

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ŽAŠTITU



INDUSTRISKE SVOJINE

KLASA 12 (5)

IZDAN 1 JANUARA 1938.

PATENTNI SPIS BR. 13781

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

Postupak za spravljanje arsено-benzol-monosulfoksilata.

Dopunski patent uz osnovni patent broj 12008.

Prijava od 11 decembra 1936.

Važi od 1 jula 1937.

Naznačeno pravo prvenstva od 19 decembra 1935 (Nemačka).

Najduže vreme trajanja do 31 marta 1950.

Predmet jugoslovenskog patenta br. 12008 je jedan postupak za spravljanje arsено-benzol-monosulfoksilata opšte formule $(R) \cdot (R') \cdot NC_6H_4 \cdot As = AsC_6H_4 \cdot NH \cdot CH_2 \cdot OSO Na$ u kojoj su sa R i R' označeni oksi-alkil ostaci. Ova se jedinjenja dobivaju istovremenom redukcijom smeše molekulskih količina aminobenzol-arsinskih kiselina sa di-(oksiakil)-aminobenzol-arsinskim kiselinama u arsenobenzole i naknadnom izmenom sa formaldehid-natrium-sulfoksilatom.

Pri daljоj obradi ovog postupka nadeno je, da se dolazi do istih jedinjenja, kada se molekulske količine simetričnih amino-arsenobenzola i simetričnih di-(oksiakil)-amino-arsenobenzola kondenzuju u asimetrične arsено-benzolske derive. I ovi naknadno izmene sa formaldehid-natriumsulfoksilatom. Ovako dobivena jedinjenja i jedinjenja dobivena po jugoslav. patentu Br. 12008 imaju iste hemiske i farmakološke osobine.

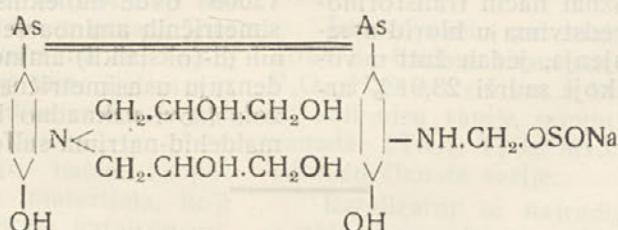
Primeri:

1.) 73,5 g 3,3'-di (-bis-dioksipropil)-amino-4,4'-dioksiarsenobenzol-dihidrohlorida i 43,9 g 3,3'-diamino-4,4' dioksiarsenobenzol-dihidrohlorida, koji je spravljen po nemačkom patentu Br. 224.953, rastvore se u 500 cm^3 vode. Rastvor se zagreje na oko 80° , procedi i mešajući dodaje se etil-alkoholu. Izdvajeni žuti talog 3-(bis-dioksipropil)-amino-4-oksi-3' amino-4'-oksi-arsenobenzol-dihidrohlorida cedi se pod pritiskom i ispira etrom. Ovo jedinjenje sadrži 24,83% arsena i rastvara se u vodi.

58,7 g ovog hidrohlorida rastvore se u vodi i zagrevaju kratko vreme na približno 27° sa 37 g formaldehid-natrium-sulfoksilata rastvorenih u vodi. Izdvaja se žuti talog, koji se rastvara kada se doda natrium-karbonat do slabo alkalne reakcije. Rastvor se procedi i umeša u etil-alkohol.

Izdvaja se

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

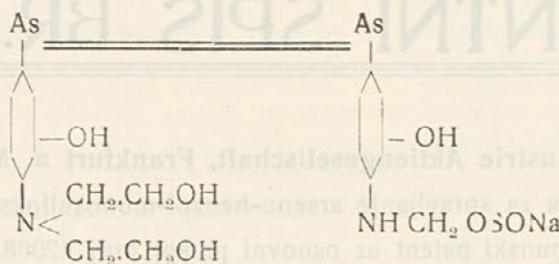


koji se cedi pod pritiskom i prečisti ponovnim rastvaranjem u vodi i taloženjem u etil-alkoholu. Ovaj žuti prah sadrži 19,48% arsena i ima iste osobine kao jedinjenje dobiveno po 1 primeru jugosl. patenta Br. 12008.

