

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 28918.

Kl. 12 q, 32/30.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt n. M.

MPK 607f 91

Sposób wytwarzania symetrycznych dwu-oksyalicylowanych aminoarsenobenzenów.

Zgłoszono 6 grudnia 1937 r.

Udzielono 24 lipca 1939 r.

Pierwszeństwo: 19 grudnia 1936 r. (Niemcy).

Wiadomo, że z pierwszorzędnych kwasów aminobenzenoarsinowych, mogących zawierać w pierścieniu benzenowym jeszcze i inne podstawniki, otrzymuje się za pomocą redukcji nierozpuszczalne w wodzie aminoarsenobenzeny symetryczne.

Obecnie stwierdzono, że symetryczne dwuoksyalicylowane aminoarsenobenzeny, rozpuszczające się bardzo łatwo w wodzie, otrzymuje się przez wprowadzanie dwóch jednakowych lub różnych reszt oksyalicylowych do grupy aminowej kwasów aminobenzenoarsinowych i przez następującą redukcję kwasów tych, np. za pomocą kwasu podfosforowego lub podsiarczyny sodowego. Można również kwasy arsino-

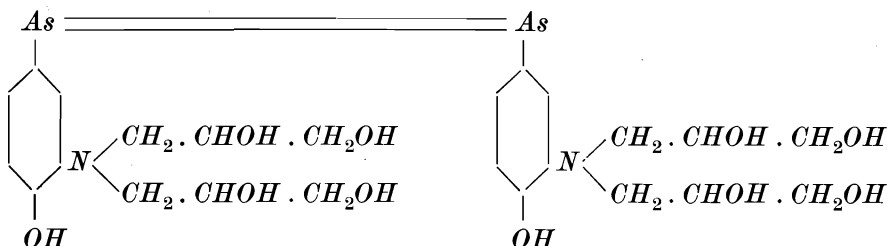
we przeprowadzać najpierw w odpowiednie tlenki arsinowe, które następnie redukuje się w roztworze kwasu octowego za pomocą ortęci sodowej na wolne arsenobenzeny. Poza tym wytwarza się arsenobenzen symetryczny również i bezpośrednio przez oddziaływanie tlenkiem arsinowym w roztworze wodnym na odpowiedni arsin.

Wskutek uprzedniego wprowadzenia obu jednakowych lub różnych reszt oksyalicylowych do pierwszorzędowych kwasów arsinowych w sposób znany za pomocą przemiany kwasów tych z tlenkami alkilenowymi położenie poszczególnych reszt oksyalicylowych jest dokładnie określone również i w dwuoksyalicylowanych aminoarsenobenzenach, otrzymywanych

przez redukcję produktów powstałych w wyniku powyższej przemiany z kwasów arsinowych i tlenków alkylenowych.

Związki, otrzymywane sposobem według wynalazku niniejszego, są w wysokim stopniu nietrujące i powodują w przeciwieństwie do jednooksyalkylowanych względnie nieoksyalkylowanych aminoarsenobenzenów przy wstrzykiwaniu podskórnym tylko bardzo słabe podrażnienia.

Przykład I. 73,5 g dwuchlorowodor-



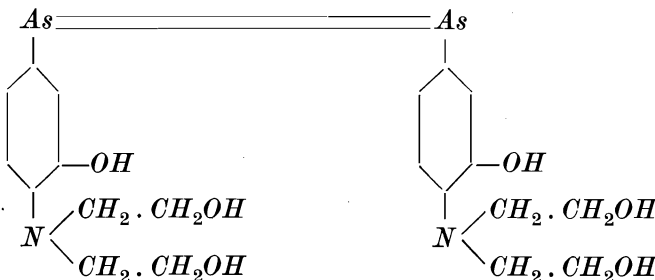
jako żółty osad, który odsącza się za pomocą pompy ssącej, przemywa eterem i ewentualnie w celu oczyszczenia rozpuszcza znowu w wodzie, a następnie wytrąca przez wlewanie roztworu tego do alkoholu etylowego. Otrzymany związek rozpuszcza się łatwo w wodzie z odczynem obojętnym, jednak nie rozpuszcza się w alkoholu etylowym i eterze.

