

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 12 (5)

Izd. an 1 decembra 1934.

PATENTNI SPIS BR. 11214

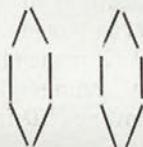
Ing. Pozowski Stanislaw, Warszawa, Poljska.

Postupak za dobijanje čistih, neotrovnih jedinjenja arsen-benzola i njegovih derivata.

Prijava od 19 avgusta 1933.

Važi od 1 aprila 1934.

Kod izvođenja jedinjenja arsen-benzola i njegovih derivata, naročito je kod izvođenja jedinjenja prema osnovnoj formuli.



koja bivaju upotrebljena kao sredstva za lečenje, od velike važnosti da se međuprodukti dobiju što je moguće čistiji i slobodni od primesa, jer od stepena čistoće ovih produkata u velikoj meri zavisno je iskorišćenje i čistoća konačnog produkta i naročito njegova neotrovnost, koja je, kao što je poznato, tako važna za njegovo dejstvo lečenja.

Već su višestruko predlagani različiti postupci za čišćenje i za cilj oslobađanja od otrovnih materija, različitih organskih arsenovih jedinjenja, naročito arsen-benzol jedinjenja, ili pak postupci za spravljanje arsen-benzol jedinjenja, slobodni od nečistoće i od primesa. Tako su na primer poznati postupci za čišćenje i oslobađanje emiofenil-arsin kiseline od otrovnih materija pomoću frakcionisanog kristalizovanja iz vodenih rastvora ili nitroksifenil-arsin kiseline pomoću kristalizovanja iz jako alkalnih rastvora.

Ovi poznati postupci (poljski patenti br. 820 i 821) ipak su veoma zametni, jer njihovo izvođenje zauzima mnogo mesta i suđova, kao i potrebuje zametna odlikovanja

tečnosti, što sve skupa čini proizvodnju skupom, a pri tome, i to je najvažnije, otrovnost ne biva u dovoljnom stepenu otklonjena.

Takođe je poznat jedan postupak (poljski patent 17919), po kojem se neotrovni konačni produkt arsen-benzol jedinjenja može dobiti time, što se odgovarajuće međudirjenje na primer baza diamindiol-arsenbenzola meša oprezno i lagano sa al'oholom i hlorovodoničnom kiselinom, i unosi u rastvor. Dobiveni kiseli rastvor biva neutralisan pri čemu sve primene i opravke materije kao talog bivaju izdvojene i filtrirane, i rastvor treba da sadrži čistu slobodnu bazu.

Duže vremena fabrično izdvojeni ogledi su ipak doveli do osvedočenja, da ni po jednom od ovih poznatih postupaka ne može biti dobiven konačni produkt, koji bi bio dovoljno oslobođen od toksičnih nečistoća.

Veoma dobri rezultati se dobijaju, ako se postupa po ovom pronalasku i to ako se kao sredstvo za uklanjanje toksičnih primesa arsen-benzol jedinjenja upotrebi adsorpciona masa, prvenstveno aktivni ugljen, na primer aktivisani ugljen biljnog porekla.

Kao što izlazi iz mnogobrojnih ogleda, potpuno je dovoljna primena od 1—5% aktivnog ugljena u odnosu na suhu masu soli, koja treba da se podvrgne postupanju, rastvorenju u vodi. Može se dakle jednostavno vodeni rastvor odgovarajućeg arsen-benzol jedinjenja pustiti da protiče kroz aktivni ugljen na kakvom filtru.

Ali se dobijaju mnogo bolji rezultati, ako se vodeni rastvor soli, koja treba da se podvrgne tretiranju ne propušta kroz aktivan ugljen u filtarskom sudu, nego ako se ovom



rastvoru domeša aktivan ugljen u kakvom sudu i uz mešanje bude držan neko vreme, na primer 15–30 minuta. Ipak je pri tome najbolje da se mešavina umereno zagreva i to do temperature od približno 50–75° C, prvenstveno 60° C.

Za čišćenje dovoljna količina aktivnog ugljena mora za svaku vrstu, čišćenju podvrgnutog, arsen-benzol jedinjenja biti utvrđivana pomoću prethodnih proba.

Pošto otrovnost konačnog produkta može samo biološki biti utvrđena, to nije moguće, ovde pomoću uporednih rezultata da se dokažu sjajni rezultati postupka po pronalasku. Mnogobrojne biološke probe su i pak pokazale, da po postupku prema pronalasku, izvedeni konačni produkt, dioksidamin-arsen-benzol-metilen - sulfoksilat-natrijum, ima bar za polovinu smanjenu otrovnost, no isti produkt kad je izveden po proizvoljnom jednom od u uvodu pomenutih postupaka. Još u vidu tragova eventualno postojeće otrovne primese treba pri tome praktično smatrati kao neškodljive, kao što su to biološki ogledi dokazali. Pri tome je postupak po pronalasku mnogo jednostavniji i jeftiniji.

PRIMER 1: 239 gr. suve sirove natrijumove soli p-amin-fenil-arsin- kiseline biva rastvoreno u 1000 gr. vode i ovom rastvoru biva dodato 5 gr. aktivnog ugljena biljnog porekla (oko 2% u odnosu na težinu soli). Tečna masa biva za približno 1/2 časa održavana na temperaturi od 60° C, uz stalno mešanje, i zatim biva filtrirana. Na filtru ostaje ugljen sa apsorbovanim o-

trovnim nečistoćama. Iz filtera biva pomoću hlorovodonične kiseline oborena p-amino-fenil-arsen kiselina u čistom stanju, u vidu belog taloga koji je po ispiranju vodom potpuno pripravan za dalju upotrebu.

PRIMER 2: 400 gr. suve sirove kalijumove soli m-nitro-p-oksi-fenilarsin-kiseline biva rastvoreno u 1200 gr. vode i biva zagrejano na približno 60° C. Zatim biva dodato 12 gr. aktivnog ugljena biljnog porekla (oko 3% u odnosu na težinu soli) i mešavina biva mešana oko 25 minuta. Zatim biva filtrirana i po mešanju filtrata sa hlorovodoničnom kiselinom izdvaja se čist talog m-nitro-p-oksi-fenil-arsin-kiseline, koji po ispiranju vodom ne potrebuje nikakvo dalje čišćenje.

Patentni zahtevi:

1) Postupak za dobijanje čistih, neotrovnih jedinjenja iz arsen-benzola i njegovih derivata ili njegovih soli, naznačen time, što takva jedinjenja bivaju oslobođena od nečistoće, naročito od otrovnih materija, pomoću adsorpcionih masa, naročito pomoću aktivnog ugljena.

2) Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se vodenom rastvoru odgovarajuće soli dodaje aktivan ugljen, prvenstveno u količini od 1–5% računato u odnosu na težinu suve soli, i tečna mešavina se pri temperaturi od 50–75° C, prvenstveno pri 60° C, izvesno vreme, na primer 15–30 minuta, stalno meša i zatim se filtrira.