



PATENTNI SPIS BR. 13272

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

Postupak za spravljanje arseno-benzol-mono-sulfoksilata.

Dopunski patent uz osnovni patent broj 12234.

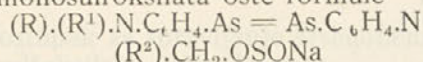
Prijava od 9 aprila 1936.

Važi od 1 novembra 1936.

Naznačeno pravo prvenstva od 10 aprila 1935 (Nemačka).

Najduže vreme trajanja do 30 juna 1940.

Predmet jugosl. patenta br. 12.234 je jedan postupak za spravljanje arsenobenzol-monosulfoksilata ošte formule



gde su sa R i R¹ označeni oksialkilostatici, a sa R² jedan oksialkil ili alkil ostatak.

Pri daljoj obradi postupka nađeno je, da se dolazi do istih jedinjenja, kada se u mesto aminobenzol-arsinskih kiselina njihovi redukcionni proizvodi, t. j. arsin oksidi ili arsini, na poznat način ujedno kondenzuju u arsenobenzol derivate i što se prethodno ili naknadno uvedu dva oksialkil ostatka u jednu amino grupu i jedan oksialkil ostatak ili alkil ostatak kao formaldehidni sulfoksilatni ostatak u drugu amino grupu. Mogu se umesto trovalentnih arsenojedinjenja kao polazne materije upotrebiti i jedinjenja petovalentnog arsena, na pr. arsinske kiseline i ove redukovati u reakcionoj smeši u jedinjenja trovalentnog arsena.

Primeri:

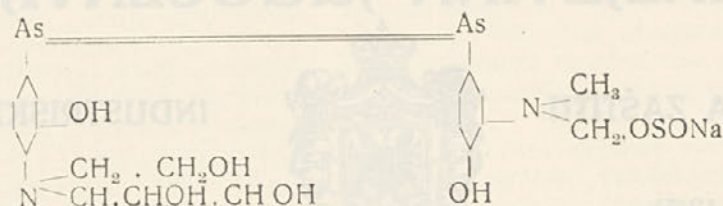
1. 13.8 g 3-oksi-4-(bis-dioksiopropil)-aminobenzol-1-arsinske kiseline, spravljene po primeru 1 osnovnog patenta br. 12234, rastvore se u 30 cm³ vode i pošto se obezboji pomoću animalnog uglja, doda

se 1.9g kalium jodida. Pri dužem uvođenju sumporaste kiseline postaje 3-oksi-4-(bis-dioksiopropil)-aminobenzol-1-arsinoksid koji se taloži dodatkom etil alkohola i etra kao skoro bezbojan talog, cedi se pod pritiskom i pere etrom.

Istovremeno se 24.7 g 3-metilamino-4-oksibenzol-1-arsinske kiseline, spravljene po Berichte der Deutschen Chemischen Gesellschaft 45 (1912), str. 2131, redukuju pomoću cinkovog praška i hlorovodonične kiseline shodno podacima nemačkog patenta br. 251.571 u 3-metilamino-4-oksibenzol-1-arsin i pošto se neutralizuje sa natrium acetatom, ekstrahuje sa etrom i pošto se etar odestiluje, dobije se iz rastvora kao bezbojna kristalna masa.

Kada se 3.47 g 3-oksi-4-(bis-dioksiopropil)-aminobenzol-1-arsin oksid (vidi gore) u rastvoru hlorovodonične kiseline puste da dejstvuju na 1.99 g 3-metilamino-4-oksibenzol-1-arsina, nastaje uz zagrevanje kondenzovanje i postaje 3-oksi-4-(bis-dioksiopropil)-amino 3'-metilamino-4'-oksiarsenobenzol hlorhidrat. Ovo jedinjenje se taloži jednom smešom etilalkohola i etra kao žuti talog, koji se cedi pod pritiskom i prevodi na poznat način pomoću formaldehidanatrium-sulfoksilata u

3-oksi-4-(bis-dioksiopropil)-amino-3'-metilamino-4'-oksiarsenobenzolsulfoksilat



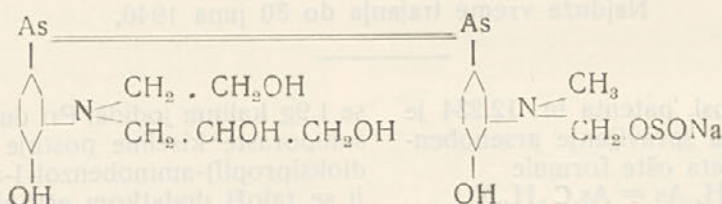
Na ovaj način dobivena materija odgovara u svojim osobinama jedinjenju koje se dobija po primeru 1 osnovnog patenta br. 12.234.

2. 7.95 g 3-metilamino-4-oksibenzol-1-arsina (vidi primer 1) rastvore se u desetostrukoj količini 5%-ne hlorovodonične kiseline i zagrevaju na oko 27° sa jednim rastvorom od 11.2 g formaldehidnatrium-sulfoksilata u 25 cm^3 vode. Pri tome se izdvaja jedan žuti talog; koji se cedi pod pritiskom i rastvara u razblaženom rastvoru natrium karbonata. Kada se doda etil alkohol i etar izdvaja se 3-metilamino-sulfoksilat-4-oksibenzol-1-arsin kao žuti talog, koji se cedi pod pritiskom i pere

etrom.

Dalje se 35.1 g 3-(dioksi-3'-metilamino-4-oksibenzol-1-arsinske kiseline spravljene po primeru 4 osnovnog patenta br. 12.234, po podacima primera 1 ovog pronalaska redukuju sa sumporastom kiselinom u 3-(dioksi-3'-metilamino-4-oksibenzol-1-arsinoksid i taloži iz vodenog rastvora etilalkoholom i etrom kao skoro bezbojni talog.

