

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 12 (5)

IZDAN 1 APRILA 1937.

PATENTNI SPIS BR. 13165

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt a. M., Nemačka.

Postupak za spravljanje arseno-benzol-mono-sulfoksilata.

Dopunski patent uz osnovni patent broj 12008.

Prijava od 27 marta 1936.

Važi od 1 oktobra 1936.

Naznačeno pravo prvenstva od 3 aprila 1935 (Nemačka).

Najduže vreme trajanja do 31 marta 1950.

Predmet jugoslovenskog patenta br. 12.008 su postupci za spravljanje arseno-benzol-monosulfoksilata opšte formule (R). (R¹). N. C₆H₄. As = As. C₆H₄ NH. CH₂. OSONa

gde su sa R i R¹ označeni oksialkil ostatci. Ova se jedinjenja dobivaju tako što se odgovarajuće di — (oksialkil) — aminobenzol — arsinske kiseline sa nesupstituisanim aminobenzol-arsinskim kselinama redukuju u arsenobenzole na poznat način i naknadno izlože izmeni sa formaldehid-natrium sulfoksilatom.

Nadeno je da se dolazi do istih jedinjenja, kada se ili u mesto di — (oksialkil) — aminobenzol arsinskih kiselina kao i aminobenzol-arsinskih kiselina upotrebe njihovi redukcionni proizvodi, t. j. kada se arsinoksidi odnosno arsinini jedno s drugim kondenzuju u arsenobenzole i u jednom proizvoljnom trenutku za vreme izvođenja postupka uvede još sulfoksilatni ostatak, ili kada se odgovarajući arsinoksidi, odnosno arsinini koji nisu oksialkilovani u amino-grupi, jedno s drugim kondenzuju, prethodno ili naknadno izlože izmeni sa formaldehidnatriumsulfoksilatom i na kraju uvedu još oksialkil ostatci u jednu amino grupu. U mesto trovalentnih arsenovih jedinjenja mogu se upotrebiti kao polazne materije i arsinske kseline, koje treba u danom slučaju, u smeši za izmenu, redukovati u trovalentna arsenova jedinjenja.

Primeri:

1.) 12,2 g 3- (bis-dioksiipropil) -amino-4-oksibenzol-1-arsinske kiseline (koja se može spravljeti po primeru 1 osnovnog patenta br. 12.008) rastvore se u 12 cm³ vode, obezboje se animalnim ugljem i doda se 1,6 g kalium jodida rastvorenih u 5 cm³ vode. Pošto se uvodi sumpordioksid za vreme od više časova, žuta tečnost umeša se u jednu smešu etil alkohola i etra. Pri tome se izdvoji 3- (bis-dioksiipropil) -amino-4-oksibenzol-1-arsinoksid kao skoro bezbojni talog, koji se cedi pod pritiskom i pere etrom.

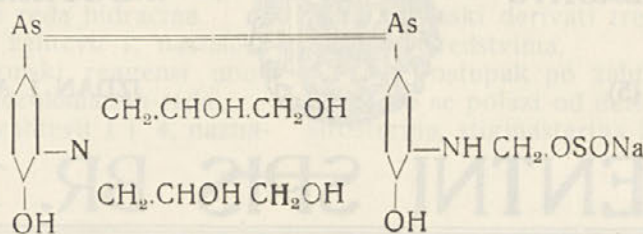
Dalje se rastvore 7,4 g 3-amino-4-oksibenzol-1-arsina, spravljenog po nemačkom patentu br. 251.571, u desetostrukoj količini petoprocentne hlorovodonične kiseline i umešaju u jedan rastvor od 11,2 g formaldehid-natrium-sulfoksilata u 25 cm³ vode na temperaturi od oko 27°. Pri ovom se posle kratkog vremena izdvoji jedan žuti talog, koji se cedi pod pritiskom i rastvara u razblaženom rastvoru natrium karbonata. Po dodatku etilalkohola i etra staloži se odayde 3-aminosulfoksilat-4-oksibenzol-1-arsin kao žuti zrnasti prah, koji se cedi pod pritiskom i pere etrom.

Kada se 2,85 g 3-amino-sulfoksilat-4-oksibenzol-1-arsina i 3,47 g gore opisanog 3-(bis-dioksiipropil) -amino-4 oksibenzol-1-arsinoksida rastvore u vodi, posle krat-

kog vremena postaje rastvor, koji je u početku bio crveno žut, otvorenije žut i o-
davde se izdvaja, kada se doda etilalkohol i

etar, jedan žut talog

**3- (bis-dioksiopropil) -amino-4-oksi-3'-ami-
no-4'-oksiarsenobenzol-sulfoksilat**



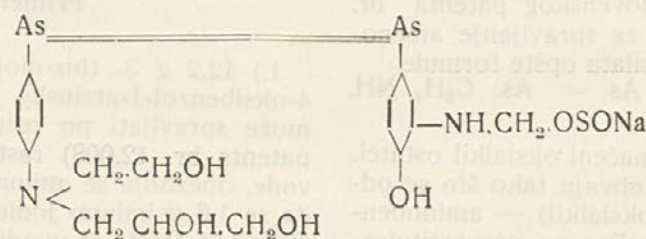
koji se cedi pod pritiskom i pere etrom. Ovaj ima iste osobine kao i jedinjenje, koje se dobiva po jugosl. patentu Br. 12008.

2.) 11,24 g 4- (dioksiopropil-oksietil) -aminobenzol-1-arsinske kiseline (koja se može spraviti po primeru 4 osnovnog patenta Br. 12.008) rastvore se u 20 cm³ v-
de i redukuju shodno primeru 1 sa sumpor-
dioksidom u 4- (dioksiopropil-oksietil) -ami-
no-benzol-1-arsinoksid.

