2,5-ジアルコキシナフタル酸イミド類の合成^{*1}

(昭和45年5月7日受理)

笠井 俊保・姫野 清^{*2}

ナフタリン核の異なるベンゼン環にアルコキシ基を1個ずつ有するジアルコキシナフタル酸無水物およびイミド類のうち、非対称型の2,5-ジアルコキシナフタル酸無水物およびそれらのイミド類を合成した。

これらはすべて文献未載の化合物で、いずれも淡黄色、黄色、黄緑色針状結晶である。有機溶媒には青白色蛍光を呈して溶ける。モノアルコキシナフタル酸イミド類、3,4-, 3,5-, 3,6-, および4,5-ジアルコキシナフタル酸イミド類と同様にアセテート繊維および合成繊維を白色に染めるが、増白効果は相当する4-アルコキシナフタル酸イミド類のそれよりも劣っていた。耐光性はきわめて良好であった。

1 緒 言

アセナフテンを酸化することにより得られるナフタル酸無水物およびそれにアンモニアまたはアミン類を縮合して得られるナフタル酸イミド類はそれらのナフタリン核に電子供与性基を導入することにより強い蛍光を有する。電子供与性基の中、アルコキシ基をもつものは紫色～青色の蛍光を有し、それらのあるものはアセテートおよび合成繊維を日光に堅ろうな白色に染め、蛍光増白剤としてすぐれた性質を有することを知った。

著者らは、すでにナフタリン核にアルコキシ基を1個有する2-, 3- および4-アルコキシナフタル酸イミド類を、また2個有する3,4-, 3,5-, 3,6- および4,5-ジアルコキシナフタル酸イミド類を合成し、化学構造と蛍光との関係にある程度明らかにしている。

そこで、ナフタリン核の異なるベンゼン環にそれぞれ1個のアルコキシ基を有する非対称型の2,5-ジアルコキシナフタル酸イミド類を合成し、対応するモノアルコキシ体、すなわち2-アルコキシナフタル酸イミド類および4-アルコキシナフタル酸イミド類と比較し、また他のジアルコキシナフタル酸誘導体と比較検討した。

2 結果と考察

目的とする2,5-ジアルコキシナフタル酸イミド類は従来のようなアセナフテンを出発原料とせず、2,5-ジヒドロキシナフタリンを出発原料として図1のような経路を経て合成した。これは中間体として考えられる3,6-ジ置換アセナフテンがその構造決定が容易で無く、また通算収率もきわめて少ないと考えられたからである。

2,5-ジヒドロキシナフタリンをジアルキル硫酸でO-アルキル化し、2,5-ジアルコキシナフタリンを得、ついで塩化アルミニウムの存在下ジフェニルオキザリイミドクロリドを用いフリーデル・クラフツ反応を行ない、ジアルコシアセナフテンキノンを得た。この場合、シッフ塩基の加水分解は塩酸性で煮沸することにより容易に進行する。ジアルコシアセナフテンキノンの酸化はアルカリを含むエタノール中、過酸化水素水を用いて行なった。

図1 2,5-ジアルコキシナフタル酸イミド類の合成経路

重クロム酸ナトリウムによる酸化よりも好収率で目的の2,5-ジアルコキシナフタル酸無水物を得ることができた。

2,5-ジアルコキシナフタル酸無水物とアミン類との縮合によるイミド類の合成の際、2-アルコキシナフタル酸無水物とアミン類との縮合反応にみられるように容易にアルコキシ基がアミノ基によって置換されることがわかった。この置換位置はNMR、赤外スペクトルの結果およびナフタル酸誘導体の4- および5-位のアルコキシ基はアミン類によって置換されにくいなどのことから、ナフタリン核の2-位のアルコキシ基が置換されたものと考えた。したがって目的とする2,5-ジアルコキシナフタル酸イ

