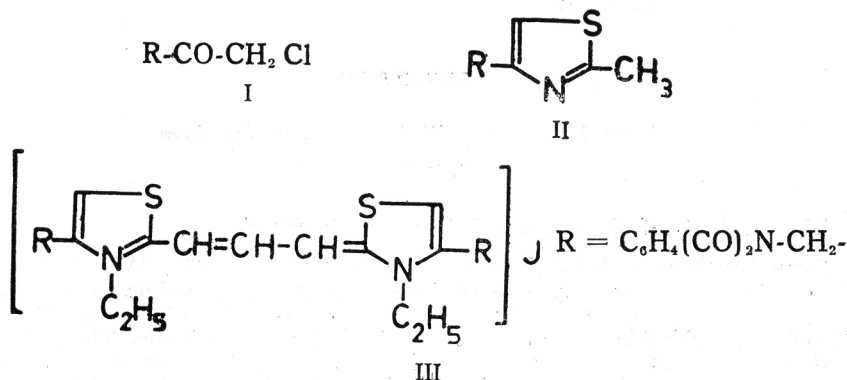


Sinteza jedne 1,3 diokso-izoindolin karbocijaninske boje

N. BREGANT

Polazeći od poznatog lako pristupačnog 1-klor-3-ftalimido-propa-
nona I¹⁾ priređen je neopisani 2-metil-4-(ftalimidometil)-tiazol II, koji
pretvoren u kvarternu sol sa etiljodidom, daje kondenzacijom sa etilnim



esterom ortomravlje kiseline karbocijaninsku boju III, koja je karakteri-
zirana time, da su dva aromatska mezomerna sistema povezana metilen-
skim mostom (ftaloil-N-CH₂-tiazol).

Vrlo je interesantno, da boja ima sličan apsorpcioni spektar kao i
8-metil-2,2'-dietiltiakarbocijanin bromid, jedan od poznatih orto-pan sen-
zibilizatora. Apsorpcioni maksimum je kod 555 m μ log ϵ = 3,1 0,25 mg/
100 g otopina u 96% etanolu.

Ovaj je rad izveden u Kemijskom institutu Prirodoslovno-matematičkog fakul-
teta, a objavljuje se po dozvoli direktora Instituta za industrijska istraživanja.

Zahvaljujem se prof. L. Filipoviću za izvršene mikroanalize, prof. K. Balenoviću
za savjete tokom rada, a S. Straussu od Instituta za industrijska istraživanja za izvr-
šena spektralno-fotometrijska mjerenja.

EKSPERIMENTALNI DIO*

2-metil-4-(ftalimidometil)-tiazol (II), 4,64 g (0,02 mola) 1-klor-3-ftali-
mido-propanona otopljeno u 50 ml abs. etanola i 1,3 g (0,02 mola) tioace-
tamida griju se na povratnom hladilu 3 sata. Alkoholna se otopina nakon
ohladačenja ulije u 300 ml vodene 2% otopine NaHCO₃, ohlađene na 0° i fil-
trira. Talog se pere vodom i suši u vakuumu. Iskorištenje 78% T. t.: 136°.
Kristalizacijom iz abs. etanola dobivene su prizme T. t.: 146°. Tvar je za
analizu sublimirana kod 125° u visokom vakuumu 0,025 mm Hg.

9 630 mg tvari daje 21,27 mg CO₂ i 3,40 mg H₂O.

C₁₃H₁₀O₂N₂S (258,286) Rač.: C 60,45 H 3,91%

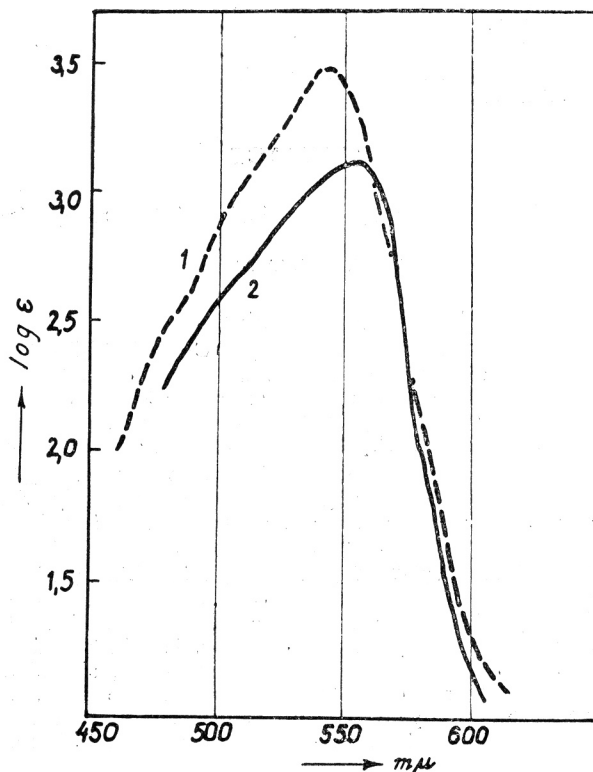
Nad.: C 60,27 H 3,95%

¹⁾ Gabriel i Ohle, Ber., 50 (1917) 822.

