

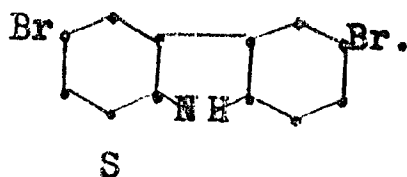
KALLE & Co. Aktiengesellschaft, Wiesbaden-Biebrich

Monatsbericht

| | | | | | |
|------------------------------------|---|-------|-------------------------|--------------------|--------|
| Angefertigt | 3 | Expl. | Monat..... | März | 193 7. |
| Verteilt an H.Dir.Dr.Schmidt | 1 | Expl. | Bericht des Herrn | Dr.Mittag | |
| H.Dr.Mittag | 1 | Expl. | vom | 2.IV. | 193 7 |
| zu den Akten | 1 | Expl. | Gesehen vom: | | |
| | | Expl. | Abteilungsleiter | | |
| Insgesamt 1 Manusk. & 3 | | Expl. | Vorstand | (gez.) Dr.Schmidt. | |

Die im Februar-Bericht erwähnte 1,8-Dioxy-carbazol-3,6-disulfosäure wurde nach Frdl. 17, 1, 724 durch Drücken mit 7%iger Schwefelsäure in das 1,8-Dioxycarbazol übergeführt. Die Wasserlöslichkeit dieses Körpers ist ausreichend zu seiner Verwendung als Kupplungskomponente. Er kuppelt mit Blausalz ^{schmutzig} braunviolett, mit Diazid rein braun. Mit ersterem schnell und schon in Gegenwart von Azetat, langsamer mit letzterem. Noch schwerer mit Diazo GA, C-Base Om. Die Töne sind trüb, jedoch ist - wie allgemein in der Carbazolreihe - die Farbkraft nicht so groß wie die bei Naphtalin-Derivaten.

Es wurde Dibromcarbazol hergestellt und mit 20er Oleum sulfoniert bei 150 - 160°. Nachdem das Produkt wasserlöslich geworden war, wurde aufgearbeitet. Die Analyse ergab, daß eine Dibrom-carbazol-monosulfosäure entstanden ist, vermutlich die 3,6-Dibrom-carbazol-8-sulfosäure.



Bei stärkerer Sulfonierung entstand ein bromfreies Produkt. Eine Probe-schmelze mit Ätzkali und obiger Monosulfosäure lieferte eine kuppelnde Substanz, vermutlich das 1,3,6-Trioxycarbazol. Seine Kupplungseigenschaften sind nicht so interessant, daß sich eine Reindarstellung lohnt.

Darstellung der Carbazol - 2,7 - disulfosäure



Diphenyl wurde sulfoniert und nitriert zur 0,0'-Dinitro-diphenyl-p,p'-disulfosäure

Sodann wurde mit Eisen reduziert und das Diaman tetrazotiert. Die schwerlösliche Tetrazo-Verbindung wurde nach Täuber in eine Mischung

von Natronlauge und einer Lösung von Na_2S eingetragen. Durch Aussalzen wurde aus der alkalischen Flüssigkeit die Carbazol-disulfosäure erhalten.

Versuche, die 2,2'-Dinitro-diphenyl-4,4',6,6'-tetrasulfosäure herzustellen und daraus eine Carbazol-tetrasulfosäure., sind im Gange.

Weitere Versuche, auf anderen Wegen aus der oben angeführten Diaminodiphenyl-disulfosäure. zu der gewünschten Carbazol-disulfosäure. zu gelangen, verliefen erfolglos. Die Methode nach C.32 II, 1526 (I.G.-Patent) wurde nicht nachgeprüft.

2-oxy-carbazol-7-sulfosäure. wurde erhalten durch Ätzkali-Schmelze der 2,7-Disulfosäure. bei $250 - 260^\circ$. Ihr Kaliumsalz ist leicht in heissem, weniger in kaltem Wasser löslich. Die Stickstoff- und Schwefelbestimmungen machen obigen Körper wahrscheinlich. Die zweite Sulfogruppe auch herauszuwerfen, gelingt nicht ohne weiteres, da bei höherer Temperatur schon Zersetzung des Heter⁵⁰ringes eintritt. Als Nebenprodukt entsteht etwa 2,4,2,4'-Tetraoxy-diphenyl, welches jedoch leicht abzutrennen ist vermöge seiner leichten Löslichkeit in kaltem Wasser. Möglicherweise ist es entstanden aus der 2,2'-Dioxy-diphenyl-4,4'-disulfosäure., welche ihrerseits leicht entsteht beim Zersetzen der Tetrazoverbindung der 2,2'-Diamino-diphenyl-4,4'-disulfosäure.

Die 2-Oxy-carbazol-7-sulfosäure, kuppelt mit Blausalz braunstichig gelb, nicht mit Azetat, wohl aber mit Bikarbonat. Mit Diazid gelb, nicht mit Azetat, langsam mit Bikarbonat. Mit Diazo GA, C-Base OM, O-Base nur schlechte Kupplung.

p,p'-Dioxy-stilben-o,o'-disulfosäure. wurde erhalten aus der entsprechenden Diaminodisulfosäure. durch Tetrazotieren und Verkochen. Letztere ist leicht erhältlich aus p-Nitrotoluol-o-sulfosäure. mit Natronlauge und Zinkstaub.

Durch Ätzkali-Schmelze wurde das 2,4,2,4'-Tetraoxy-Stilben erhalten. Die Ausbeuten sind noch nicht befriedigend. Diese Verbindung kuppelt im Ton und auch in der Geschwindigkeit ähnlich der entsprechenden Diphenyl-Verbindung. Ersterer ist noch etwas mehr nach braun verschoben. Die Nuance ist jedoch trüber und gedeckter als beim Diphenyl-Derivat.

(gez.) Dr. Mittag