

7-Anilino-2'-nitro-6-methyl-[phenanthreno-9'.10':2.3-chinoxalin]: Wie der vorhergehende Farbstoff aus Verb. II mit Kupferbronze und Anilin bereitet und aus Pyridin umgelöst. Schmilzt bei 242^o, löst sich in konz. Schwefelsäure mit dunkler Farbe und färbt Wolle dunkelgrau.

Gef. N 12.73.

7-Anilino-4'.5'-dinitro-6-methyl-[phenanthreno-9'.10':2.3-chinoxalin]: Entspr. dargestellt aus Verb. III. Schwarze Masse vom Schmp. 136^o, löslich in konz. Schwefelsäure mit schokoladenbrauner Farbe, färbt Wolle tiefviolett.

$C_{27}H_{17}O_4N_5$. Ber. N 14.73. Gef. N 14.37.

7-Anilino-2'.7'-dinitro-6-methyl-[phenanthreno-9'.10':2.3-chinoxalin]: Aus Verb. IV wie oben beschrieben. Schwarzes Pulver vom Schmp. 205^o. Löst sich schokoladenbraun in konz. Schwefelsäure, färbt Wolle aus saurem Bade braunschwarz.

Gef. N 14.45.

2'.7-Dianilino-6-methyl-[phenanthreno-9'.10':2.3-chinoxalin]: Entspr. dargestellt aus Verb. V. Schwarz, Schmp. 157^o, löst sich in konz. Schwefelsäure tief-nelkenfarben und färbt Wolle mit grauem Ton.

$C_{33}H_{24}N_4$. Ber. N 11.76. Gef. N 11.43.

7-Anilino-2'-amino-6-methyl-[phenanthreno-9'.10':2.3-chinoxalin]: Dargestellt aus Verb. VIII. Dunkelbraunes Pulver vom Schmp. 253^o. Löslich in konz. Schwefelsäure mit roter Farbe; färbt Wolle aus saurem Bade grünbraun.

$C_{27}H_{20}N_4$. Ber. N 14.0. Gef. N 13.87.

7-Anilino-2'-oxy-6-methyl-[phenanthreno-9'.10':2.3-chinoxalin]: Aus Verb. VII bereitet und aus Pyridin gereinigt. Schmp. 202^o, löslich in konz. Schwefelsäure mit rötlicher Farbe; Wolle wird aus saurem Bade grünbraun gefärbt.

$C_{27}H_{19}ON_3$. Ber. N 10.47. Gef. N 10.10.

399. Damodar Prasad und Paresh Chandra Dutta: Vom Acenaphthenchinon und Isatin abgeleitete Farbstoffe.

[Aus d. Chem. Laborat. d. G. B. B. College, Muzaffarpur, Bihar, Indien.]

(Eingegangen am 18. Oktober 1937.)

In vorliegender Arbeit wurde 6-Chlor-3.4-diamino-toluol¹⁾ mit Acenaphthenchinon, Isatin und einigen ihrer Derivate zu den entsprechenden Azinen kondensiert. Das im Molekül der meist gelben Azine vorhandene Chloratom wurde nach Ullmann²⁾ durch die Anilino-Gruppe ersetzt und erwartungsgemäß tiefgefärbte Farbstoffe erhalten.

Beschreibung der Versuche.

7-Chlor-6-methyl-[acenaphthyleno-1'.2':2.3-chinoxalin] (I): Man löste 0.91 g Acenaphthenchinon in 50 ccm Eisessig und fügte 0.8 g 6-Chlor-3.4-diamino-toluol hinzu, wobei alsbald gelbe Krystalle ausfielen.

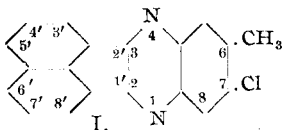
¹⁾ Morgan u. Drew, Journ. chem. Soc. London **117**, 784 [1920].

²⁾ B. **34**, 2174 [1901].

