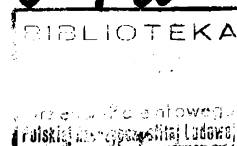


2 maja 1927 r.

2

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 5627.

Kl. 12 p 2.

Chemische Fabrik auf Actien
(vorm. E. Schering)
(Berlin, Niemcy).

Sposób otrzymywania wielokrotnie jodowanych izatyn.

Zgłoszono 9 grudnia 1925 r.

Udzielono 21 sierpnia 1926 r.

Pierwszeństwo: 10 grudnia 1924 r. (Niemcy).

Otrzymywanie dwu- lub wielokrotnie jodowanej izatyny zapomocą bezpośredniego jodowania, nie udawało się dotychczas. Znana jest tylko jednojodoizatyna. Przez odpowiednio zmienione warunki doświadczeń według niniejszego wynalazku, można uzyskać dwu- oraz cztero-jodoizatynę. Obydwa te połączenia powstają równocześnie jeżeli na roztwór z jednej cząsteczki izatyny w stężonym kwasie mineralnym, oddziaływa się roztworem 2 cząsteczek chlorku jodowego. Produkt reakcji wlewa się do wielkiej ilości wody z lodem, a po krótkim czasie wytrącają się dwu- i cztero-jodoizatyna przy znakomitej wydajności i wielkiej czystości, przyczem można je łatwo rozdzie-

lić z powodu ich różnej rozpuszczalności.

Przykład. 3,7 g izatyny rozpuszcza się w 80 cm³ stężonego kwasu solnego i do tego dodaje się roztwór 8 g chlorku jodowego w 25 cm³ stężonego kwasu solnego. Mieszaninę tę pozostawia się w spokoju w ciągu 1 godz w temperaturze pokojowej, a następnie wlewa się do 4 l wody z lodem. Po upływie mniej więcej 1/2 godziny zaczyna się wytrącać osad czerwono-czarny, bardzo drobny; osad ten powiększa się szybko, przyczem płyn ciemno-brunatny jaśnieje. Po godzinnym stanie wydzielenie się osadu jest ukończone. Osad się filtruje i poddaje destylacji z parą wodną celem

oddzielenia nadmiaru jodu. Pozostałość po destylacji w kolbie traktuje się nadmiarem zimnego bardzo słabego roztworu ługu sodowego (np. 1/2% -go).

Większa część tych pozostałości rozpuszcza się łatwo, mniejsza—trudniej. Żółto zabarwiony roztwór soli sodowej jodowanej izatyny natychmiast zakwasza się kwasem siarkawym, przyczem wydziela się w dużej ilości produkt o barwie pomarańczowo-czerwonej. Produkt ten nie jest jednak ciałem jednolitem, gdyż podczas krystalizowania z gorącego alkoholu okazuje się, że większa część rozpuszcza się dosyć łatwo, podczas gdy mała część przechodzi do roztworu tylko z trudnością.

Wrzący roztwór alkoholowy, zawierający łatwo rozpuszczalne części, zadaje się gotującą wodą do zmętnienia i pozostawia do ochłodzenia. Wydzielają się małe płatki sześcioboczne barwy pomarańczowo-czerwonej, o temperaturze rozkładu w 234° C, które, jak wykazała analiza, są dwu-jodoizatyną (5,7-dwu-jodoizatyna). Związek ten jest łatwo rozpuszczalny w rozcieńczonych alkaliach, w lodowatym kwasie octowym i gorącym alkoholu.

Część trudno rozpuszczalna w alkoholu wydziela się przy oziębianiu wrzącego roztworu alkoholu w kształcie wspaniałych długich bezbarwnych igieł, rozkładających się w temperaturze 190° C, które według analizy okazały się cztero-jodoizatyną. 4, 5, 6, 7-cztero-jodoizatyna jest dość łatwo rozpuszczalna w gorącym kwasie octowym lodowatym i estrze octowym, zaś dość trudno w rozcieńczonych alkaliach.

Wielokrotnie jodowana izatyna ma służyć jako produkt wyjściowy do wytwarzania preparatów farmaceutycznych.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania wielokrotnie jodowanych izatyn, znamieny tem, że na roztwór 2 cząsteczek chlorku jodowego oddziaływa się roztworem 1 cząsteczki izatyny w stężonym kwasie mineralnym.

Chemische Fabrik auf Actien
(vorm. E. Schering).
Zastępca: Cz. Raczyński,
rzecznik patentowy.