表 1

化合物構造式	R	色・結晶形	融点 (°C)	紫外吸収極大 ^{*1}		蛍光極大 ^{*2}
				λ (m μ)	$\epsilon \times 10^{-4}$	λ (m μ)
	Me	とう色・針状	230	226 237 253	4.37 4.47 4.05	—
	Et	とう色・針状	167~168	227 237 254	3.57 3.81 3.19	—
	Me	淡黄色・針状	313~314	245.5 266	3.17 1.78	444
	Et	淡黄色・針状	222.5 ~223.5	245.5 267	3.40 1.88	441

^{*1} 溶媒：エタノール^{*2} 励起光：365 m μ

^{*1} この報文を「ジアルコキシナフタル酸誘導体の合成的研究(第5報)」とする。

^{*2} Toshiyasu KASAI, Kiyoshi HIMENO 東京工業大学工学部合成化学科：東京都目黒区大岡山。

^{*3} アセトアミド類ではイミド化は進行しない。

表 2

化合物構造式	R	色・結晶形	融点 (°C)	紫外吸収極大*1		蛍光極大*2 λ (m μ)
				λ (m μ)	$\epsilon \times 10^{-4}$	
	H	黄緑色・針状	298.5 ~300.0	235 240 265	3.44 3.50 1.76	432
	Me	黄緑色・針状	244~245	235 241.5 264.5	3.67 3.96 1.97	432
	Et	黄緑色・針状	185~186	235 242 265	3.23 3.50 1.85	433
	Pr(n)	淡黄色・針状	220~221	235 242 265	4.05 4.21 2.07	433
	Bu(n)	淡黄色・針状	190~191	235.5 242.5 265	3.74 4.05 1.96	433
	Ph	緑黄色・針状	323 ~324.5	236 243 246	3.70 3.74 1.85	433

*1 溶媒：エタノール

*2 励起光：365 m μ

表 3

化合物構造式	R	色・結晶形	融点 (°C)	紫外吸収極大*1		蛍光極大*2 λ (m μ)
				λ (m μ)	$\epsilon \times 10^{-4}$	
	H	淡黄色・針状	286.5 ~287.0	235 241.5 266	3.80 3.96 2.06	435
	Me	黄緑色・針状	175~176	235.5 242 265.5	3.76 3.99 1.94	435
	Et	黄緑色・針状	173.5 ~174.0	236 242.5 265.5	4.02 4.41 2.16	436
	Pr(n)	黄緑色・針状	156~157	236 242.5 265	3.02 3.39 1.94	436
	Bu(n)	黄緑色・針状	159~160	236 243 246	3.96 4.32 2.20	436
	Ph	黄色・針状	265.0 ~265.5	236 240 267	3.70 3.70 1.85	435

*1 溶媒：エタノール

*2 励起光：365 m μ

ミド類の合成は酢酸アンモニウム、または別にその *N*-アルキルアンモニウム塩を蒸留して得た適当な留分を用いて行なった*9。

ナフタル酸無水物およびイミド類のナフタリン核の 2-位におけるアルコキシ基の置換反応については別に報告したい。

これらの表中の化合物はすべて文献未載のものでいずれも淡黄色の針状結晶である。融点はモノアルコキシナフタル酸イミド類および 3,4-, 3,5-, 3,6-, 4,5-ジアルコキシナフタル酸イミド類にみられるように *O*-アルキル基および *N*-アルキル基の炭素数の増加に従って降下する傾向にある。

これらの化合物のうち、キノン以外はすべて青色の蛍光を有している。

これら 2,5-ジアルコキシ体はモノアルコキシナフタル酸イミド類および既報のジアルコキシナフタル酸イミド類と同様にアセテート繊維および合成繊維を白色に染める。増白効果は 2-アルコキシナフタル酸イミド類よりもあるが、4-アルコキシナフタル酸イミド類よりは少なかった。これは 3,5-, 4,5-ジアルコキシナフタル酸イミド類に見られるように対応するモノアルコキシ体の増白力の 3~5 倍を有するのに較べ逆の現象であった。このように加成性がなくなったことは 2-位にアルコキシ基があるためと考えられた。したがって 2,5-ジアルコキシナフタル酸イミド類は蛍光増白剤としては適当ではない。