Zur Vervollständigung der Umsetzung wurde noch 10 Min. gekocht. Nach Waschen mit Essigsäure und schließlich mit Wasser wurden durch Umkrystallisieren aus Pyridin schwefelgelbe Nadeln vom Schmp. 287° erhalten, die sich in konz. Schwefelsäure mit gelbroter Farbe lösten.

$C_{10}H_{11}N_2Cl$. Ber. N 9.26. Gef. N 9.40.

7-Chlor-5'-nitro-6-methyl-[acenaphthyleno-1'.2':2.3-chinoxalin]: Dargestellt aus 5-Nitro-acenaphthenchinon und 6-Chlor-3.4-diamino-toluol wie oben beschrieben. Orangefelbe Nadeln aus Pyridin vom Schmp. 258°. Löslich in konz. Schwefelsäure mit gelblich-brauner Farbe. Wolle wird aus saurem Bade tief orange gefärbt.

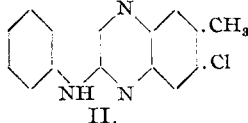


$C_{10}H_{10}O_2N_3Cl$. Ber. N 12.08. Gef. N 11.91.

7-Chlor-5'.6'-dinitro-6-methyl-[acenaphthyleno-1'.2':2.3-chinoxalin]: Dargestellt aus 5.6-Dinitro-acenaphthenchinon und 6-Chlor-3.4-diamino-toluol. Orangefarbene Nadeln aus Pyridin vom Schmp. 290°. Löslich in konz. Schwefelsäure mit gelb-brauner Farbe. Wolle wird orange gefärbt.

$C_{13}H_9O_4N_4Cl$. Ber. N 14.26. Gef. N 14.11.

7-Chlor-6-methyl-[indolo-2'.3':2.3-chinoxalin] (II): Dargestellt durch Lösen von 0.73 g Isatin in 35 ccm Eisessig und Zugabe von 0.8 g 6-Chlor-3.4-diamino-toluol, wobei sich gelbe Krystalle abschieden. Zur Vervollständigung der Umsetzung wurde noch 15 Min. erhitzt. Das heiße Gemisch wurde abfiltriert, das Reaktionsprodukt mit Essigsäure und Wasser gewaschen und aus Pyridin unkrystallisiert; Schwefelgelbe Nadeln, die über 300° schmelzen. Löslich in konz. Schwefelsäure mit roter Farbe. Wolle wird aus saurem Bade gelb gefärbt.



$C_{16}H_{10}N_3Cl$. Ber. N 15.70. Gef. N 15.63.

7-Anilino-6-methyl-[acenaphthyleno-1'.2':2.3-chinoxalin]: 0.5 g Verb. I, 0.2 g Kupferbronze und 5 ccm frisch destilliertes Anilin wurden 3 Stdn. unter Rückfluß gekocht. Die gelbe Chlorverbindung wurde allmählich schwarz, so daß eine dunkle Lösung entstand. Es wurde heiß filtriert und das Reaktionsprodukt zur Entfernung des überschüssigen Anilins mit verd. Salzsäure behandelt, wobei die Anilinverbindung als schwarzer Niederschlag zurückblieb. Dieser wurde nochmals mit wenig verd. Salzsäure erwärmt und abfiltriert. Der Rückstand wurde durch Lösen in Pyridin und Wiederausfällen mit Wasser gereinigt und so als schwarze Masse vom Schmp. 243° erhalten. Er ist löslich in konz. Schwefelsäure mit grasgrüner Farbe und färbt Wolle aus saurem Bade dunkelgrau.

$C_{26}H_{17}N_3$. Ber. N 11.69. Gef. N 11.26.

7-Anilino-6-methyl-[indolo-2'.3':2.3-chinoxalin]: Dargestellt aus Verb. II durch Erhitzen mit Kupferpulver und Anilin, wie oben beschrieben, und auf dieselbe Weise gereinigt. Schwarzes Pulver vom Schmp. 260°, löslich in konz. Schwefelsäure mit braunschwarzer Farbe. Wolle wird graublau gefärbt.

$C_{21}H_{16}N_4$. Ber. N 17.28. Gef. N 16.80.