

Warszawa, 25 kwietnia 1938 r.

URZĄD PATENTOWY



607f 9/78

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 26245.

Kl. 12 q, 32/30.

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

Sposób wytwarzania jednosulfoksylianów arsenobenzenów.

Patent dodatkowy do patentu Nr 22158.

Zgłoszono 5 grudnia 1936 r.

Udzielono 23 lutego 1938 r.

Pierwszeństwo: 19 grudnia 1935 r. (Niemcy).

Najdłuższy czas trwania patentu do 11 września 1950 r.

W patencie nr 22 158 opisany jest sposób wytwarzania jednosulfoksylianów arsenobenzenów, zawierających dwie reszty oksyalkylowe przy tej samej grupie aminowej. Związki te otrzymuje się przez równoczesną redukcję cząsteczkowych ilości wagowych kwasów aminobenzeno-arsinowych i kwasów dwu - (oksyalkylo) - aminobenzeno - arsinowych na arsenobenzeny i poddawanie następnie otrzymanych arsenobenzenów reakcji z formaldehydo - sulfoksylianem sodowym.

Przy dalszym opracowywaniu tego sposobu stwierdzono, że te same związki otrzymuje się kondensując cząsteczkowe ilości

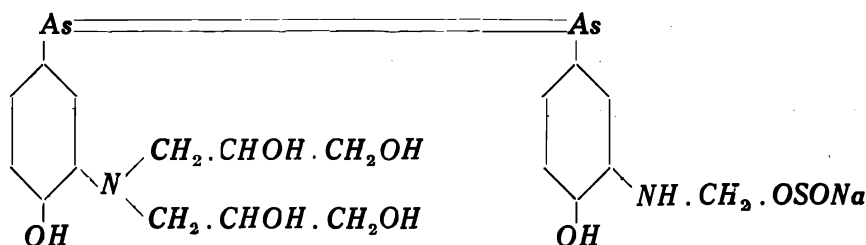
wagowe symetrycznych aminoarsenobenzenów i symetrycznych dwu - (oksyalkylo) - aminoarsenobenzenów na niesymetryczne pochodne arsenobenzenów i poddając otrzymane produkty kondensacji reakcji z formaldehydo - sulfoksylianem sodowym. Związki otrzymane w ten sposób posiadają te same właściwości chemiczne i farmakologiczne, co i związki, otrzymywane sposobem według patentu nr 22 158.

Przykład I. 73,5 g dwuchlorowodorku 3,3 - dwu - (bis - dwuoksypropylo) - amino - 4,4 - dwuoksyarsenobenzenu i 43,9 g dwuchlorowodorku 3,3 - dwuamino - 4,4 - dwuoksyarsenobenzenu, otrzymanego spo-

sobem według patentu niemieckiego nr 224 953, rozpuszcza się w 500 cm³ wody. Otrzymany roztwór ogrzewa się do mniej więcej 80°C, przesącza i wlewa mieszając do alkoholu etylowego. Wydzielony przy tym żółty osad dwuchlorowodoru 3 - (bis - dwuoksypropylo) - amino - 4 - oksy - 3 - amino - 4 - oksy - arsenobenzenu odsącza się pod ciśnieniem i przemywa eterem. Otrzymany związek zawiera 24,83% arsenu i rozpuszcza się w wodzie.

58,7 g tego dwuchlorowodoru rozpu-

szcza się w wodzie i ogrzewa razem z wodnym roztworem 37 g formaldehido - sulfoksyalanu sodowego (rongalitu) w ciągu krótkiego czasu do mniej więcej 27°C, przy czym wydziela się żółto zabarwiony osad, rozpuszczający się po dodaniu węglanu sodowego do odczynu słabo zasadowego. Otrzymany roztwór przesącza się i wlewa mieszając do alkoholu etylowego. Wydzielony jednosulfoksyalan 3 - (bis - dwuoksypropylo) - amino - 4 - oksy - 3 - amino - 4 - oksyarsenobenzenu o wzorze

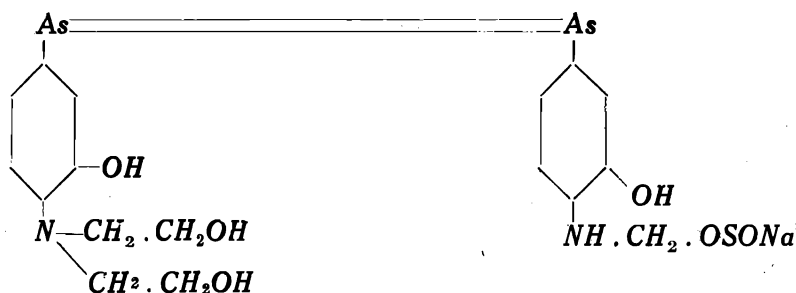


odsącza się pod ciśnieniem i oczyszcza przez ponowne rozpuszczenie w wodzie i strącenie za pomocą alkoholu etylowego. Otrzymany żółty proszek zawiera 19,48% arsenu i wykazuje te same właściwości co i związek, otrzymany sposobem według przykładu I patentu nr 22 158.