日光堅牢度は 4-アルコキシナフタル酸イミド類と同等で、2-位のアルコキシ基の影響はなかった。

3 実験の部

3.1 シュウ酸アニリドの合成

文献¹⁾に従って合成した。シュウ酸（東京化成・一級品）252.0 g (2 mol) を熱アルコールに溶かし、これにあたたかい状態でアニリン 372.0 g (4 mol) を滴下する。生成した沈殿を熱口過し、mp 176°C (d) の白色毛状結晶（シュウ酸のアニリン塩）500.0 g を得た。粗製品対理論収率 80.0%。これを 200.0 g とり 60°C でクレゾール 75.0 ml に加え、還流下 4 hr かきまぜる。その間クレゾールと水を追い出す。クレゾール 26 ml, 水 22 ml。これを一夜放冷して別、ベンゼンでよく洗い、mp 255.5~256.0°C の無色板状結晶 82.0 g を得た。精製品対理論収率 47.2%（シュウ酸のアニリン塩より）(254°C)¹⁾。

3.2 ジフェニルオキザリイミドクロリドの合成（シュウ酸アニリドの塩素化）

文献²⁾に従って合成した。シュウ酸アニリド (mp 255.0~256.0°C) 120.0 g (0.5 mol) をトルエン 400 ml (約 3 倍容量) に分散させ、五塩化リン 240.0 g (2 倍重量) を加え還流下 (95~115°C) 3 hr かきまぜる（反応中塩化水素の激しい発生がある）。減圧下トルエン 350 ml を留去し、放冷後口過し石油エーテルで洗い mp 116~118°C の黄色針状結晶 122.0 g を得た。粗製品対理論収率 88.5%。リグロインから再結晶し mp 118.5~119.5°C の淡黄色葉状結晶 92.0 g を得た。精製品対理論収率 67.0% (115°C, 70%)²⁾。

3.3 2,5-ジアルコキシナフタル酸無水物の合成

3.3.1 2,5-ジメトキシナフタル酸無水物の合成

3.3.1.1 2,5-ジメトキシナフタリン (2,5-ジヒドロキシナフタリンの *O*-メチル化) 2,5-ジヒドロキシナフタリン (mp 128~131°C) 25.0 g をアセトン 1.0 l に溶かし、ジメチル硫酸 80 ml (2.8 mol 比) と炭酸カリウム 100.0 g を加え、還流下 5 hr かきまぜる。反応後アセトン 700 ml を留去し、水 1.0 l を加え放冷する。生成する沈殿を別、まだらの黒白色沈殿 (mp 測定できず) 27.0 g を得た。粗製品対理論収率 92.0%。エタノール-水の混合溶媒から再結晶し mp 61.0°C の無色針状結晶 23.5 g を得た。精製品対理論収率 80.0% (60~61°C)³⁾。

3.3.1.2 2,5-ジメトキシセナフテンキノン (2,5-ジメトキシナフタリンとジフェニルオキザリイミドクロリドとの縮合) 2,5-ジメトキシナフタリン (mp 61.0°C) 10.1 g (53 mmol) とジフェニルオキザリイミドクロリド (mp 118.5~119.5°C) 15.0 g (54 mmol) をベンゼン 150 ml に溶かす。塩化アルミニウム 15.0 g (2 mol 比) をベンゼン 15 ml に分散し、これに上記混合物を 1 hr で滴下する。温度は 10~20°C。一夜放置後 50~60°C で 30 min 加温し反応を完結する。水 100 g と塩酸 20 ml を加え水蒸気蒸留後熱口過し mp 206~210°C の黒茶色沈殿 14.0 g を得た。40% 酸性亜硫酸ナトリウム水溶液で抽出し、抽出液を塩酸で分解し mp 228.5~230.0°C の黒とう色沈殿 9.30 g を得た。粗製品対理論収率 72.5%。水酢酸から再結晶し mp 230°C のとう色針状結晶 8.86 g を得た。精製品対理論収率 68.0%。

分析値 C 69.97%, H 4.22%

1) A. G. Perkin, *J. Chem. Soc.*, 61, 458 (1892).

