

10 września 1928 r.

cofd 24/68

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 7719.

Kl. 12 p 2.

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

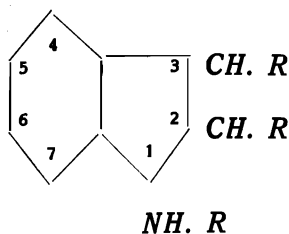
Sposób otrzymywania indofenoli.

Zgłoszono 30 października 1926 r.

Udzielono 13 czerwca 1927 r.

Pierwszeństwo: 2 listopada 1925 r. (Niemcy).

Wykryto, że indole uwodornione, łatwo dostępne technicznie o wzorze ogólnym



w którym R może oznaczać wodór lub resztę alkylową względnie aryłową, można przeprowadzić z p -amidofenolami w roztworze kwaśnym zapomocą środków utleniających w mocno zabarwione indofenole. Takie same indofenole można również otrzymywać, kondensując uwodornione indole z chinonochloroimidami lub p -nitrozo-

fenolami. Spostrzeżenie to jest tem godniejsze uwagi, że nieuwodornione indole w indofenole nie przechodzą. Wynika stąd, że zasadowość azotu pyrrolowego wskutek przyłączenia atomu wodoru znacznie wzrasta.

Zespoły pierścieniowe, mające grupę aminową łącznie z p -amidofenolami można utleniać na indofenole (patent niemiecki Nr 338 817). W czterohydronaftylaminie grupa aminowa umożliwiającą kondensację na indofenole, udziału jednak w tworzeniu pierścienia nie bierze.

Nowe indofenole, barwiące roztwór alkoholowy na mocny kolor czerwony lub niebieski, stosuje się jako półprodukt do otrzymywania barwników siarkowych i barwników kadziowych.

Przykład I. 20 kg *Pr-2*-jednometylodwuhydroindolu zarabia się 600 l wody i rozpuszcza, dodając 320 l *HCL* 19° Bé; następnie dodaje się roztwór 16 kg *p*-aminofenolu w kwasie solnym, 20 l kwasu siarkowego 60° Bé i roztwór powyższy wlewa szybko do wodnego roztworu 29 kg dwuchromianu sodowego, ostudzonego do temperatury lodu, dodaje 90 l ługu sodowego 30%-ego, redukuje siarkowodorem dopóty, dopóki mocno czerwony roztwór indofenolu nie przejdzie w jasno-żółty roztwór leukoindofenolu. Natenczas zakwasza się kwasem mineralnym do odczynu wyraźnie kwaśnego (kongo), ogrzewa do 60°, dodaje obficie soli i pozwala się ostygnąć. Wydziela wówczas żółto zabarwiony leukoindofenol. Oddziela się go od gąszczu chromowego i przemywa najkorzystniej roztworem soli kuchennej.

Leukoindofenol rozpuszcza się w wodnym ługu sodowym początkowo nie barwiąc roztworu, poczem utlenia się energicznie na powietrzu, barwiąc roztwór na kolor bardzo czerwony.

Przykład II. 17 kg dwuhydroindolu rozpuszcza się w sposób podany w przykładzie I i utlenia, jak powyżej, 16 kg *p*-aminofenolu, redukuje i wydziela. Zachowanie się leukoindofenolu względem ługu sodowego jest takie same jak i w przykładzie I.

Przykład III. 20 kg *Pr-2*-jednofenylo-dwuhydroindolu rozpuszcza się, jak podano w przykładzie I, i utlenia, jak powyżej, 16 kg *p*-aminofenolu, redukuje i wydziela. Zachowanie się leukoindofenolu względem *NaOH* jest podobne jak i w przykładzie I

Przykład IV. 22 kg *Pr-1.2*-dwumetylodwuhydroindolu rozpuszcza się, jak to podano w przykładzie I, i utlenia, jak powyżej 16 kg *p*-aminofenolu, redukuje i wydziela. Zachowanie się leukoindofenolu względem *NaOH* jest podobne do podanego w przykładzie I. Utlenia się on, barwiąc się na niebiesko.

Przykład V. 20 kg *Pr-2*-jednometylodwuhydroindolu rozpuszcza się, jak to podano w przykładzie I, utlenia, jak powyżej 37 kg siarczanu 2.6-dwuchloro - *p* - aminofenolu, redukuje i wydziela. Zachowanie się leukoindofenolu względem *NaOH* jest podobne do podanego w przykładzie I.

Przykład VI. 300 l kwasu siarkowego o 66° Bé ochładza się do 10° i zadaje 20 kg *Pr-2*-jednometylodwuhydroindolu. Następnie dodaje się stopniowo 20 kg chinonochloroimidu. Po mieszaniu przez czas krótki wlewa się do *NaOH*. Obecnie można indofenol wysolic lub, jak w przykładzie I, redukować i przerabiać dalej jak podano tamże.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania indofenolu, względnie leukoindofenolu, znamienny tem, że uwodornione indofenole utlenia się łącznie z *p*-aminofenolami lub kondensuje z chinonochloroimidami, względnie z *p*-nitrozofenolami.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.