2.) Rastvor od 61,5 g 3,3'-dioksi-4,4'-di-(bis-oksietil)-amino-arsenobenzol-dihidrohlorida i 43,9 g 3,3'-dioksi-4,4'-diamino-arsenobenzol-dihidrohlorida u 600 cm³ vode, zagreje se na 80° i umeša u etil-alkohol.

Pri tome se izdvaja 3-oksi-4-(bis-oksietil)-amino-3'-oksi-4'-amino-arsenobenzol-dihidrohlorid, koji se cedi pod pritiskom i ispira etrom. Žuti prah rastvara se u vodi i sadrži 27,85% arsena.

Kada se ovaj hlorid izloži izmeni na isti način kao u primeru 1 sa formaldehid-natriumsulfoksilatom postaje 3-oksi-4-(bis-oksietil)-amino-3'-oksi-4'-amino-arsenobenzol - monosulfoksilat.



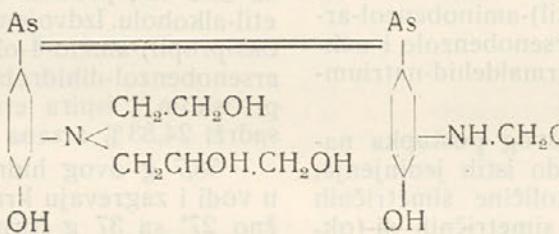
Ovo žuto jedinjenje sadrži 19,23% arsena i ima iste osobine kao jedinjenje, koje se dobija po primeru 2 dopunskog jugoslav. patenta br. 12230.

Kao polazni materijal upotrebljena 3-oksi-4-(bis-oksietil)-aminobenzol-1-arsinska kiselina dobiva se dejstvujući sa dva molekula etilenoksida na 3-oksi-4-aminobenzol-1-arsinsku kiselinu, koja je spravljena po podacima nemačkog patenta br. 244.166 i na uobičajeni način redukovana u odgovarajući arsenobenzol-derivat.

3.) 61,5 g 3,3'-bis-(diokskipropil-oksietil)-amino-4,4'-dioksi-arsenobenzol - dihi-

drohlorida rastvore se sa 43,9 g 3,3'-diamino-4,4'-dioksi-arsenobenzol-dihidrohlorida u vodi. Pošto se zagreje na 80°, umeša seprocedjeni rastvor u etil alkohol. Izdvojeni 3-(diokskipropil-oksietil)-amino-4-oksi-3'-amino - 4'-oksiarsenobenzol-dihidrohlorid procedi se pod pritiskom i ispre-re etrom. Ovo žuto jedinjenje lako se rastvara u vodi i sadrži 25,73% arsena.

Ovaj hlorid daje pri daljoj izmeni sa formaldehid-natriumsulfoksilatom 3-(diokskipropil-oksietil)-amino-4-oksi-3'-amino-4'-oksi-arsenobenzol-monosulfoksilat.



Ovo žuto jedinjenje rastvara se u vodi, sadrži 19,05% arsena i ima iste osobine kao jedinjenje dobiveno po primeru 3 jugoslav. dopunskog patenta br. 12230.

Kao polazni materijal potrebna 3-(diokskipropil-oksietil)-amino-4-oksibenzol-1-arsinska kiselina opisana je u istom primeru i može se na poznat način transformovati redupcionim sredstvima u hlorid arsenobenzolskog jedinjenja, jedan žuti u vodi rastvorni prah, koji sadrži 23,91% arsena.

Patentni zahtev:

Postupak za spravljanje arsenobenzol-monosulfoksilata opšte formule: $(R)(R').N.C_6H_4As=As.C_6H_4.NH.CH_2OSO_3Na$ u kojoj su sa R i R' označeni oksi-alkil ostaci, naznačen time, što se daljom obradom postupka prema jugoslav. patentu br. 12008 ovde molekulske težinske količine simetričnih aminoarsenobenzola i simetričnih di-(oksialkil)-amino-arsenobenzola kondenzuju u asimetrične derivate arsenobenzola i ovi naknadno izlože izmeni sa formaldehid-natrium-sulfoksilatom.