Ten sam związek otrzymuje się rozpuszczając 38,1 g kwasu 3 - (bis - dwuoksypropylo) - amino - 4 - oksybenzeno - 1-arsinowego w 38 cm³ wody i ogrzewając roztwór ten w ciągu mniej więcej 1/2 godziny z 120 g podsiarczynu sodowego w temperaturze 65° — 70°C. Wytworzone

ku 3,3'-dwi-(bis-dwuoksypropylo)-amino-4,4'-dwioksyarsenobenzen, otrzymanego według przykładu I patentu nr 26245, rozpuszcza się w 500 cm³ wody; otrzymany roztwór o odczynie mocno kwaśnym zobojętnia się względem papierka lakmusowego za pomocą węgla sodowego, a powstałą przezroczystą, żółto zabarwioną ciecz wlewa się mieszając do alkoholu etylowego, przy czym wydziela się 3,3'-dwi - (bis - dwuoksypropylo) - amino - 4,4'-dwioksyarsenobenzen o wzorze

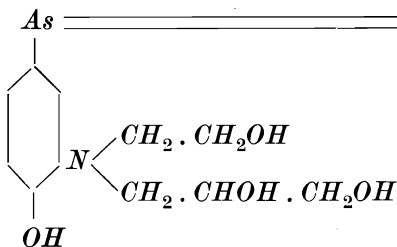
sole nieorganiczne odsącza się za pomocą pompy ssącej, a z żółto zabarwionego przesącza wydziela się po dodaniu acetonu 3,3' - dwu - (bis - dwuoksypropylo) - amino - 4,4' - dwuoksyarsenobenzen jako żółty osad, który odsącza się za pomocą pompy ssącej i przemywa acetonem.

Przykład II. Roztwór 61,5 g dwuchlorowodoru 3,3' - dwuoksy - 4,4' - dwu - (bis - oksyetylo) - aminoarsenobenzen, otrzymanego według przykładu II patentu nr 26245, zobojętnia się za pomocą węgla sodowego i wlewa mieszając do alkoholu etylowego, przy czym wydziela się 3,3' - dwuoksy - 4,4' - dwu - (bis - oksyetylo) - aminoarsenobenzen o wzorze

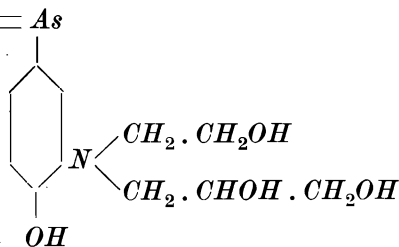


który odsąca się za pomocą pompy ssącej i przemywa eterem. Otrzymany żółto zabarwiony proszek rozpuszcza się bardzo łatwo w wodzie, jest jednak nierozpuszczalny w alkoholu etylowym, eterze i acetonie.

Przykład III. 67,5 g dwuchlorowodoru *3,3'* - bis - (dwuoksypropylo-oksytetylo) - amino - *4,4'* - dwuoksyarsenobenze-



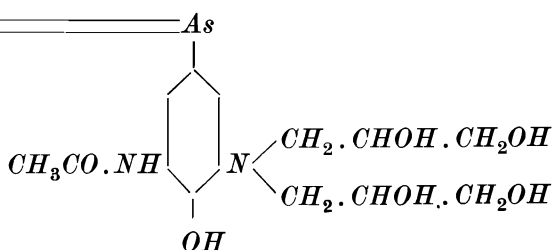
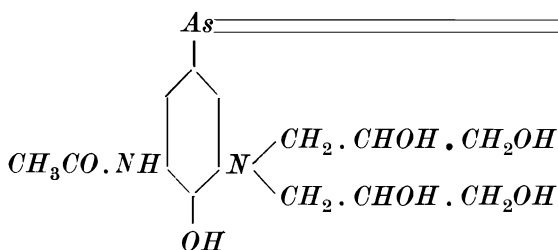
nu, otrzymanego według przykładu III patentu nr 26245, zobojętnia się w roztworze wodnym, jak podano w przykładach poprzednich, za pomocą węgla sodowego. Z roztworu tego wydziela się po dodaniu mieszaniny alkoholu etylowego i eteru jasnożółto zabarwiony osad *3,3'*-bis-(dwuoksypropylo - oksytetylo) - amino - *4,4'* - dwuoksyarsenobenzenu o wzorze



który odsąca się za pomocą pompy ssącej, przemywa eterem i suszy. Otrzymana substancja rozpuszcza się łatwo w wodzie, jest jednak nierozpuszczalna w alkoholu etylowym i eterze.