2) R. Bauer, *Ber.*, 40, 2650 (1907).

3) O. Fischer, C. Bauer, *J. pr.*, [2], 94, 2 (1917).

$C_{14}H_{10}O_4$ としての計算値

C 69.42%, H 4.16%

3・3・1・3 2,5-ジメトキシナフタル酸無水物 粗 2,5-ジメトキシアセナフテンキノン (mp 190~200°C) 10.0 g をエタノール 1 l に溶かし, 4 N カセイソーダ水溶液 315 ml を加え, ついで 30% H_2O_2 315 ml を加える。40~50°C で 1 hr かきまぜる。反応後 2 倍量の水を加え口別する。口液に塩酸 140 ml を加え生成する沈殿を口過し, mp 305~306°C のハダ色沈殿 3.53 g を得た。一方水に不溶解の沈殿 (mp なし) 6.27 g は無水酢酸で再結晶し, mp 301~303°C のかっ色針状結晶 3.20 g を得た。合計粗製品対理論収率 63.0%。無水酢酸から再結晶し mp 313.0~314.0°C の淡黄色針状結晶 5.40 g を得た。精製品対理論収率 52.0%。重クロム酸ナトリウムによる酸化では粗製物 (mp 283.0~287.5°C), 収率 60.0%, 精製物 (mp 312~313°C), 収率 34% であった。

分析値 C 65.38%, H 3.90%

$C_{14}H_{10}O_5$ としての計算値

C 65.12%, H 3.90%

3・3・2 2,5-ジエトキシナフタル酸無水物の合成

3・3・2・1 2,5-ジエトキシナフタリン (2,5-ジヒドロキシナフタリンの *O*-エチル化) 2,5-ジヒドロキシナフタリン (mp 128~131°C) 25.0 g をアセトン 1.0 l に溶かし, ジエチル硫酸 100 ml (2.9 mol 比) と炭酸カリウム 100.0 g を加え, 還流下 5 hr かきまぜる。反応後アセトン 600 ml を流去し, 水 1.5 l を加える。放冷後口過し, mp 85~89°C の灰色沈殿 30.0 g を得た。粗製品対理論収率 90.0%。エタノール: 水の混合溶媒 (10:1) から再結晶し, mp 90.0~91.0°C の灰色針状結晶 23.0 g を得た。精製品対理論収率 68.0% (83°C)⁹⁾。

3・3・2・2 2,5-ジエトキシアセナフテンキノン(2,5-ジエトキシナフタリンとジフェニルオキザリイミドクロリドとの縮合) 2,5-ジエトキシナフタリン (mp 90.0~91.0°C) 23.0 g (0.106 mol) とジフェニルオキザリイミドクロリド (mp 119~120°C) 30.0 g (0.107 mol) をベンゼン 300 ml に溶かす。塩化アルミニウム 30.0 g (2 mol 比) をベンゼン 30 ml に分散し, これに上記混合物を 25 min で滴下する。温度は 10~20°C。一夜放置後 50~60°C で 30 min 加温し反応を完結する。氷 200 g と塩酸 40 ml を加え水蒸気蒸留後熱口過し mp 145~200°C の黒緑色沈殿 31.1 g を得た。粗製品対理論収率 109.0%。エチルアルコールから再結晶し, mp 165~166°C の黒緑色沈殿 9.5 g を得た。精製品対理論収率 33.0%。さらに再結晶して mp 167.0~168.0°C の結晶を得た。

