

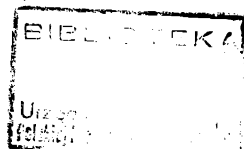
Warszawa, 3 stycznia 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



6074 9/78

2



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 20774.

Kl. 12 q, 32/30.

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

Sposób otrzymywania rozpuszczalnych asymetrycznych związków arsenowych.

Patent dodatkowy do patentu Nr 17564.

Zgłoszono 28 lipca 1933 r.

Udzielono 22 listopada 1934 r.

Pierwszeństwo: 6 sierpnia 1932 r. (Niemcy).

Najdłuższy czas trwania patentu do 24 listopada 1947 r.

W patentach Nr 17564 i 18560 opisane są sposoby otrzymywania asymetrycznych związków arsenowych, polegające na tem, że kwasy fenoksyoctowoarsinowe lub kwasy aryloarsinowe, zawierające heterocykliczny pierścień azotowy, podstawiony resztą kwasu oksyoctowego, redukuje się razem z innemi kwasami aryloarsinowemi o działaniu leczniczem na asymetryczne arsenobenzeny względnie te asymetryczne arsenobenzeny wytwarza się według znanych sposobów z pochodnych odpowiednich kwasów arsinowych, zawierających arsen trójwartościowy, przyczem żaden z wprowadzanych w reakcję składników nie zawiera pierwszorzędowych grup aminowych.

Obecnie stwierdzono, że można otrzymać te same związki, ogrzewając w roztworze

alkalicznym dwa rozmaite symetryczne związki arsenowe, które nie zawierają pierwszorzędowych grup aminowych i z których jeden posiada dwie reszty kwasu oksyoctowego. Aczkolwiek wiadomo, że symetryczne arsenobenzeny przez ogrzewanie dają się przemieniać w roztworze w asymetryczne arsenobenzeny, nie można było jednak przewidzieć, że przemianę tę można będzie przeprowadzić bez odszczepienia grup, np. grup acylowych.

Przykład I. 45 g 3.3' - dwuacetylodwuamino - 4.4' - dwuoksyarsenobenzenu rozpuszcza się w 1 litrze wody zapomocą 18 cm³ ługu sodowego 40° Bé (ciężar właściwy — 1,383 = 35%). Do tego roztworu dodaje się gorącego roztworu, zawierającego 61 g 4.4' - dwuacetylo - dwuaminoarseno -

2.2' - fenoksyoctanu sodowego w 1,5 litrach wody, który to związek wytwarza się przez redukcję kwasu 4 - acetyloaminobenzeno - 1 - arsinowo - 2 - oksyoctowego kwasem podfosforawym, i ogrzewa mieszaninę w atmosferze azotowej na kąpieli parowej w ciągu jednej godziny do 80° — 85° C. Reakcję należy uważać za skończoną, gdy po dodaniu kwasu octowego (do słabo kwaśnego odczynu przy próbie na lakmus) nie wytwarza się w mieszaninie reakcyjnej trwałe osad. Wówczas dodaje się w temperaturze 60°C kwasu solnego; powstały osad odsacza się pod ciśnieniem i przemawia. Otrzymany arsenobenzen, który łatwo rozpuszcza się w roztworze kwaśnego węglanu sodowego, przeprowadza się w alkoholu metylowym zapomocą węglanu sodowego w sól sodową i strąca z roztworu przez wlewanie do alkoholu i eteru. Otrzymuje się 1.1' arseno - 3.4' - dwuacetylo - dwuamino - 4 - oksy - 2¹ - fenoksyoctan sodowy w postaci żółtego proszku, który jest identyczny ze związkiem, otrzymanym według przykładu XII patentu Nr 17564.

Przykład II. W ten sam sposób ogrzewa się na kąpieli wodnej w roztworze alkalicznym, ze stopniowym zubożaniem nadmiaru zasad, 45 g 3.3' - dwuacetylo - dwuamino - 4.4' - dwuoksyarsenobenzeno z 61 g 3.3' - dwuacetylodwuaminoarseno - 4.4' - fenoksyoctanu sodowego, wytworzonego przez redukcję kwasu 3 - acetyloaminobenzeno - 1 - arsinowo - 4 - oksyoctowego. Również i w tym przypadku przeprowadza się arsenobenzen w alkoholu metylowym zapomocą węglanu sodowego w sól sodową i strąca z roztworu przez wlewanie do alkoholu i eteru. Otrzymany 1.1' - arseno - 3.3¹ - dwuacetylodwuamino - 4 - oksy - 4¹ - fenoksyoctan sodowy jest identyczny ze związkiem, opisanym w przykładzie VI patentu Nr 17564.

Przykład III. 3,4 g 2,2'-dwuoksy-5,5'-arsenopirydyny, otrzymanej według przykładu I niemieckiego patentu Nr 528114,

rozpuszcza się w 75 cm³ wody zapomocą 20 cm³ n - NaOH i, jak w przykładzie I, miesza z roztworem 6,1 g 4,4' - dwuacetylo - dwuaminoarseno - 2.2' - fenoksyoctanu sodowego w 150 cm³ wody, a następnie ogrzewa mieszaninę na kąpieli parowej. Produkt reakcji, strącony zapomocą kwasu solnego, rozpuszcza się już po upływie 1/2 godziny w roztworze kwaśnego węglanu. Dalszą obróbkę uskutecznia się według przykładu I patentu Nr 18560, przyczem otrzymany produkt jest identyczny ze związkiem, otrzymanym według wymienionego przykładu tego patentu.

Przykład IV. W sposób, podany w poprzednich przykładach, rozpuszcza się 3.7 g 2.2' - dwuoksy - 3.3' - dwuacetylodwuamino - 5.5' - arsenopirydyny w wodzie zapomocą ługu sodowego i wprowadza w reakcję z 6,05 g 1.1' - dwumetylo - 5.5' - arsenobenzimidazolo - oksyoctanu sodowego, rozpuszczonego w 150 cm³ wody. Reakcja jest skończona po upływie jednej godziny. Wytworzony arsenobenzen przeprowadza się, jak wyżej opisano, w sól sodową. Otrzymuje się sól sodową 1 - metylo - 2 - oksyoctano - benzimidazolo - 5.5¹ - arseno - 2¹ - oksy - 3¹ - acetyloaminopirydyny w postaci żółtego proszku, rozpuszczającego się łatwo w wodzie i zwęglającego się przy ogrzewaniu bez topnienia.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania rozpuszczalnych asymetrycznych związków arsenowych według patentu Nr 17564, znamienny tem, że dwa rozmaite symetryczne związki arsenowe, które nie zawierają pierwszorzędowych grup aminowych i z których jeden posiada dwie reszty kwasu oksyoctowego, ogrzewa się w roztworze alkalicznym.

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