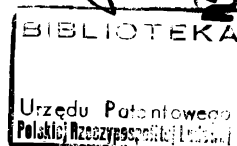


Warszawa, 21 stycznia 1937 r.

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 24121.

Kl. 12 q, 32/30.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
(Frankfurt n. M., Niemcy).

Sposób wytwarzania jednosulfoksylianów arsenobenzenów.

Patent dodatkowy do patentu Nr 22158.

Zgłoszono 23 marca 1936 r.

Udzielono 6 listopada 1936 r.

Pierwszeństwo: 3 kwietnia 1935 r. (Niemcy).

Najdłuższy czas trwania patentu do 11 września 1950 r.

Przedmiot patentu Nr 22 158 stanowi sposób otrzymywania jednosulfoksylianów arsenobenzenów zawierających dwie reszty oksyalkylowe przy tej samej grupie aminowej. Związki te otrzymuje się redukując w sposób znany odpowiednie kwasy dwu - (oksyalkylo) - aminobenzeno - arsinowe razem z niepodstawionymi kwasami aminobenzeno-arsinowymi na arsenobenzeny i poddając następnie otrzymane arsenobenzeny reakcji z formaldehydo-sulfoksylianem sodowym.

Obecnie stwierdzono, że te same związki otrzymuje się, poddając kondensacji zamiast kwasów dwu - (oksyalkylo) - amino-

benzeno - arsinowych oraz kwasów aminobenzeno - arsinowych ich produkty redukcji, t. j. tlenki arsinowe względnie arsiny, i wprowadzając ponadto do otrzymanych arsenobenzenów w dowolnej fazie sposobu otrzymywania resztę sulfoksylianu, albo też poddając kondensacji odpowiednie nieoksyalkylowane tlenki arsinowe względnie arsiny i wprowadzając przed kondensacją lub po kondensacji do jednej grupy aminowej resztę formaldehydo - sulfoksylianu sodowego, a do drugiej grupy aminowej — ponadto reszty oksyalkylowe. Zamiast trójwartościowych związków arsenu można jako substancje wyjściowe stosować rów-

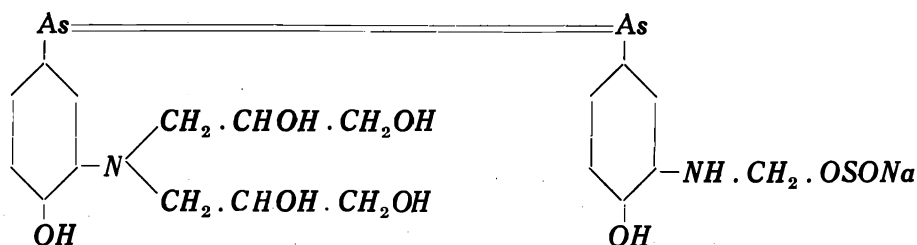
niez i kwasy arsinowe i kwasy te, ewentualnie w mieszaninie reakcyjnej, redukować na trójwartościowe związki arsenowe.

Przykład I. 12,2 g kwasu 3 - (bis - dwuoksypropylo) - amino - 4 - oksybenzeno - 1 - arsinowego (który otrzymuje się według przykładu I patentu Nr 22 158) rozpuszcza się w 12 cm³ wody, odbarwia za pomocą węgla zwierzęcego i zadaje roztworem 1,6 g jodku potasowego w 5 cm³ wody. Po kilkogodzinym wprowadzaniu dwutlenku siarki wlewa się mieszając żółto zabarwioną ciecz do mieszaniny alkoholu etylowego i eteru, przy czym wydziela się tlenek 3 - (bis - dwuoksypropylo) - amino - 4 - oksybenzeno - 1 - arsinowy, w postaci prawie bezbarwnego osadu, który odsącza się pod ciśnieniem i przemycza eterem.

Następnie rozpuszcza się 7,4 g 3 - amino - 4 - oksybenzeno - 1 - arsinu, otrzymanego według patentu niemieckiego Nr 251 571, w dziesięciokrotnej ilości 5% - owego kwasu solnego, a do otrzymanego roztworu dodaje się mieszając w temperaturze

27°C roztwór 11,2 g formaldehydo - sulfoksylanu sodowego w 25 cm³ wody, przy czym wydziela się wkrótce żółty osad, który odsącza się pod ciśnieniem i rozpuszcza w rozcieńczonym roztworze węglanu sodowego. Z roztworu tego strąca się przez dodanie alkoholu etylowego i eteru 3 - aminosulfoksylan 4 - oksybenzeno - 1 - arsinu w postaci żółtego proszku ziarnistego, który odsącza się pod ciśnieniem i przemycza eterem.

