

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 31160

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n. M.

Kl. 12 p. 2
MPK 07d 27/68

Sposób wytwarzania związków indolenowych szeregu naftokarbazolu

Zgłoszono 22 sierpnia 1938
Udzielono 16 listopada 1942
Pierwszeństwo: 13 kwietnia 1938 (Niemcy)

W patencie niemieckim nr 558472 opisany jest sposób wytwarzania indolenoli względnie leukoindolenoli z naftokarbazoli przez wymianę za pomocą chloroimidu chinonu. Sposób ten można stosować do izomerycznych naftokarbazoli, ich pochodnych *N*-alkylowych i do produktów podstawienia tych związków z przynajmniej jednym wolnym para-położeniem względem azotu karbazolowego.

Obecnie stwierdzono, że 3, 4, 5, 6-dwu-naftokarbazol (o punkcie topnienia 159°C) otrzymywany sposobem według patentu niemieckiego nr 624563 z 2,2'-dwuoksy-1,1'-dwunaftylu przez obróbkę amoniakiem względnie pierwszorzędowymi aminami w temperaturze podwyższonej, nie posiadający żadnego wolnego para-poło-

żenia względem azotu karbazolowego, tak samo, jak jego produkty podstawienia przy azocie, może podlegać również kondensacji z chloroimidem chinonu, jak również z nitrozofenolem, z wytwarzaniem się niebieskich indozwiązków. Otrzymywane związki można stosować do wyrobu barwników.

Przykład I. 13,3 części wagowych 3, 4, 5, 6-dwu-naftokarbazolu dodaje się mieszając do 150 części objętościowych kwasu siarkowego o stężeniu 66°Bé w temperaturze mniej więcej —10°C dodając następnie ochłodzonego do tej samej temperatury roztworu 10,6 części wagowych chloroimidu chinonu w 100 częściach objętościowych kwasu siarkowego o stężeniu 60°Bé, po czym miesza się dodatkowo przez krót-

ki czas. Otrzymany ciemnoczerwony roztwór można wylać na lód, korzystniej jednak jest zastosowanie redukcji przy wylewaniu na lód przez wsypanie podsiarczynu sodu, przy czym leukozwiązek wydzielą się w postaci jasnożółtych płatków. Następnie odsysa się i przemywa dodatkowo wodą.

Przykład II. 5,3 części wagowych 3, 4, 5, 6-dwunaftokarbazolu wprowadza się w temperaturze -10°C do 50 części objętościowych kwasu siarkowego o stężeniu 60°Bé , dodając następnie ochłodzonego roztworu 3 części wagowych nitrozofenolu w 60 częściach objętościowych kwasu siarkowego o stężeniu 60°Bé ; mniej więcej po $\frac{1}{2}$ —1-godzinnym mieszaniu masę tę wsypując podsiarczynu wprowadza się do lodu, po czym się odsysa, a następnie przemywa. Otrzymany leukozwiązek, tak samo, jak wytworzony według przykładu I, rozpuszcza się w ciepłym 3%-owym roztworze wodorotlenku sodu zabarwiając go na żółtą barwę, ług chlorowy zaś utlenia ten leukozwiązek na niebieski indozwiązek.

Przykład III. 14 części wagowych *N*-metylo-3, 4, 5, 6-dwunaftokarbazolu, otrzymanego przez wymianę 2,2'-dwuoksy-1,1'-dwunaftyłu z metyloaminą, rozpuszcza się w 150 częściach objętościowych kwasu siarkowego o stężeniu 60°Bé

w temperaturze -10°C , po czym dodaje się ochłodzonego do tej samej temperatury roztworu 10,6 części wagowych chloroimidu chinonu w 100 częściach objętościowych kwasu siarkowego o stężeniu 60°Bé . Po krótkim czasie otrzymamy ciemnoniebieski roztwór rozlewa się na lód dodając podsiarczynu. Otrzymany jasnożółty leukozwiązek rozpuszcza się w rozcieńczonym roztworze wodorotlenku sodu trudniej, niż odpowiedni związek otrzymany z 3, 4, 5, 6-dwunaftokarbazolu, natomiast rozpuszcza się łatwo przy dodaniu nieznacznej ilości alkoholu etylowego. Ług chlorowy utlenia ten leukozwiązek na niebieski indozwiązek.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania indofenolowych związków szeregu naftokarbazolu, znamieny tym, że 3, 4, 5, 6-dwunaftokarbazol nie posiadający żadnego wolnego para-położenia względem azotu karbazolowego, jak również jego produkty podstawienia przy azocie, kondensuje się z p-chloroimidem chinonu względnie p-nitrozofenolem.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft
Zastępca: inż. J. Wyganowski
rzecznik patentowy