

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

KLASA 12 (5)

IZDAN 1 DECEMBRA 1938.

PATENTNI SPIS BR. 14478

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

Postupak za izradu simetričnih di-oksialkiliranih aminoarsenobenzola

Prijava od 14 decembra 1937.

Važi od 1 jula 1938.

Naznačeno pravo prvenstva od 19 decembra 1936 (Nemačka).

Već je poznato, da primarne amino-benzolarsinske kiseline, koje mogu da sadrže još i druge supstituente u benzolskom jezgru, prelaze pri redukciji u simetrične aminoarsenobenzole, koji su u vodi nerastvorljivi.

Sada je pronadeno, da se uvođenjem od dva ista ili različita oksialkilna ostatka u aminogrupu aminobenzolarsinskih kiselina i naknadnom redukcijom ovih kiselina, na pr. pomoću podfosforaste kiseline ili natrijumhidrosulfita, dolazi do simetričnih di-oksialkiliranih aminoarsenobenzola, koji se u vodi vrlo lako rastvaraju. Isto tako se može najpre arsinke kiseline prevesti u odgovarajuće arsinoksidi i ove zatim u sirćetno kiselom rastvoru pomoću natrijevog amalgama reducirati u slobodne arsenobenzole. Dalje nastaje i dejstvom nekog arsinoksida na pripadajući arsin u vodenom rastvoru, neposredno, simetrični arsenobenzol.

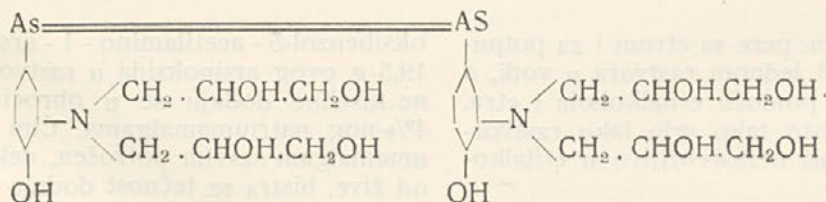
Prednjim uvođenjem oba ista ili različita oksialkilna ostatka u primarne arsinke kiseline, koje se vrši na poznat način,

reakcijom sa alkilenoksidima, tačno je određen položaj pojedinih oksialkilnih ostataka i u dioksialkiliranim aminoarsenobenzolima, dobivenim od ovih putem redukcije.

Ova jedinjenja odlikuju se velikom neotrovnošću i pokazuju prilikom subkutane injekcije samo vrlo malo nadražavajuće dejstvo, protivno monooksialkiliranim, odn. neoksialkiliranim aminoarsenobenzolima.

Primeri.

1) 73,3 g 3,3'-di-(bis-dioksi-*propil*)-amino-4,4'-dioksiarsenobenzol - dihlordrata, izrađenog prema patentu br. 13781, primer 1, rastvaraju se u 500 cm³ vode, jako kiseli rastvor neutralizira se dodatkom natrijevog karbonata do neutralne reakcije lakmusa i bistra žuta tečnost meša se sa etilalkoholom. Pri tome se taloži: 3,3' - di - (bis - dioksi-*propil*) - amino - 4,4' - dioksiarsenobenzol

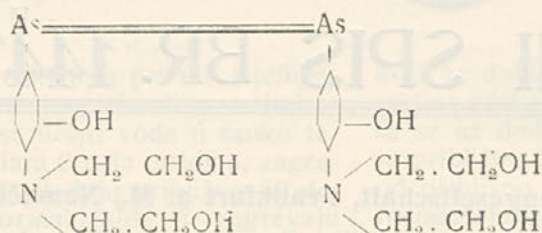


kao žuti talog, koji se odsisava, pere sa etrom i u datom slučaju čisti ponovnim rastvaranjem u vodi i taloženjem sa etilalkoholom. Jedinjenje se lako rastvara u

vodi sa neutralnom reakcijom i nerastvorljivo je u etilalkoholu i etru.