* Tališta su nekorisćana.

2-metil-4(ftalimidometil)-N-etiltiazolinium-jodid. 3,4 g (0,0132 mola) II i 4,5 g (0,0305 mola) svježe destiliranog etiljodida griju se 8 sati na 120° u žataljenoj cijevi. Nastala kvarterna sol kuha se sa petroleterom i pre-kristalizira iz abs. etanola. Iskorištenje 85% T. t.: 200°.

12,940 mg tvari, daje 20,63 mg CO₂ i 4,35 mg H₂O.
 C₁₅H₁₅O₂N₂SJ (414,266) Rač.: C 43,49 H 3,65%
 Nađ.: C 43,51 H 3,76%



Sl. 1.

- (1) 8-metil-2,2'-diethyltiakarbocijanin bromid, 0,25 mg/100 g otopina u 96% etanolu.
 8-methyl-2,2'-diethylthiacarbocyanine bromide. 0,25 mg/100 g. solution in 96% ethanol.
- (2) bis-2-(4-ftalimidometil-3-etil-tiazol)-trimetincijanin jodid. 0,25/100 g otopina u 96% etanolu.
 Bis-2-(4-phthalimidomethyl-3-ethyl-thiazole)-trimethincyanine iodide. 0,25 mg./100 g solution in 96% ethanol.

Bis-2-(4-ftalimidometil-3-etil-tiazol, trimetil-cijanin-jodid (III) (Bis-2-(4-2'-metilen-1',3'-dioksoizoindolenil-3-etil-tiazol) - trimetin - cijanin-jodid). 2 g (0,0028 mola) 2-metil-4(ftalimidometil)-N-etil-tiazolinium-jodida griju se sa 30 ml suhog, svježe destiliranog piridina na povratnom hladilu uz isključenje vlage. Iza 10 minuta grijanja doda se 4 ml etilnog estera orto-mravlje kiseline i grije se još 1 sat u uljenoj kupelji (temperatura kupelji 160°) uz povremeno mućkanje. Reakciona se smjesa iza ohlađenja razrijedi

sa 20 ml hladne vode i sve ulije u 250 ml vode. Stajanjem preko noći kod 0° izluči se boja u pahuljicama, koje se filtriraju i peru vodom. Iskorištenje 12%. T. t.: 230°. Kristalizacijom iz abs. etanola dobivene su tamnoljubičaste prizme metalnog sjaja T. t. konst.: 241°.

6,700 mg tvari daje 12,65 mg CO₂ i 2,50 mg H₂O.
 C₃₁H₁₇O₄S₂N₄J (710,598) Rač.: C 52,39 H 3,83%
 Nad.: C 51,52 H 4,18%

KEMIJSKI INSTITUT,
 PRIRODOSLOVNO MATEMATIČKOG FAKULTETA
 ZAGREB

i
 INSTITUT ZA INDUSTRIJSKA ISTRAŽIVANJA
 ZAGREB

Primljeno 22. rujna 1951.

ABSTRACT

Synthesis of a new 1,3-dioxo-izoindoline carbocyanine dye

N. BREGANT

Three new substances have been prepared:

2-methyl-4-(phthalimidomethyl)-thiazole (II), C₁₃H₁₀O₂N₂S. 4.46 (0,02 mol) 1-chlor-3-phthalimido-propanone dissolved in 50 ml abs. ethanol and 1.3 g, (0,02 mol) of thiacetamide are heated under a reflux condenser for 3 hours. The solution is then poured into 300 ml. of a cooled (0°) aqueous solution of NaHCO₃, filtered, washed with water and dried. Yield 78%. Crystallized from abs. ethanol it shows a m. p. 146°.

2-methyl-(phthalimidomethyl)-N-ethylthiazonium iodide. C₁₅H₁₅O₂N₂SI. 3.4 g (0,0132 mol) of II are heated with 4,5 g. (0,0305 mol) of freshly distilled ethyliodide for 8 hours at 120° in a closed tube. The obtained substance is boiled with petrolether and recrystallized from abs. ethanol. Yield 85%, m. p. 200°.

Bis-2-(4-phthalimidomethyl-3-ethyl-thiazole)-trimethin-cyanine iodide (III), C₁₃H₁₇O₄S₂N₄I 2 g. (0,0028 mol) of the foregoing substance is heated with 20 ml. of dry freshly distilled pyridine under a reflux condenser provided with a CaCl₂ tube. After 10 minutes 4 ml. of the ethylester of orthoformic acid is added and the mixture heated in an oil bath for 1 hour at 160° under repeated shaking. When cool, the mixture is diluted with 20 ml. of water and poured into 250 ml. of water. After standing overnight at 0° the dye separates, is filtered off and washed with water. It crystallizes from abs. ethanol in dark violet prisms. Yield 12%, m. p. 241°.

CHEMICAL INSTITUTE
 FACULTY OF SCIENCE
 ZAGREB, CROATIA
 and
 INSTITUTE OF INDUSTRIAL
 INVESTIGATIONS
 ZAGREB, CROATIA

[Received, September 22, 1951]