Po rozpuszczeniu w wodzie 2,85 g 3 - aminosulfoksylanu 4 - oksybenzeno - 1 - arsinowego i 3,47 g wyżej opisanego tlenku 3 - (bis - dwuoksypropylo) - amino - 4 - oksybenzeno - 1 - arsinowego następuje wkrótce rozjaśnienie się roztworu, który zmienia przy tym swój żółto-czerwony kolor początkowy na jasnożółty; z tego roztworu wydziela się po dodaniu alkoholu etylowego i eteru żółty osad sulfoksylanu 3 - (bis - dwuoksypropylo) - amino - 4 - oksy - 3' - amino - 4' - oksyarsenobenzeno o wzorze:



który odsącza się pod ciśnieniem i przemycza eterem. Otrzymany związek wykazuje te same właściwości, co związek otrzymany według przykładu I patentu Nr 22 158.

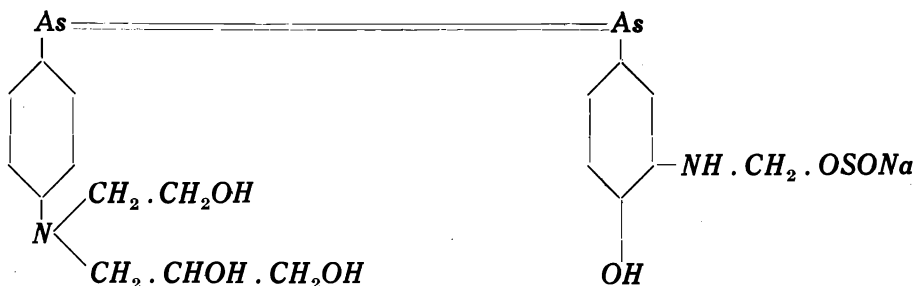
Przykład II. 11,24 g kwasu 4 - (dwuoksypropylo - oksyetylo) - aminobenzeno - 1 - arsinowego (który otrzymuje się według przykładu IV patentu Nr 22 158) rozpuszcza się w 20 cm³ wody i redukuje się według wskazówek przykładu I za pomocą dwutlenku siarki na tlenek 4 - (dwu-

oksypropylo - oksyetylo) - aminobenzeno - 1 - arsinowy.

Przy działaniu w roztworze kwasu solnego na 3,17 g tego tlenku arsinowego 1,85 g 3 - amino - 4 - oksybenzeno - 1 - arsinu (porówn. przykład I) powstaje z wydzielaniem się ciepła chlorowoderek 4 - (dwuoksypropylo - oksyetylo) - amino - 3' - amino - 4' - oksyarsenobenzeno, który strąca się przez dodanie alkoholu etylowego i eteru, odsącza pod ciśnieniem i przeprowa-

dza w sposób zwykły za pomocą formalde-
hydo - sulfoksydanu sodowego w sulfoksy-
lan 4 - (dwuoksypropylo - oksyetylo) - a-

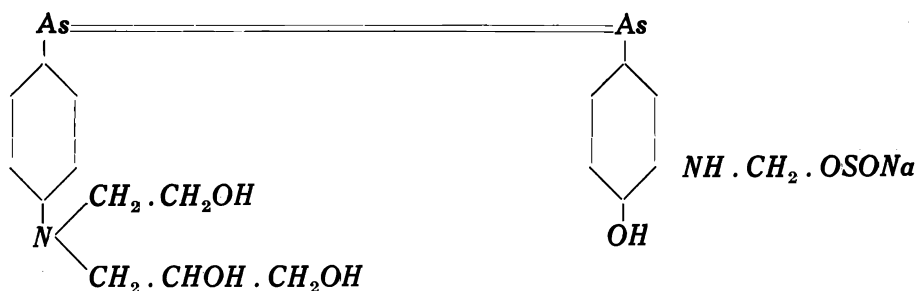
mino - 3' - amino - 4' - oksyarsenobenzenu
o wzorze:



Pomarańczowo zabarwiony proszek otrzy-
many w ten sposób rozpuszcza się łatwo w
wodzie i odpowiada swymi właściwościami
związkowi otrzymanemu według przykła-
du IV patentu Nr 22 158.