Isto jedinjenje se dobiva, ako se u 38 cm³ vode rastvaraju 38,1 g 3-(bis-dioksi-

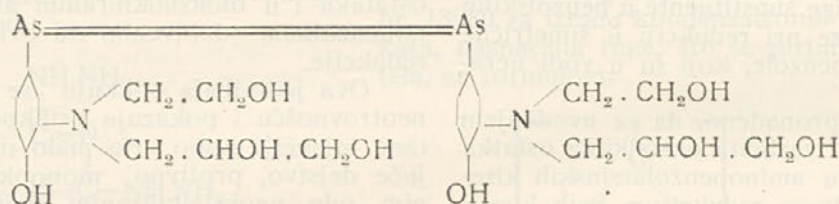
propil)-amino-4-oksibenzol-1-arsinske kiseline i zagrevaju se približno pola sata na 60—70° sa 120 g natriumhidrosulfita. Po odsisavanju neorganskih soli taloži se iz žutog filtrata, usled dodatka acetona 3,3'-di-(bis-dioksiipropil)-amino-4,4' - dioksiasenobenzol kao žuti talog, koji se odsisava i pere sa acetonom.



se odsisava i pere etrom. Žuti prah je u vodi vrlo lako rastvorljiv u etilalkoholu, etra i acetonu.

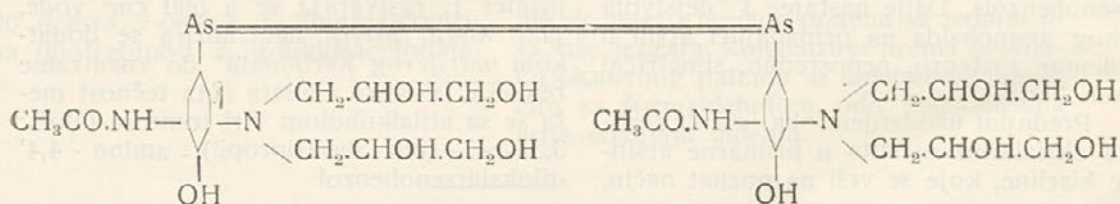
3) 67,5 g 3,3'-bis-(dioksiipropil-oksietil)-amino - 4,4' - dioksiasenobenzol - dihlorhidrata, izradenog po patentu br. 13781, primer 3, neutraliziraju se natrije-

2) Rastvor od 61,5 g 3,3'-dioksi-4,4'-di-(bis-oksietil)-amino-arsenobenzol - dihlorhidrata izradenog po patentu br. 13781, primer 2, meša se po neutralisanju pomoću natrijevog karbonata sa etilalkoholom i taloženi 3,3'-dioksi-4,4'-di-(bis-oksietil)-amino - arsenobenzol



koji se odsisava, pere sa etrom i suši. Preparat je nerastvorljiv u etilalkoholu i etru, lako rastvorljiv u vodi.

4) Iz vodenog rastvora od 84,9 g 3,3'-di-(bis-dioksiipropil)-amino-4,4'-dioksi-5,5'-di-(acetilamino) - arsenobenzoldihlorhidrata, izradenog po patentu br. 14120,



koji se odsisava, pere sa etrom i za potpuno čišćenje još jednom rastvara u vodi, a opet se taloži pomoću etilalkohola i etra. Jedinjenje je isto tako vrlo lako rastvorljivo u vodi, ali nerastvorljivo u etilalkoholu i etru.

Isto jedinjenje dobija se ako se najpre 3-(bis-dioksiipropil)-amino-4 - oksibenzol-5-acetilamino-1-arsinska kiselina, odgovarajući patentu br. 13165, primer 1, pretvara pomoću sumporaste kiseline i jodkaliuma u 3-(bis-dioksiipropil)-amino-4-

primer 2, taloži se po neutralisanju pomoću natrijevog karbonata, usled dodatka mešavine etilalkohola i etra, žuti praškoviti talog od

3,3'-di-(bis-dioksiipropil)-amino-4,4'-dioksi-5,5'-di-(acetilamino)-arsenobenzola

oksibenzol-5-acetilamino-1-arsinoksid i 19,5 g ovog arsinoksida u rastvoru sirćetne kiseline dodaje se u obrocima 85 g 4%-nog natriumamalgama. Čim je natriumamalgam sasvim potrošen, dekantira se od žive, bistra se tečnost dodaje u deseterostruku količinu metilalkohola, od taloženih neorganskih soli filtrira i žuti filtrat obara se etrom. Pri tome se taloži 3,3'-di-(bis-dioksiipropil)-amino-4,4'-dioksi-5,5'-di-(acetilamino)-arsenobenzol kao žuti talog, koji se odsisava i pere sa etrom. Ako

Patentni zahtev:

Postupak za izradu simetričnih di-oksialkiliranih aminoarsenobenzola, koji mogu da sadrže još i druge supstituente u benzolskom jezgru, naznačen time, što se di-oksialkilirane aminobenzol-arsinske kiseline pretvaraju u odgovarajuće derivate arsenobenzola.