Kada se na 3,17 g ovog arsinoksida

pusti da dejstvuju 1,85 g 3-amino-4-oksi-
benzol-1-arsina u hlorovodoničnom ras-
tvoru (uporedi primer 1), postaje uz za-
grevanje hlorovodonična so 4-(dioksiopro-
pil-oksietil) -amino-3'-amino-4'-oksiarse-
nobenzol, koja se izdvaja kada se doda
etilalkohol i etar, cedi se pod pritiskom i
prevodi na uobičajeni način sa formalde-
hidsulfoksilat u

**4- (dioksiopropil-oksietil) -amino-3'-amino
4'oksiarsenobenzol-sulf-oksilat**

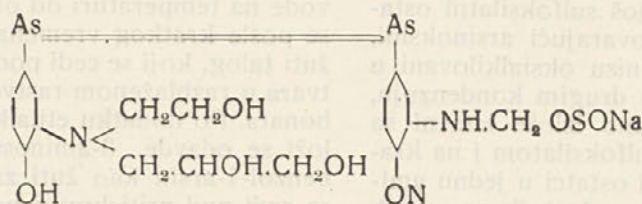


Na ovaj način dobiveni prah narandžaste
boje, koji se lako rastvara u vodi, ima iste
osobine kao i jedinjenje, koje se dobiva
po pr. 4 osnovnog patenta Br. 12.008.

3. 1,99 g 3-amino-4-oksibenzol-1-ar-
sinoksida, spravljenog po Berichte der De-
utschen Chemischen Gesellschaft, knjiga 43
(1910), strana 919, kondenzuju se u vode-
nom alkalnom rastvoru sa 2,85 g 3-amino-
sulfoksilat-4-oksibenzol-1-arsinom (upore-

di primer 1) u 3-amino-4-oksi-3'-amino-4'
oksiarsenobenzol-sulfoksilat, koji se iz o-
vog rastvora taloži dodatkom etil-alkoho-
la i etra. Žuti talog se cedi pod pritiskom i
pere etrom. Kada se na vodeni rastvor sul-
foksilata pusti da dejstvuje uz hlađenje 1
mol etilen oksida i zatim 1 mol glicida na
toploti, dobiva se

**3- (doksipropil-oksietil) -amno-4-oksi-3'-
amino-4'-oksiarsenobenzol-sulfoksilat**



koji se staloži u vidu žutog praška pomoću
etilalkohola i etra. Preparat sadrži 19,82 %
arsena i lako se rastvara u vodi.

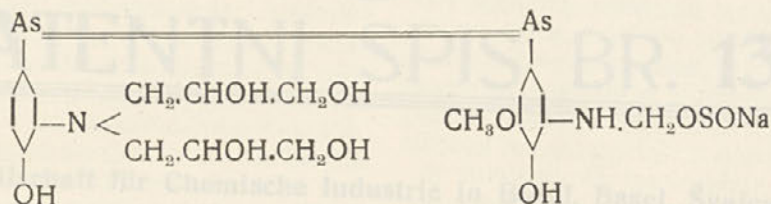
4.) 19,9 g 3- (bis-dioksiopropil) -amino-

4-oksibenzol-arsinoksida, spravljenog po
primeru 1, rastvara se sa 26,3 g 3-amino-4-
oksi-5-metoksibenzol-1-arsinskom kisel-
inom spravljenom po primeru 1 nemačkog

patenta Br. 555.241 u 70 cm³ metilalkohola koji je na hladnoći zasićen sa gasovitom hlorovodoničnom kiselinom i umešaju se u jedan na -10° rashlađeni rastvor od 75 g stano-hlorida u 100 cm³ metilalkohola koji je na hladnom zasićen sa gasovitom hlorovodoničnom kiselinom. Prvo postaje jedan bistar žuti rastvor, iz kojeg se posle kratkog vremena izdvaja jedan žuti talog

hlorovodonične soli 3- (bis-dioksipropil)-amino-4-oksi-3'-amino-4'-oksi-5', metoksi, aresanobenzola. Talog se cedi pod pritiskom i na uobičajeni način prevodi sa formaldehidsulfoksilat u

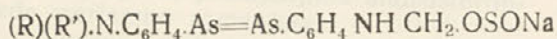
3- (bis-dioksipropil)-amino-4-oksi-3'-amino-4'-oksi-5'-metoksi-arsenobenzol sulfoksilat.



Žuti prah lako se rastvara u vodi i sadrži 19,53% arsena.

Patentni zahtev:

Postupak za spravljanje arsenobenzol-monosulfoksilata opšte formule:



gde su sa R i R' označeni oksialkil ostatci, naznačen time, što se ovde razrađujući dalje postupak shodno osnovnom patentu Br. 12.008 ili umesto di- (oksialkil)-amino-

benzolarsinskih kiselina kao i aminobenzol arsinskih kiselina i njihovi redukcionni proizvodi, t. j. arsinoksidi odnosno arsin kondenzuju jedni sa drugim u arsenobenzole što se u jednom proizvoljnom trenutku postupka, uvede još sulfoksilatni ostatak, ili što se odgovarajući arsinoksidi odnosno arsin koji nisu oksialkilovani u amino grupi kondenzuju jedni sa drugima, prethodno ili naknadno izlože izmeni sa formaldehid natrijum sulfoksilat u na kraju uvedu još oksialkil ostatci u jednu amino grupu.