Przykład III. 1,99 g tlenku 3 - amino -
- 4 - oksybenzeno - 1 - arsinowego otrzy-
manego według „Berichte der Deutschen
Chemischen Gesellschaft” tom 43, 1910,
str. 919, kondensuje się w wodnym alka-
licznym roztworze z 2,85 g 3 - aminosul-
foksydanu 4 - oksybenzeno - 1 - arsinu (po-
równ. przykład I) na sulfoksydan 3 - ami-

no - 4 - oksy - 3' - amino - 4' - oksyarseno-
benzeno, który strąca się z tego roztworu
przez dodanie alkoholu etylowego i eteru.
Otrzymany przy tym żółty osad odsącza
się pod ciśnieniem i przemywa eterem.
Działając z zastosowaniem chłodzenia 1
molem tlenku etylenowego, a następnie na
ciepło 1 molem glicydu na wodny roztwór
tak otrzymanego sulfoksydanu otrzymuje
się sulfoksydan 3 - (dwuoksypropylo - o-
ksyetylo) - amino - 4 - oksy - 3' - amino -
- 4' - oksyarsenobenzenu o wzorze:



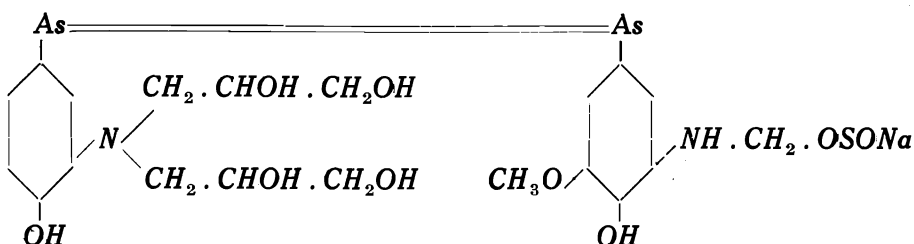
który strąca się za pomocą alkoholu etylo-
wego i eteru w postaci żółto zabarwionego
osadu. Otrzymany preparat zawiera 19,82%
arsenu i rozpuszcza się łatwo w wodzie.

Przykład IV. 19,9 g tlenku 3 - (bis -
dwuoksypropylo) - amino - 4 - oksybenze-
noarsinu otrzymanego według przykładu I
rozpuszcza się razem z 26,3 g kwasu 3 - a-
mino - 4 - oksy - 5 - metoksybenzeno - 1 -

arsinowego otrzymanego według patentu
niemieckiego Nr 555 241, przykład I, w 70
cm³ kwasu solnego, nasyconego na zimno
alkoholem metylowym, i otrzymany roz-
twór wlewa mieszając do oziębionego do
-10°C roztworu 75 g chlorku cynawego w
100 cm³ kwasu solnego nasyconego w zim-
nie alkoholem metylowym. Przy tym po-
wstaje najpierw przezroczysty żółto zabar-

wiony roztwór, z którego wydziela się wkrótce żółty osad chlorowodoru 3 - (bis - dwuoksypropylo) - amino - 4 - oksy - 3' - amino - 4' - oksy - 5' - metoksyarsenobenzenu. Osad ten odsąca się pod ciśnieniem i przeprowadza w sposób zwykły

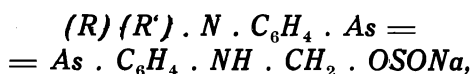
za pomocą formaldehydo - sulfoksylanu sodowego w sulfoksylan 3 - (bis - dwuoksy - propylo) - amino - 4 - oksy - 3' - amino - 4' - oksy - 5' - metoksyarsenobenzenu o wzorze:



Otrzymany żółty proszek rozpuszcza się łatwo w wodzie i zawiera 19,53% arsenu.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania jednosulfoksylanów arsenobenzenów o wzorze ogólnym:



w którym litery R i R' oznaczają reszty oksyalkylowe według patentu Nr 22 158, znamienny tym, że zamiast kwasów dwu - (oksyalkylo) - aminobenzenoarsinowych oraz kwasów aminobenzenoarsinowych kondensuje się ich produkty redukcji, t. j. tlen-

ki arsinowe względnie arsiny, na arsenobenzeny i do otrzymanych arsenobenzenów wprowadza w dowolnej fazie sposobu otrzymywania ponadto resztę sulfoksylanu, albo też kondensuje się odpowiednie nieoksyalkylowane w grupie aminowej tlenki arsinowe względnie arsiny i wprowadza przed kondensacją lub po kondensacji do jednej grupy aminowej resztę formaldehydo - sulfoksylanu sodowego, a do drugiej grupy aminowej — reszty oksyalkylowe.

I. G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

