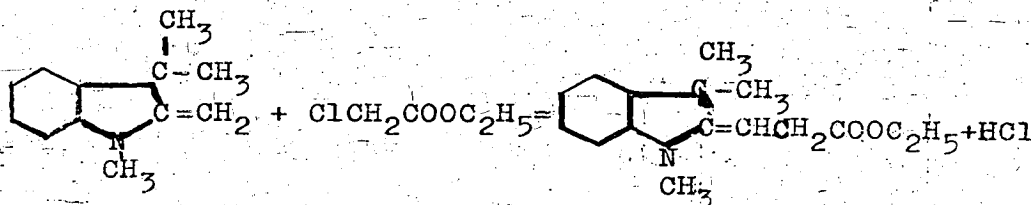


Dr. W/F. 1402

Krefeld-Uerdingen, den 31.1.45

Verfahren zur Herstellung stickstoffhaltiger Kondensationsprodukte.

Es wurde gefunden, dass ein Ringstickstoffatom enthaltende heterocyclische Basen, die in α - oder γ -Stellung zu diesem Stickstoffatom eine Methylengruppe führen, mit funktionellen Derivaten von α -Halogenfettsäuren unter Halogenwasserstoffentwicklung zu β -Carbonsäurederivaten kondensiert werden können. Die Kondensation verläuft aller Wahrscheinlichkeit nach in der Weise, dass das Wasserstoffatom der Methylengruppe mit dem Halogenatom des Halogenfettsäurederivates unter Bildung von Halogenwasserstoff austritt, so z.B. bei der Kondensation von 1,3,3-Trimethyl-2-methylen-indolin mit Monochloressigsäureäthylester wie folgt:



Als stickstoffhaltige, heterocyclische Basen können anstelle des oben genannten Indolins z.B. noch Verwendung finden: 5-Chlor-1,3,3-trimethyl-2-methylenindolin, 5-Methoxy-1,3,3-trimethyl-2-methylenindolin, 3-Methyl-2-methylen-2,3-dihydrobenzoxazol, 1-Methyl-2-methylen-1,2-dihydrobenzthiazol, 1-Methyl-2-methylen-1,2-dihydrobenselenazol, 1-Methyl-2-methylen-1,2-dihydrochinolin und 1-Methyl-4-methylen-1,4-dihydrochinolin.

Als funktionelle Derivate von α -Halogenfettsäuren sind z.B. geeignet: Die Ester, Amide und Anilide der Monochloressigsäure, wie z.B. der Methyl-, Äthyl-, Propyl-, Butyl-, Cyclohexyl- und Benzylester, das Methyl-, Äthyl-, Cyclohexyl- und Benzylamid sowie das Anilid, das p-, m- oder o-Chloranilid, das Toluidid und das p-Nitranilid, die Ester, Amide und Anilide der Monobromessigsäure, der α -Chlorpropionsäure, der α -Brompropionsäure sowie der α -Chlor- und der β -Brombuttersäure.

Die Kondensationsprodukte eignen sich z.B. als Zwischenprodukte zur Herstellung von Fotofarbstoffen.

Beispiel 1. Eine Mischung von 173 Gewichtsteilen 1,3,3-Trimethyl-2-methylenindolin und 80 Gewichtsteilen Monobromessigsäureäthylester wird drei Stunden unter Rückfluss erhitzt, wobei die Temperatur allmählich auf 180° gesteigert wird. Das Reaktionsgemisch wird hierauf solange mit heissem Wasser extrahiert, bis das beim Umsatz gebildete bromwasserstoffsäure Salz des Trimethylmethylenindolins ausgewaschen ist. Der wasserunlösliche Rückstand wird unter vermindertem Druck fraktioniert destilliert, wobei der gebildete Äthylester der 1,3,3-Trimethyl-2-methylenindolin-essigsäure als schwach gelbes viskoses Öl bei 160-170°/2mm Quecksilber übergeht. Die Ausbeute beträgt etwa 80 Gewichtsteile.

Aus dem wässrigen Extrakt lassen sich durch Ausfällen mit Natronlauge etwa 55 Gewichtsteile unverändertes Trimethylmethylenindolin zurückgewinnen.

Beispiel 2. Setzt man in der in Beispiel 1 beschriebenen Weise 200 Gewichtsteile 5-Methoxy-1,3,3-trimethyl-2-methylenindolin mit 60 Gewichtsteilen Monochloressigsäureäthylester um, so lassen sich nach Auswaschen des salzsauren Salzes der Base aus dem Reaktionsgemisch durch Destillation unter vermindertem Druck bei 170-175°/1,5 mm Quecksilber etwa 90 Gewichtsteile des 5-Methoxy-1,3,3-trimethyl-2-methylenindolin-essigsäureäthylesters gewinnen. In der in Beispiel 1 angegebenen Weise können aus der wässrigen Lösung des salzsauren Salzes der Base etwa 50 Gewichtsteile unveränderten Methoxy-trimethylmethylenindolins zurückgewonnen werden.

Patentanspruch. Verfahren zur Herstellung von stickstoffhaltigen Kondensationsprodukten, dadurch gekennzeichnet, dass man solche, ein Ringstickstoffatom enthaltende heterocyclische Basen, die in α - oder γ -Stellung zu diesem Stickstoffatom eine Methylengruppe führen, mit funktionellen Derivaten von α -Halogenfettsäuren kondensiert.