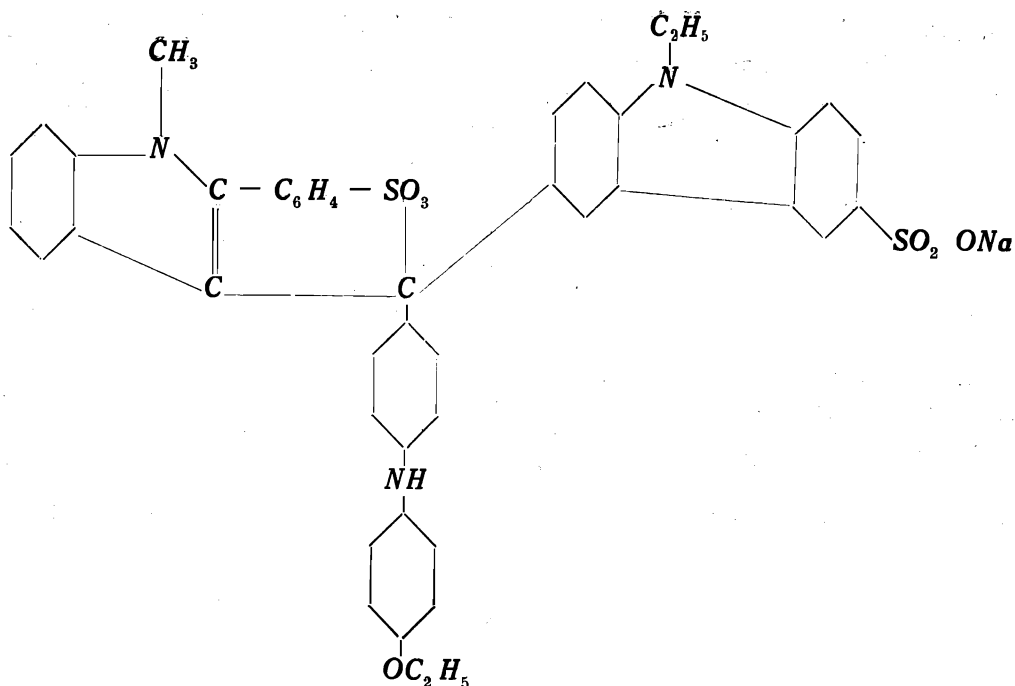
1, 2 - dwumetylo - 3 - *p* - chloro - benzoylo - indolu o punkcie topnienia 161,5 — 162°C i 12,1 części wagowych dwumetylo - aniliny kondensuje się, jak opisano powyżej, i otrzymany produkt kondensacji, będący zasadowym, nierozpuszczalnym w wodzie zielonym barwnikiem o odcieniu błękitnawym, stapia się z *p* - fenetydyną w temperaturze 120 — 125°C. Otrzymany

barwnik sulfonuje się; w postaci soli sodowej ciągnie on na wełnę i jedwab dając błękitne przezroczyste zabarwienia z odcieniem czerwonym. Wykazuje on bardzo dobrą odporność na działanie światła i dobrą barwę w świetle sztucznym (wieczorowym). Otrzymany barwnik posiada wzór następujący:



Przykład V. Jeśli dwumetyloanilinę, stosowaną w przykładzie IV, zastąpi się 20,0 częściami wagowymi benzylo - *o* - toluidyny i sulfonuje tak otrzymany zielony barwnik, to po stopieniu go z *p* - anizydyną w temperaturze 120 — 125°C otrzymuje się barwnik, który w postaci swej soli sodowej barwi jedwab i wełnę na przezroczyste odcienie fioletkowe, które są odporne na działanie światła i wykazują dobrą barwę w świetle sztucznym (wieczorowym).

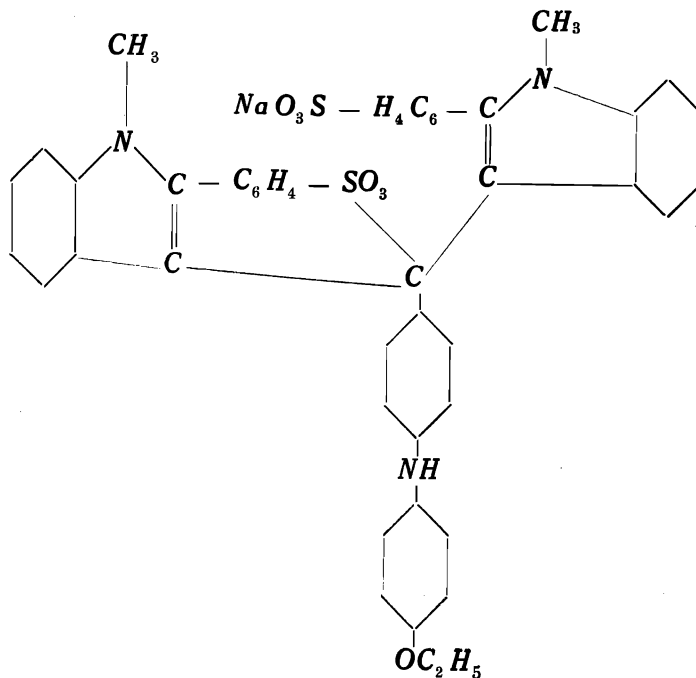
Przykład VI. 34,6 części wagowych 1-metylo - 2 - fenylo - 3 - *p* - chloro - benzoylo - indolu kondensuje się z 19,6 części wagowych *N* - etylokarbazolu w 200 częściach wagowych benzenu w obecności 16 części wagowych tleno-chlorku fosforu przy gotowaniu pod chłodnicą zwrotną. Otrzymany zielony barwnik stapia się z *p* - fenetydyną, jak opisano powyżej, a następnie sulfonuje. W ten sposób otrzymuje się barwnik o wzorze przypuszczalnie następującym:



który jako sól sodowa barwi wełnę i jedwab na błękitno z odcieniem czerwonym; odcienie te są bardzo odporne na działanie światła i wykazują dobrą barwę w świetle sztucznym (wieczorowym).

Przykład VII. Jeśli *N* - etylo - kar-

bazol, podany w przykładzie VI, zastąpi się 20,8 częściami wagowymi 1 - metylo - 2 - fenylo - indolu, a poza tym postąpi według tegoż przykładu, to otrzyma się błękitny barwnik o wzorze przypuszczalnie następującym:



który jako sól sodowa barwi wełnę i jedwab na odcienie bardzo odporne na działanie światła i o doskonałej barwie w świetle sztucznym (wieczorowym).

#### Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania kwaśnych barwników trójfenylo-metanowych, znamienny tym, że indole, podstawione w położeniu 1, 2 i zawierające w położeniu 3 resztę *p*-chloro- albo *p*-alkoksy-benzoylową, kondensuje się z drugorzędowymi lub trzeciorzędowymi aminami aromatycznymi i takimiż aminami szeregu heterocyklicznego,

następnie atomy *p*-chlorowe względnie grupy *p*-alkoksyłowej w produktach kondensacji wprowadza się w reakcję z pierwszorzędowymi aminami aromatycznymi, zawierającymi w położeniu para grupę alkoksylową, a wytworzony związek sulfonuje się, albo też produkty kondensacji najpierw się sulfonuje, a następnie wprowadza w reakcję z pierwszorzędowymi *p*-alkoksyaminami aromatycznymi.

I. G. Farbenindustrie  
Aktiengesellschaft.  
Zastępca: K. Czempiński,  
rzecznik patentowy.