分析値 C 70.80%, H 5.27%

$C_{16}H_{14}O_4$ としての計算値

C 71.10%, H 5.22%

3・3・2・3 2,5-ジエトキシナフタル酸無水物 2,5-ジエトキシアセナフテンキノン (mp 165~166°C) 7.00 g をエタノール 700 ml に溶かし, 4 N カセイソーダ水溶液 232 ml を加え, ついで 30% H_2O_2 232 ml を加える。40~50°C で 1 hr かきまぜる。反応後 2 倍量の水を加え口別する。口液に濃塩酸 100 ml を加え生成する沈殿を口過し mp 219~221°C の淡黄色沈殿 6.75 g を得た。粗製品対理論収率 91.5%。氷酢酸から再結晶し mp 221~222°C の淡黄色針状結晶 6.06 g を得た。精製品対理論収率 82.0%。

分析値 C 67.13%, H 4.90%

$C_{16}H_{14}O_5$ としての計算値

C 67.12%, H 4.93%

氷酢酸溶媒で 30% H_2O_2 を用いての酸化はあまり良くなかった。

3・4 2,5-ジアルコキシナフタル酸イミド類の合成

3・4・1 2,5-ジメトキシナフタル酸イミド類の合成

3・4・1・1 2,5-ジメトキシナフタル酸イミド 2,5-ジメトキシナフタル酸無水物 (mp 313~314°C) 0.78 g (3/1000 mol) と酢酸アンモニウム 23.0 g (30 倍重量) を還流下 30 min かきまぜる。反応後水を加え生成する沈殿を口別する。mp 275~278°C の黄とう色沈殿 0.76 g を得た。粗製品対理論収率 98%。氷酢酸ついで *O*-ジクロロベンゼンで再結晶し, mp 298.5~300.0°C の黄緑色針状結晶 0.24 g を得た。精製品対理論収率 31.0%。

分析値 C 65.30%, H 4.29%, N 5.82%

$C_{14}H_{11}O_4N$ としての計算値

C 65.36%, H 4.31%, N 5.45%

3・4・1・2 2,5-ジメトキシナフタル酸-*N*-メチルイミド 2,5-ジメトキシナフタル酸無水物 (mp 313~314°C) 0.52 g (1/500 mol) と別に酢酸メチルアンモニウムを蒸留して得た留分 (bp 53°C/3 mmHg) 5 ml (10 倍容量) と沸点 (180°C) で 3 min 煮沸する。冷却後水を加え, 沈殿を口別, mp 251~253°C の黄緑色針状結晶 0.52 g を得た。粗製品対理論収率 98%。アルコール-氷酢酸の混合溶媒で再結晶し, mp 247~245°C の黄緑色針状結晶を得た。

分析値 C 67.01%, H 4.75%, N 5.60%

$C_{15}H_{13}O_4N$ としての計算値

C 66.41%, H 4.83%, N 5.16%

3・4・1・3 2,5-ジメトキシナフタル酸-*N*-エチルイミド 2,5-ジメトキシナフタル酸無水物 (mp 313~314°C) 0.27 g (1/1000 mol) と, 別に酢酸エチルアンモニウムを蒸留して得た留分 (bp 95°C/2 mmHg) 2.7 ml と 2~3 min 煮沸 (160~170°C) した後水を加え生成する沈殿を口別する。mp 185~186°C の緑黄色沈殿 0.26 g を得た。粗製品対理論収率 90%。メタノールで再結晶し mp 188~189°C の緑黄色針状結晶を得た。

分析値 C 67.74%, H 5.64%, N 4.96%

$C_{16}H_{15}O_4N$ としての計算値

C 67.36%, H 5.30%, N 4.91%

3・4・1・4 2,5-ジメトキシナフタル酸-*N*-*n*-プロピルイミド 2,5-ジメトキシナフタル酸無水物 (mp 307~309°C) 0.50 g と, 別に酢酸-*n*-プロピルアンモニウムを蒸留して得た留分 (bp 60°C/4 mmHg) 6 ml と沸点 (170°C) で 5 min かきまぜる。冷却後水を加え沈殿を口別し, mp 199~207°C の淡黄色沈殿 0.53 g を得た。粗製品対理論収率 93%。エタノールより再結晶し, mp 220~221°C の淡黄色針状結晶 0.15 g を得た。

