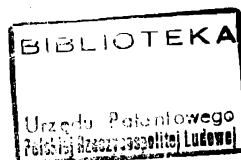


2
Warszawa, 6 maja 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



CO7 d 27/56²



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 21282.

Kl. 12 p, 2.

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

Sposób wytwarzania aldehydów szeregu indolowego.

Zgłoszono 11 maja 1934 r.

Udzielono 26 marca 1935 r.

Pierwszeństwo: 13 maja 1933 r. (Niemcy).

W patentach niemieckich NrNr 514 415 i 519 444 opisany jest sposób wprowadzania grup aldehydowych do związków cyklicznych, zawierających tlen, względnie do węglowodorów aromatycznych, polegający na tem, że na wymienione związki działa się metyloformyloaniliną w obecności kwaśnych środków kondensujących, zawierających chlor, zwłaszcza tlenochloru fosforu.

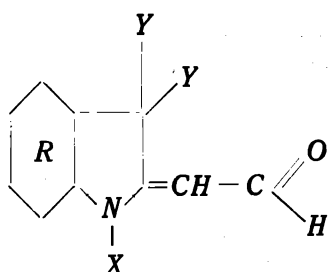
Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu wytwarzania aldehydów szeregu indolowego, posiadających zdolne do reakcji grupy metylenowe, polegającego na działaniu w ten sam sposób na związki indolowe me-

tyloformyloaniliną w obecności kwaśnych środków kondensacyjnych, zawierających chlor, zwłaszcza w obecności tlenochloru fosforu, korzystnie w obecności środków rozcieńczających. Grupa aldehydowa nie zostaje przytem związana z pierścieniem, lecz wstępuje na miejsce wodoru zdolnej do reakcji grupy metylenowej.

Naprzekład na 1,3,3-trójmetylo-2-metyleno-indolinę działa się metyloformyloaniliną w obecności tlenochloru fosforu, chloru tionyłu lub chloru siarczyny, przyczem składniki te poddaje się reakcji jako takie lub w obojętnym rozpuszczalniku. W ten sposób otrzymuje się nieznaną

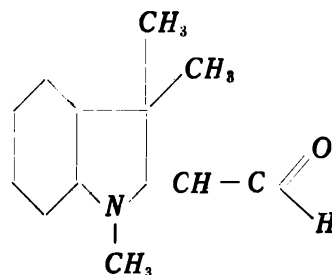
dotychczas 1,3,3-trójmetylo-indolino-2-metyleno- ω -aldehyd. Sposób według wynalazku niniejszego można w ogólności stosować do związków indolu ze zdolniami do reakcji grupami metylenowymi; umożliwia on wytwarzanie w prosty sposób aldehydów nowego szeregu, stanowiących ważne produkty pośrednie przy wytwarzaniu barwników, zwłaszcza też przy wytwarzaniu uczulaczy do celów fotograficznych.

Naprzykład otrzymuje się substancje o następującym wzorze ogólnym:



w którym X oznacza grupę alkylową, oba Y oznaczają identyczne grupy alkylowe, a pierścień R może zawierać grupy podstawiające.

Przykład I. Do 135 części wagowych metyloformyloaniliny wlewa się w temperaturze zwykłej, mieszając w ciągu $\frac{1}{2}$ godziny, 155 części wagowych tlenochlorku fosforu i miesza jeszcze przez 2 godziny. Następnie mieszaninę reakcyjną rozcieńcza się zapomocą 150 części wagowych *o*-dwuchlorobenzenu, ochładza do $+5^{\circ}\text{C}$ i w temperaturze tej dodaje powoli 170 części wagowych 1,3,3-trójmetylo-2-metylenoindolu; po upływie mniej więcej 15 godzin mieszaninę reakcyjną nastawia się zapomocą rozcieńczonego roztworu sodowego alkalicznie i zapomocą destylacji parą wodną usuwa dwuchlorobenzen, metyloanilinę i ewentualnie niezmienną 1,3,3-trójmetylo-2-metylenoindolinę, a zestaloną pozostałość przekrystalizowuje się, po suszeniu, z ligroiny. Otrzymuje się 1,3,3-trójmetyloindolino-2-metyleno- ω -aldehyd o wzorze:



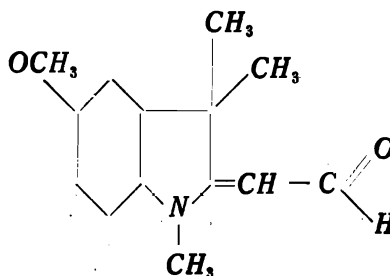
który krystalizuje się w grubych, dużych kryształach o punkcie topnienia 118°C . Wydajność otrzymanego związku wynosi mniej więcej 75% ilości teoretycznej.

Stosując zamiast 1,3,3-trójmetylo-2-metylenoindoliny 1-etylo-3,3-dwumetylo-2-metylenoindolinę lub 1,3,3-trójetylo-2-metylenoindolinę albo 1-metylo-3,3-dwuetylo-2-metylenoindolinę, otrzymuje się aldehydy o podobnych właściwościach.

Zamiast tlenochlorku fosforu można z tym samym skutkiem stosować chlorek tiouyłu lub chlorek siarkowu.

Przykład II. Do 140 g metyloformyloaniliny wlewa się w temperaturze zwykłej, dobrze mieszając w ciągu $\frac{1}{2}$ godziny, 160 g tlenochlorku fosforu. Po dalszym trzygodzinnym mieszaniu, mieszaninę reakcyjną rozcieńcza się 300 g chlorobenzenu i ochładza do $+5^{\circ}\text{C}$. Następnie dodaje się powoli 200 g 1,3,3-trójmetylo-2-metyleno-5-metoksyindoliny i postępuje dalej według przykładu I.

W ten sposób otrzymuje się 1,3,3-trójmetylo-5-metoksyindolino-2-metyleno- ω -aldehyd o wzorze następującym:



o punkcie topnienia 105°C , z wydajnością mniej więcej 70% ilości teoretycznej.

Podobne aldehydy otrzymuje się, wychodząc od indolów, zawierających zamiast grupy metoksyłowej inne grupy podstawiające, np. grupę etoksyłową lub grupę alkylową lub też aryłową.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania aldehydów szeregu indolowego, znamienny tem, że na związki indolu, zawierające zdolne do reakcji gru-

py metylenowe, działa się metyloformylo-aniliną w obecności kwaśnych środków kondensacyjnych, zawierających chlor, korzystnie w obecności środków rozcieńczających.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.