

KALLE & Co. Aktiengesellschaft, Wiesbaden-Biebrich

Monatsbericht

Angefertigt 3 Expl.
 Verteilt an H. Dir. Dr. Schmidt 1 Expl.
 " Dr. Mittag 1 Expl.
 zu den Akten ✓ 1 Expl.
 Expl.
 Insgesamt 1 Manusk. & 3 Expl.

Monat. Januar 1937.

Bericht des Herrn Dr. Mittag
 vom 3. II. 1937.

Gesehen vom:

Abteilungsleiter

Vorstand

1.) Es interessierte die Darstellung von Naphtolsulfonsäuren, welche J-Säure-Konfiguration aufweisen, jedoch anstelle der Aminogruppe andere Reste tragen, wie: $-CN$, $-COOH$, $-OCH_3$.

Die 2-Cyan-5-oxy-naphtalin-7-sulfosäure konnte auf dem üblichen Weg, nämlich durch diazotieren und sandmeyern der Aminogruppe nicht erhalten werden, da die Diazo-oxy-sulfosäure in der alkalischen Kalium-kupfer-cyanindlösung mit sich selbst kuppelt. Auch ein weitgehendes Abstumpfen der Alkalität dieser Lösung mit Salzsäure bis zur beginnenden Fällung durch $Ca(OH)_2$ zeigte keinen Erfolg.

Die 5-oxy-2-carbo-naphtalin-7-sulfosäure wurde daher auf andere Weise dargestellt. Die 2-Naphtylamin-5-7-disulfosäure wurde diazotiert, gesandmeyert, verseift und die entstandene Carbonsäure mit Ätzkali verschmolzen. Das Eintragen wurde bei 180° begonnen, die Temperatur auf $220 - 240^\circ$ gehalten und zuletzt auf 260° gegangen.

Die 2-Methoxy-5-oxy-naphtalin-7-sulfosäure wurde in relativ schlechter Ausbeute erhalten durch Methylieren der 2,5-Dioxy-naphtalin-7-sulfosäure mit Dimethylsulfat. Neben Ausgangsmaterial wurde das Dimethoxy-Derivat isoliert. Die beiden Oxy-Gruppen verhalten sich also nicht differenziert. Die Trennung erfolgte durch fraktionierte Kristallisation. Auch muss - was allerdings sehr unwahrscheinlich ist - mit der Möglichkeit gerechnet werden, daß nicht der gesuchte Körper, sondern das isomere 2-Oxy-5-methoxy-Derivat vorliegt. Der Monomethoxy-Körper kuppelt mit den bekanntesten Diazokomponenten braunviolett oder braun.

2.) Es wurden verschiedene Oxynaphtoësäuren hergestellt, um außer ihren Kupplungseigenschaften ihre Wasserlöslichkeit und ihr Verhalten gegenüber Alkalien zu prüfen. Die Darstellung erfolgte aus den Aminosulfonsäuren, welche diazotiert, gesandmeyert, verseift und verschmolzen wurden.

Als Derivate des α -Naphtols wurden hergestellt die α -Naphtol-5-carbonsäure und die α -Naphtol-7-carbonsäure; als Derivate des β -Naphtols: dessen 5- und 7-carbonsäure.

Sie kuppeln langsamer als ihre Muttersubstanzen, das α - resp. das β -Naphtol. Alle 4 Oxycarbonsäuren sind in kaltem Wasser noch sehr schwer löslich, leichter in heißem. Ihre Alkalisalze sind leicht wasserlöslich. Mit überschüssiger Sodalösung werden sie bald braun.

Die 2,7-Dioxy-naphtalin-5-carbonsäure hingegen ist viel leichter wasserlöslich als die Monooxy-carbonsäuren. Sie wurde entsprechend dargestellt aus der α -Naphtylamin-3,7-disulfosäure. Auch ihre soda-alkalische Lösung verfärbt sich an der Luft bald.

3.) Das Chinolyl-acetonitril-(2) aus Chinaldin und Oxalsäureäthylester über das Oxim ist eine gut kuppelnde Substanz, welche vornehmlich rote bzw. orange Töne liefert. Das Nitril selbst ist jedoch schon gefärbt und außerdem nur mit schlechten Ausbeuten zugänglich, sodaß es schon aus diesen Gründen für eine technische Auswertung kaum in Frage kommt.

4.) Das 2,4,2',4'-Tetraoxydiphenyl, hergestellt aus Benzidin-2,2'-disulfosäure durch Diazotieren, Verkochen und Alkalischmelze, ist eine ziemlich energisch kuppelnde Substanz, welche gedeckte violette und braunviolette Töne liefert.

Das 3,5,3',5'-Tetraoxydiphenyl konnte durch Alkalischmelze des Resorcins nicht erhalten werden. Es wurde ein Teil des Ausgangsmaterials zurückgewonnen.