Kada se 3.17 g ovog arsinoksida i 2.14 g 3-metilamino-sulfoksilata-4-oksibenzol-1-arsina (vidi gore) rastvore u vodi, nastaje uz rasvetljavanje tečnosti kondenzovanje u 3-(dioksi-3'-metilamino-4'-oksiarsenobenzol)sulfoksilat



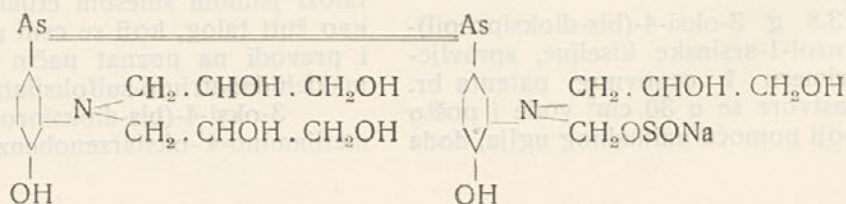
koji se na dodatak etilalkohola i etra izdvaja kao zagasito žuti talog, cedi pod pritiskom i pere etrom. Osobine materije dobivene na ovaj način, podudaraju se sa osobinama jedinjenja dobivenog po primeru 4 osnovnog patenta br. 12.234.

3. 30.7 g 3-dioksi-3'-metilamino-4-oksibenzol-1-arsinske kiseline redukuju se na uobičajeni način (vidi primer 1) pomoću konkovog praha i hlorovodonične kiseline u 3-dioksi-3'-metilamino-4-oksibenzol-1-arsin koji se dobija kao bezbojan kristaliničan prašak pošto se ispari etarski ekstrakt.

3-dioksi-3'-metilamino-4-oksibenzol-1-arsinska kiselina, koja služi kao polazni materijal, spravljaju se dejstvom jednog mola glicida na jedan vodeni rastvor natriumove soli 3-amino-4-oksibenzol-1-arsinske kiseline, bezbojan je prašak, koji se lako ra-

stvora u vodi i sadrži 4.34% azota.

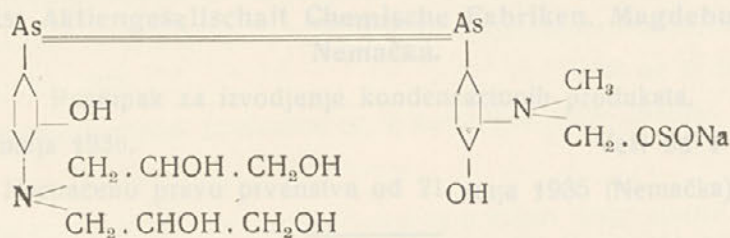
Kada se molekularne količine 3-dioksi-3'-metilamino-4-oksibenzol-1-arsina (vidi gore) i 3-amino-4-oksibenzol-arsinoksida, spravljene po podacima iz Berichte der Deutschen Chemischen Gesellschaft 43 (1910), str. 919, rastvore u razblaženoj hlorovodoničnoj kiselini, nastaje kondenzovanje u 3-amino-4-oksibenzol-1-arsinoksid i taloži iz vodenog rastvora etilalkoholom i etrom kao skoro bezbojni talog.



koji se izdvaja sa etilalkoholom kao žuti talog, cedi pod pritiskom i pere etrom. Ovo jedinjenje odgovara po svojim osobinama jedinjenju, koje se dobija po primeru 2 osnovnog patenta br. 12.234.

4. 23.3 g 3-oksi-4-aminobenzol-1-arsinske kiseline, spravljene po podacima nemačkog patenta br. 244.166, redukuju se na poznat način sa sumpor hidroksidom u 3-oksi-4-aminobenzol-1-arsinoksid. Na odvajajući arsinoksid, smeša se učini alkalnom i zatim doda u vodenom rastvoru u molekulskoj količini 3-metilamino-4-ok-sibenzol-1-natrium arsinat. Ako se ova

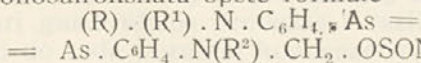
smeša zagreje sahidrosulfitom, onda kao posledica zajedničke redukcije obeju komponenta, koje učestvuju u izmeni postaje 3-oksi-4-amino-3'-metilamino-4'-oksiarseno benzol, koji se na poznat način prevodi sa formaldehid-natriumsulfoksilat u odgovarajući sulfoksilat. Kada se na ovo jedinjenje dejstvuje u vodenom rastvoru jednim molekulom etilenoksida uz hlađenje i zatim sa jednim molekulom glicida na toploti, postaje 3-oksi-4-(dioksiopropil-oksetil)-amino-3'-metilamino-4'-oksiarsenoben-zolsulfoksilat



koji se taloži etil alkoholom kao žuti talog, zatim se cedi pod pritiskom i pere etrom. Ovo se jedinjenje lako rastvara u vodi i sadrži 18.7% arsena.

Patentni zahtev:

Postupak za spravljanje arsenobenzol-monosulfoksilata opšte formule



gde su sa R i R¹ označeni oksialkilostatci,

a sa R² jedan oksialkil ili alkil ostatak, naznačen time, što se pri daljoj obrdi postupka prema osnovnom patentu br. 12.234 ovde u mesto aminobenzolarsinskih kiselina, njihovi redukcionni proizvod, t.j. arsinoksidi ili arsinini, kondenzuju na već poznat način, u derivate arsenobenzola i što se prethodno ili naknadno uvode dva oksialkil ostatka u jednu aminogrupu i jedan oksialkil ili jedan alkilostatak kao i formaldehidsulfoksilatni ostatak u drugu amino grupu.

