

Cof 9/78

URZĄD PATENTOWY

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ
OPIS PATENTOWY

Nr 17919.

Kl. 12 q 6.

Stanisław Kielbasiński
(Warszawa, Polska).**Sposób otrzymywania nietoksycznych związków aminoarsenobenzenowych.**

Zgłoszono 11 stycznia 1932 r.

Udzielono 31 stycznia 1933 r.

Pierwszeństwo: 19 maja 1931 r. (Niemcy).

Wiadomo, że aminozwiązki arsenobenzenu i jego pochodnych, w postaci wolnych zasad, nie rozpuszczają się wcale lub bardzo trudno i zaledwie częściowo w rozpuszczalnikach organicznych, a zwłaszcza w alkoholach, jak w alkoholu metylowym i etylowym. Okoliczność ta w znacznej mierze utrudnia pracę z temi związkami.

Obecnie znaleziono, że można otrzymać całkowicie przezroczyste, wolne od zanieczyszczeń ubocznych, alkoholowe, względnie wodno-alkoholowe roztwory, które należy uważać jako speudo-roztwory, wolnych zasad wymienionych wyżej związków, zapomocą bardzo starannego rozdrobnie-

nia stałej zasady w alkoholach, na przykład, w koloidalnym młynku, albo przez ostrożne zobojętnienie kwaśnych roztworów tych zasad. Pozostająca przytem część nierozpuszczalna, a zawierająca uboczne związki szkodliwe oraz zanieczyszczenia, daje się łatwo oddzielić od czystego roztworu. Do otrzymania takich pseudo-roztworów mogą być użyte kwasy mocne jak i słabe, a więc, na przykład, kwas solny, siarkawy, w zależności od zamierzonych zastosowań. Do zobojętnienia mogą być użyte różne alkalja, jak ługi amonowe, potasowy, sodowy, jak również węglany i siarczyny. Otrzymywane takim sposobem

roztwory, natury niewątpliwie koloidalnej, są wyjątkowo trwałe, zwłaszcza jeśli się je zabezpieczy od zbytniego działania światła i powietrza, i doskonale nadają się do dalszych przeróbek, gdyż w otrzymanym takim sposobem środowisku obojętnym pozostają te roztwory po odsączeniu wolnymi od zwykłych tym zasadom szkodliwych zanieczyszczeń.

Wynalazek niniejszy daje nam możliwość z otrzymanych w opisany sposób czystych zasad aminowych wytwarzania produktów arsenobenzenowych, jak kwaśne sole tych zasad, kwasy aminobenzenoarsinowe, związki z formaldehydosulfoksylanem i podobne o nieosiągalnej dotychczas nieszkodliwości ubocznej przy stosowaniu leczniczym (atoksyczności).

Przykład I. 366 g suchej zasady dwuaminodwuoksyarsenobenzenu, otrzymanej, na przykład, przez redukcję kwasów *m*-nitro-*p*-oksyfenyloarsinowego lub *m*-amino-*p*-oksyfenyloarsinowego zapomocą wodorosiarczynu, rozciera się przez 20 godzin w zamkniętym młynku porcelanowym z mniej więcej 5 l alkoholu etylowego lub metylowego. Zasada powoli przechodzi do roztworu, który dobrze się filtruje przez zwykłe filtry z bibuły lub tkaniny bawełnianej, zwłaszcza po utworzeniu na nich naturalnego filtru z mułu zanieczyszczeń. Odsączony przezroczysty roztwór zadaje się alkoholowym roztworem chlorowodoru w stosunku 2 moli HCl na 1 mol zasady. Z otrzymanego kwaśnego roztworu, wlanego do 8-krotnej ilości eteru, wydziela się dwuchlorowoderek dwuamino-dwuoksy-arsenobenzenu w postaci puszystego żółtawego proszku.

Jeśli przesączony roztwór dwuamino-dwuoksy-arsenobenzenu utleniać, na przykład, nadtlenkiem wodoru, otrzymuje się w stanie bardzo czystym kwas amino-oksyfenyloarsinowy.

Przykład II. 1 mol suchej lub nawet świeżo odsączonej, a więc w stanie mo-

krym, zasady dwuamino-dwuoksy-arsenobenzenu zadaje się 5 l alkoholowego roztworu chlorowodoru w ilości 1 mola HCl . Otrzymany roztwór, ewentualnie po odsączeniu, — co jednak nie jest niezbędnym, — zobojętnia się 2 *N.* ługiem sodowym lub węglanem sodowym, mieszając starannie. Przez neutralizację taką pozostaje w roztworze praktycznie cała ilość wolnej zasady dwuamino-dwuoksy-arsenobenzenu, puszysty zaś osad, który się wytwarza w niewielkiej ilości, zawiera wszystkie zanieczyszczenia uboczne, a przede wszystkim związki toksyczne. Odsączony roztwór zasady nadaje się bezpośrednio do wytwarzania rozmaitych związków arsenobenzenowych, na przykład, przez połączenie z formaldehydosulfoksylanem, względnie formaldehydodwusiarczynem sodowym otrzymać można związki ich z amino-oksyarsenobenzenem, łatwo rozpuszczalne w wodzie o reakcji obojętnej, o nieosiągniętych dotychczas własnościach leczniczych, wolnych od ubocznych działań toksycznych.

Przykład III. 1 mol zasady 4,4'-dwaaminoarsenobenzenu, otrzymanej przez redukcję tlenku *p*-amino-fenyloarsinowego lub kwasu arsanilowego, rozciera się pod alkoholem etylowym, dodając ogółem do 10 l alkoholu. Do otrzymanej w taki sposób zawiesiny zasady w alkoholu dodaje się 1 mol chlorowodoru, mieszając zapomocą wirowania. Puszysty osad, jaki się przytem wytwarza, zawiera wszystkie niepożądane produkty uboczne i tylko nieznaczne ilości czystego dwuaminoarsenobenzenu, który prawie całkowicie pozostaje w roztworze. Po odsączeniu od nierozpuszczalnych zanieczyszczeń czysty roztwór zasady przechodzi przez zakwaszenie alkoholowym kwasem solnym w sól chlorowodorową dwuaminoarsenobenzenu, którą się wydziela przez wlanie jej alkoholowego roztworu do eteru. Tenże czysty zobojętniony roztwór zasady służyć może bezpośrednio do wielu dalszych reakcyj.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania nietoksycznych związków amino-arsenobenzenowych, znamienny tem, że wolne zasady aminoarsenobenzenowe przeprowadza się w stan rozpuszczalny w rozpuszczalnikach organicznych, zwłaszcza w alkoholu etylowym, za pomocą koloidalnego rozdrobnienia, osią-

galnego albo przez rozdrobnienie mechaniczne, albo też przez ostrożne zobojętnienie alkalkami roztworów kwaśnych soli tych zasad, poczem otrzymane alkoholowe roztwory wolnych zasad oddziela się od nierozpuszczalnych szkodliwych produktów ubocznych.

Stanisław Kiełbasiński.