Przykład II. Roztwór 61,5 g dwuchlorowodoru 3,3 - dwuoksy - 4,4 - dwu - (bis - oksyetylo) - amino - arsenobenzenu i 43,9 g dwuchlorowodoru 3,3 - dwuoksy - 4,4 - dwuamino - arsenobenzenu w 600 cm³ wody po ogrzaniu do 80°C wlewa się

mieszając do alkoholu etylowego. Wydziela się przy tym dwuchlorowodorek 3 - oksy - 4 - (bis - oksyetylo) - amino - 3 - oksy - 4 - amino - arsenobenzenu, który odsącza się pod ciśnieniem i przemywa eterem. Otrzymany żółty proszek rozpuszcza się w wodzie i zawiera 27,85% arsenu.

W razie wprowadzenia tego chlorowodoru w reakcję z formaldehido - sulfoksyalanem sodowym w sposób, opisany w przykładzie I, powstaje jednosulfoksyalan 3 - oksy - 4 - (bis - oksyetylo) - amino - 3 - oksy - 4 - amino - arsenobenzenu o wzorze



Otrzymany żółty związek zawiera 19,23% arsenu i wykazuje takie same właściwości

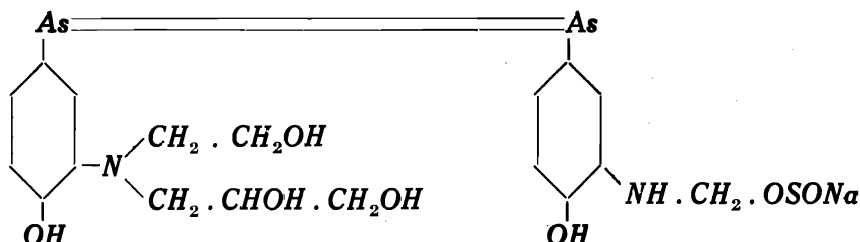
co i związek, otrzymywany sposobem według przykładu VI patentu nr 22 158.

Kwas 3 - oksy - 4 - (bis - oksyetylo) - aminobenzeno - 1 - arsinowy, stosowany jako materiał wyjściowy, otrzymuje się działaniem dwóch cząsteczek tlenku etylenu na kwas 3 - oksy - 4 - aminobenzeno - 1 - arsinowy, wytworzony sposobem według patentu niemieckiego nr 244 166, i poddaje się w sposób zwykły redukcji na odpowiednią pochodną arsenobenzenową.

Przykład III. 61,5 g dwuchlorowodoru 3,3 - bis - (dwuoksypropylo - oksyetylo) - amino - 4,4 - dwuoksy - arsenobenzenu rozpuszcza się w wodzie razem z 43,9 g dwuchlorowodoru 3,3 - dwuamino - 4,4 - dwuoksy - arsenobenzenu. Następnie roztwór o-

grzewa się do 80°C, przesącza i wlewa mieszając do alkoholu etylowego. Wydzielony przy tym dwuchlorowodorek 3 - (dwuoksypropylo - oksyetylo) - amino - 4 - oksy - 3 - amino - 4 - oksyarsenobenzenu odsącza się pod ciśnieniem i przemywa eterem. Otrzymany żółto zabarwiony związek rozpuszcza się łatwo w wodzie i zawiera 25,73% arsenu.

Wprowadzając następnie chlorowodorek ten w reakcję z formaldehido - sulfoksylianem sodowym otrzymuje się jednossulfoksylian 3 - (dwuoksypropylo - oksyetylo) - amino - 4 - oksy - 3 - amino - 4 - oksy - arsenobenzenu o wzorze



Otrzymany żółto zabarwiony związek rozpuszcza się w wodzie, zawiera 19,05% arsenu i wykazuje takie same właściwości, co i związek, wytwarzany sposobem według przykładu VII patentu nr 22 158.

Kwas 3 - (dwuoksypropylo - oksyetylo) - amino - 4 - oksybenzeno - 1 - arsinowy, stosowany jako materiał wyjściowy, jest opisany w tym samym przykładzie i daje się przeprowadzić w sposób znany za pomocą

środków redukujących w chlorowodorek związku arsenobenzenowego, stanowiący żółto zabarwiony proszek rozpuszczalny w wodzie i zawierający 23,91% arsenu.

Zastrzeżenie patentowe.

Sposób wytwarzania jednossulfoksylianów arsenobenzenów o wzorze ogólnym



w którym litery *R* i *R'* oznaczają reszty oksyalkylowe, według patentu nr 22 158, znamienny tym, że cząsteczkowe ilości wagowe symetrycznych amino - arsenobenzenów i symetrycznych dwu - (oksyalkylo) - amino - arsenobenzenów kondensuje się na niesymetryczne pochodne arsenobenzenów,

które następnie poddaje się reakcji z formaldehido - sulfoksylianem sodowym.

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