Przykład IV. Z wodnego roztworu 84,9 g dwuchlorowodoru *3,3'* - dwu - (bis - dwuoksypropylo) - amino - *4,4'* - dwuoksy - *5,5'* - dwu - (acetyloamino) -

arsenobenzenu, otrzymanego według przykładu II patentu nr 28853, wydziela się po zobojętnieniu węglanem sodowym za pomocą mieszaniny alkoholu etylowego i eteru w postaci proszku żółto zabarwiony osad *3,3'* - dwu - (bis - dwuoksypropylo) - amino - *4,4'* - dwuoksy - *5,5'* - dwu - (acetyloamino) - arsenobenzenu o wzorze



który odsąca się za pomocą pompy ssącej, przemywa eterem i rozpuszcza w celu zupełnego oczyszczania ponownie w wodzie, a następnie wytrąca znowu za pomocą mieszaniny alkoholu etylowego i eteru. Otrzymany związek rozpuszcza się również bardzo łatwo w wodzie, jednak nie rozpuszcza się w alkoholu etylowym i eterze.

Ten sam związek otrzymuje się przeprowadzając najpierw kwas *3*-(bis-dwuoksypropylo) - amino - *4* - oksybenzeno - *5* - acetyloamino - *1* - arsinowy sposobem według przykładu I patentu nr 24121 za pomocą kwasu siarkawego i jodku potasowego w tlenek *3* - (bis - dwuoksypropylo) - amino - *4* - oksybenzeno - *5* - acetyloamino - *1* - arsinowy i wprowadzając do

19,5 g tego tlenku arsinowego w roztworze kwasu octowego, porcjami, 85 g 40%-owej ortęci sodowej. Po zużyciu całej zastosowanej ilości ortęci sodowej oddziela się rtęć za pomocą dekantacji, a pozostałą przezroczystą ciecz wlewa się mieszając do dziesięciokrotnej ilości alkoholu metylowego. Następnie odsącza się wydzielone sole nieorganiczne, a z otrzymanego żółto zabarwionego przesączu strąca się przez wlewanie do eteru 3,3' - dwu - (bis - dwuoksypropylo) - amino - 4,4' - dwuoksy - 5,5' - dwu - (acetyloamino) - arsenobenzen w postaci żółto zabarwionego osadu, który odsącza się za pomocą pompy ssącej i przemywa eterem. Po rozpuszczeniu 19,5 g wyżej wymienionego tlenku arsinowego i 18,8 g odpowiedniego arsenu (który wytwarza się w sposób zwykły przez redukcję kwasu arsinowego za pomocą pyłku cynkowego i kwasu solnego) w 50 cm³ wody, ciecz zabarwia się z wydzielaniem się ciepła na ciemno żółto; z cieczy tej wy-

dziela się, przy wlewaniu jej z mieszaniem do mieszaniny alkoholu etylowego i eteru, żółto zabarwiony osad 3,3'-dwu-(bis-dwuoksypropylo) - amino - 4,4' - dwuoksy - 5,5' - dwu - (acetyloamino) - arsenobenzenu.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e .

Sposób wytwarzania symetrycznych dwu - oksyalkylowanych aminoarsenobenzenów, mogących zawierać w pierścieniu benzenowym jeszcze inne podstawniki, znamienny tym, że dwu - oksyalkylowane kwasy aminobenzenoarsinowe przeprowadza się w odpowiednie pochodne arsenobenzenowe działaniem środka redukcyjnego.

I. G. F a r b e n i n d u s t r i e
A k t i e n g e s e l l s c h a f t.

Zastępca: inż. W. Zakrzewski,
rzecznik patentowy.