

Warszawa, 6 maja 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



C 07 c 87/46 2



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 21300.

Kl. 12 p, 15.

Rudolf Scheuble
(Wiedeń, Austria).

Sposób wytwarzania sześćjodku heksametylenoheksaminy.

Zgłoszono 25 kwietnia 1934 r.

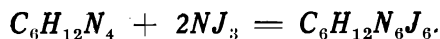
Udzielono 27 marca 1935 r.

Związki jodowe heksametylenotetraminy (dwujodek $C_6H_{12}N_4J_2$ i czterojodek $C_6H_{12}N_4J_4$) są już znane. Dwujodek ma szerokie zastosowanie w lecznictwie.

Te związki addycyjne zawierają jod, związany bardzo luźno, i wskutek tego wobec wielu odczynników zachowują się jak proste mieszaniny heksametylenotetraminy z jodem, w związku z czym dają się miareczkować tiosiarczanem lub kwasem arsenawym, jak wolny jod, przyczem znalezione wartości nawet w obecności jodowodoru albo jodku potasowca są tylko tak duże, jak to odpowiada faktycznej zawartości jodu w jodkach heksametylenotetraminy.

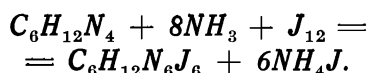
Natomiast według wynalazku niniejszego otrzymuje się z heksametylenotetraminy jeszcze nieznaną związek jodowy,

którego skład znacznie się różni od znanych jodków heksametylenotetraminy. Ten nowy związek powstaje, jeśli na heksametylenotetraminę działać nie wolnym jodem, lecz jodkiem azotu. Związek, otrzymany według wynalazku niniejszego, odpowiada w przybliżeniu wzorowi $C_6H_{12}N_6J_6$, a tem samem możnaby go uważać za sześćjodek heksametylenoheksaminy. Przebieg reakcji jego wytwarzania wyraża się równaniem:



W celu wytworzenia wymienionego związku niepotrzebne jest, a ze względu na niebezpieczeństwo nawet niecelowe, uprzednie oddzielanie jodku azotu, gdyż

heksametylenotetraminy dodaje się bezpośrednio do mieszaniny reakcyjnej, wytworzonej w znany sposób z jodu i amonjaku, zawierającej jeszcze jodek amonowy, nadmiar amonjaku i rozpuszczalnik. Taki sam produkt końcowy otrzymuje się również przez działanie w innej kolejności trzema składnikami (jodem, amonjakiem, heksametylenotetraminą). Tak więc można np. najpierw zmieszać heksametylenotetraminę z amonjakiem, a następnie dodawać jodu (rozpuszczonego lub w postaci proszku), albo też można najpierw heksametylenotetraminą działać na jod i dopiero potem dodać amonjaku. Jednakże we wszystkich tych przypadkach powstaje najpierw jodek azotu a ostatecznie osiągniętą równowagę można wyrazić zapomocą następującego równania:



Aby otrzymać produkt o właściwym składzie, należy heksametylenotetraminę stosować w nadmiarze co najwyżej 50% -ym, natomiast dopuszczalny jest większy nadmiar amonjaku.

Przykład I. 1500 g wodnego roztworu amonjaku ($D = 0,91$) rozcieńcza się mniej więcej do 3 litrów i, stale mieszając oraz chłodząc, wprowadza się stopniowo 1500 g miążko sproszkowanego jodu. Następnie, mieszając w dalszym ciągu, dodaje się roztwór 200 g heksametylenotetraminy w 500 g wody i od chwili, w której zawieszony związek jodowy przybrał barwę fioletową, nieulegającą dalszej zmianie, miesza się jeszcze przez godzinę. Powstały produkt odsącza się, przemywa wodą, jeszcze na wilgotno miesza z 900 g miążko sproszkowanego talku i dopiero wtedy suszy. Otrzymuje się 1800 g suchej mieszaniny, po odliczeniu zaś wagi talku — 900 g sześćciodjodu heksametylenoheksaminy.

Przykład II. 200 g heksametylenotetra-

miny rozpuszcza się w 1 litrze wody, dodaje 1500 g roztworu wodnego amonjaku ($D = 0,91$) i 900 g miążko sproszkowanego talku. Następnie, mieszając, wlewa się roztwór 1500 g jodu i 1300 g jodku potasu w 2,4 l wody. Miesza się dopóty, aż osad przybierze czerwoną barwę, nieulegającą dalszej zmianie. Następnie osad odsącza się, przemywa i suszy, jak w przykładzie I; otrzymuje się 1800 g produktu suchego, zawierającego 900 g sześćciodjodu heksametylenoheksaminy.

Przykład III. 200 g heksametylenotetraminy rozpuszcza się w 1 litrze wody, do powstałego roztworu dodaje 900 g miążko sproszkowanego talku i, mieszając, wlewa najpierw roztwór 1500 g jodu i 1300 g jodku potasu w 2,4 l wody, a następnie, stale mieszając, dodaje 1500 g roztworu wodnego amonjaku ($D = 0,91$). Mieszaninę reakcyjną miesza się dopóty, aż powstały osad przybierze barwę czerwoną, nieulegającą dalszej zmianie. Następnie osad odsącza się, przemywa i suszy, jak w przykładach I i II; otrzymuje się 1800 g suchego produktu, zawierającego 900 g sześćciodjodu heksametylenoheksaminy.

Związek jodowy, otrzymany w ten sposób, posiada jaskrawą barwę czerwoną i zawiera jod, połączony zupełnie inaczej i trwalej, niż w znanych związkach addycyjnych. Daje się on również miareczkować tiosiarczanem albo kwasem arsenowym, jednakże w obecności jodowodoru otrzymuje się wartości jodu, przewyższające 1,6 razy istotną zawartość jodu, znajdującą się w sześćciodjoku. Sześćciodjek ten jest również trwalszy (odporniejszy), niż produkty addycji jodu i wskutek tego jest bardziej odpowiedni, jako środek dezynfekcyjny i antyseptyczny do ran. Wybuchu on przy mocniejszym ogrzaniu i wskutek uderzenia, jednakże wrażliwość na uderzenie można usunąć, dodając obojętnych domieszek, np. talku, jak to już opisano w przykładach.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania sześćciodku heksametylenoheksaminy, znamieny tem, że heksametylenotetraminę (1 mol), amonjak (8 moli) i jod (12 atomów) poddaje się reakcji w dowolnej kolejności, ewentualnie w obecności co najwyżej 50%-ego nadmiaru heksametylenotetraminy i większego nadmiaru amonjaku.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że jeden, dwa albo wszystkie trzy składniki poddaje się reakcji rozpuszczone w obojętnych rozpuszczalnikach.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamieny tem, że powstały związek jodowy miesza się przed wysuszeniem albo po wysuszeniu z materiałami obojętnymi, aby usunąć jego właściwości wybuchowe.

4. Sposób według zastrz. 3, znamieny tem, że materiałów obojętnych dodaje się do składników jeszcze przed przeprowadzeniem reakcji.

Rudolf Scheuble.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.