分析値 C 68.69%, H 5.77%, N 4.72%

$C_{17}H_{17}O_4N$ としての計算値

C 68.21%, H 5.73%, N 4.68%

3・4・1・5 2,5-ジメトキシナフタル酸-*N*-*n*-ブチルイミド 2,5-ジメトキシナフタル酸無水物 (mp 311~312°C) 0.50 g (1/500 mol) と, 別に酢酸-*n*-ブチルアンモニウムを蒸留して得た留分 (bp 170~175°C) 5 ml と 5 min 煮沸 (bp 170~175°C) する。

冷却後水を加えて口過し, mp 140~163°C の淡黄色沈殿 0.54 g を得た。粗製品対理論収率 89%。エタノールで再結晶し, mp 190~191°C の淡黄色針状結晶 0.12 g を得た。

分析値 C 69.04%, H 62.5%, N 4.48%

$C_{18}H_{19}O_4N$ としての計算値

C 68.99%, H 6.11%, N 4.47%

3・4・1・6 2,5-ジメトキシナフタル酸-*N*-フェニルイミド 2,5-ジメトキシナフタル酸無水物 (mp 311~313°C) 0.50 g (1/500 mol) を氷酢酸 50 ml に分散させ, アニリン 4.65 g (25 mol 比) を加え, 還流下 2 hr かきまぜる。濃縮後メタノール 100 ml を加え, 生成する沈殿を口別する。mp 320~321°C の黄緑色沈殿 0.50 g を得た。粗製品対理論収率 72%。氷酢酸で再結晶し mp 323.0~324.5°C の緑黄色針状結晶 0.20 g を得た。

分析値 C 71.83%, H 4.59%, N 4.23%

$C_{20}H_{15}O_4N$ としての計算値

C 72.06%, H 4.54%, N 4.20%

3・4・2 2,5-ジエトキシナフタル酸イミド類の合成

3・4・2・1 2,5-ジエトキシナフタル酸イミド 2,5-ジエトキシナフタル酸無水物 (mp 221~222°C) 0.58 g (1/500 mol) と酢酸アンモニウム 5.8 g (10 倍重量) を溶解し, 還流下 3 min かきまぜる。冷却後水 10 ml を加え, 沈殿を口別する。mp 264~278°C の淡黄色沈殿 0.54 g を得た。粗製品対理論収率 95%。氷酢酸から再結晶し mp 286.5~287.0°C の淡黄色針状結晶を得た。

分析値 C 67.34%, H 5.43%, N 5.21%

$C_{16}H_{15}O_4N$ としての計算値

C 67.36%, H 5.30%, N 4.91%

3・4・2・2 2,5-ジエトキシナフタル酸-*N*-メチルイミド 2,5-ジエトキシナフタル酸無水物 (mp 221~222°C) 0.58 g (1/500 mol) と, 別に酢酸メチルアンモニウムを蒸留して得た留分 (bp 53°C/3 mmHg) 5 ml と還流下 (bp 180°C) 3 min かきまぜる。冷却後水を加え沈殿を口別し, mp 175~176°C の黄緑色沈殿 0.58 g を得た。粗製品対理論収率 97%。メタノールで再結晶したが精製困難なためアルミナカラムクロマトグラフィーにより精製分離し mp 175~176°C の黄緑色針状結晶を得た。

分析値 C 68.04%, H 5.68%, N 4.75%

$C_{17}H_{17}O_4N$ としての計算値

C 68.21%, H 5.73%, N 4.68%

3・4・2・3 2,5-ジエトキシナフタル酸-*N*-エチルイミド 2,5-ジエトキシナフタル酸無水物 (mp 221~222°C) 0.58 g (1/500 mol) と, 別に酢酸エチルアンモニウムを蒸留して得た留分 (bp 95°C/2 mmHg) 4 ml と還流下 (bp 170°C) 3 min かきまぜる。冷却後水 10 ml を加え沈殿を口別し, mp 167.5~168.5°C の黄緑色沈殿 0.60 g を得た。精製品対理論収率 100%。メタノールで再結晶し mp 173.5~174.0°C, 黄緑色針状結晶 0.57 g を得た。

分析値 C 68.96%, H 6.19%, N 4.51%

$C_{18}H_{19}O_4N$ としての計算値

C 68.99%, H 6.11%, N 4.47%

3・4・2・4 2,5-ジエトキシナフタル酸-*N*-*n*-プロピルイミド

2,5-ジエトキシナフタル酸無水物 (mp 221~222°C) 0.29 g (1/1000 mol) と, 別に酢酸 *n*-プロピルアンモニウムを蒸留して得た留分 (bp 60°C/4 mmHg) 1.5 ml と還流下 (bp 165~175°C) 5 min かきまぜる。冷却後水を加え沈殿を口別し mp 154~155°C の黄緑色沈殿 0.31 g を得た。粗製品対理論収率 94%。メタノールで再結晶し mp 156~157°C の黄緑色針状結晶 0.26 g を得た。

分析値 C 70.08%, H 6.35%, N 4.52%

$C_{19}H_{21}O_4N$ としての計算値

C 69.70%, H 6.47%, N 4.27%

3・4・2・5 2,5-ジエトキシナフタル酸-*N*-*n*-ブチルイミド 2,5-

ジエトキシナフタル酸無水物 (mp 221~222°C) 0.58 g (1/500 mol) と, 別に酢酸 *n*-ブチルアンモニウムを蒸留して得た留分 (bp 170°C) 4 ml と還流 (170°C) 下 2~3 min かきまぜる。冷却後水を加え沈殿を口別する。mp 150~153°C の黄緑色沈殿 0.68 g を得た。粗製品対理論収率 100%。メタノールで再結晶し mp 159~160°C の黄緑色針状結晶 0.45 g を得た。

分析値 C 70.06%, H 6.74%, N 4.32%

$C_{20}H_{23}O_4N$ としての計算値

C 70.36%, H 6.79%, N 4.10%

3・4・2・6 2,5-ジエトキシナフタル酸-*N*-フェニルイミド 2,5-

ジエトキシナフタル酸無水物 (mp 221~222°C) 0.86 g (3/1000 mol) とアニリン 6.60 g (28 mol 比) を氷酢酸 90 ml 中で還流下 4 hr かきまぜる。反応後濃縮し冷却後生成する沈殿を口別する。mp 263~264°C の淡黄色針状結晶 0.56 g を得た。粗製品対理論収率 52%。氷酢酸で再結晶し mp 265~265.5°C の黄色針状結晶 0.48 g を得た。

分析値 C 73.49%, H 5.30%, N 3.87%

$C_{22}H_{19}O_4N$ としての計算値

C 73.11%, H 5.30%, N 3.88%

3・5 合成繊維の染色と染色物の耐光堅ロウ度

3・5・1 染色方法 合成した 2,5-ジアルコキシ体をそれぞれ 3 倍量の分散剤と混和分散させて使用した。0.25%, モノゲン 0.5 g/l, 浴比 1:50 になるように染浴を調製し, テトロン布 (タフタ) の染色を 130°C で 1 hr 行なった。

増白効果は比較基準物質として用いた 4-メトキシナフタル酸-*N*-メチルイミドに比べ劣り, 無水物はさらに劣ることがわかった。

3・5・2 耐光堅ロウ度 耐光堅ロウ度試験にはキセノンフェドメーター (東洋理化製 XF-1 型) を用い, プルースケール併置で 40 hr 露光した。いずれも黄変はあまり認められなかった。

(1969 年 4 月, 日本化学会第 22 年会発表)