

31 października 1932 r.

CO7f 9/78

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 16609.

Kl. 12 q 32.

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

Sposób otrzymywania produktów kondensacji zawierających grupy aminowe arsenozwiązków.

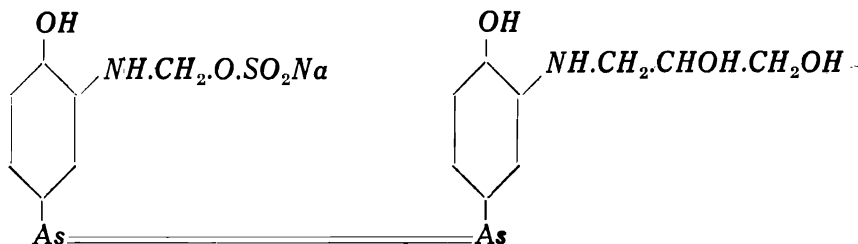
Zgłoszono 24 sierpnia 1931 r.

Udzielono 22 czerwca 1932 r.

Pierwszeństwo: 20 września 1930 r. (Niemcy).

Stwierdzono, że grupy aminowe związków aminoarsenowych dają się kondensować przy jednym pierścieniu z kwaśnym siarczynem sodowym aldehydu mrówkowego, a przy drugim pierścieniu z alkylenotlenkami, działając kolejno lub równocześnie

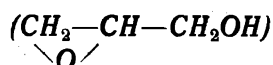
kwaśnym siarczynem aldehydu mrówkowego i tlenkami alkylenowemi, na przykład glicydem na amino-arsenozwiązki, zawierające co najmniej dwie grupy aminowe. Powstają przytem połączenia, na przykład o następującym wzorze:



Reszta oksyalkyloaminowa nadaje się w razie potrzeby do wprowadzenia bizmutu do cząsteczki.

Otrzymane tym sposobem związki są cennymi środkami leczniczymi. Szczególnie nadają się one bardzo dobrze, przy zażywaniu doustnym, do leczenia dyzenterji, spowodowanej przez ameby.

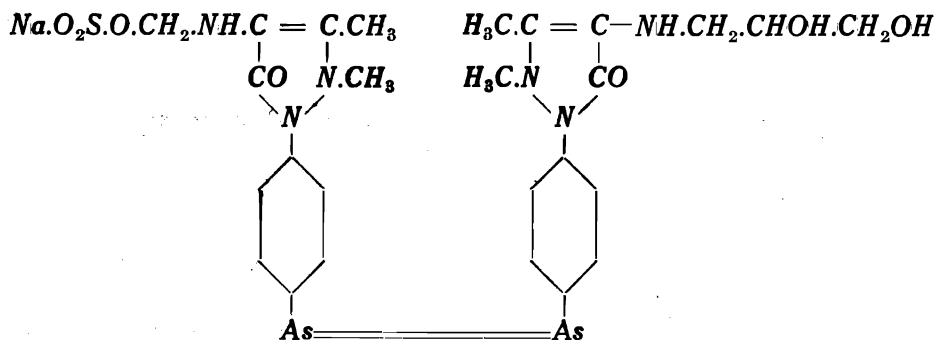
Przykład I. Z roztworu 32 g chlorowodoru 4'-arseno-dwu-(1-fenilo-2.3-dwumetylo-4-amino-5-pyrazolonu) w 640 cm³ wody wydziela się zasadę zapomocą roztworu węglanu sodowego. Odsączoną pod ciśnieniem i przemytą zasadę zadaje się w 80 cm³ alkoholu metylowego 5 g glicydu



w temperaturze około 60 — 65°C. Do otrzy-

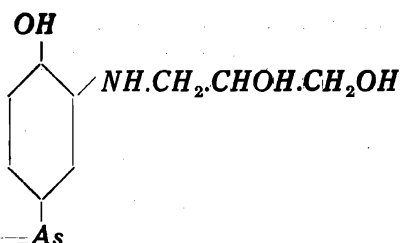
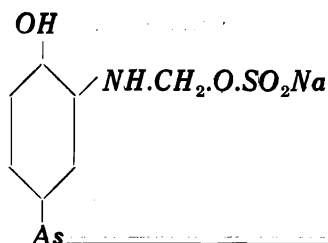
manego tym sposobem i ochłodzonego do temperatury pokojowej roztworu wlewa się 50 cm³ 2-normalnego kwasu solnego, a potem dodaje się kroplami 12 cm³ 39%-ego roztworu kwaśnego siarczynu sodowego. Następnie zadaje się powstały roztwór 4,7 cm³ 30%-ego roztworu aldehydu mrówkowego. Jeżeli roztwór nie daje się już więcej dwuazować, zobojętnia się go i przesącza.

Przesącz wlewa się, mieszając, do 10 części alkoholu i 1 części eteru, a powstały osad odsącza się zapomocą pompy ssącej. Po przemyciu alkoholem i eterem, suszy się otrzymany związek w próżni; związek ten jest brązowawo-żółto-zabarwiony i dobrze rozpuszcza się w wodzie. Roztwór tego związku posiada odczyn obojętny i nie daje się dwuazować. Otrzymany związek posiada prawdopodobnie następujący wzór:



Przykład II. 45 g chlorowodoru 3.3'-dwuamino-4.4'-dwuoksyarsenobenzeny zabiera się 54 cm³ alkoholu i rozpuszcza się przez dodanie 360 cm³ wody. Z roztworu wydziela się zasadę przez dodanie węglanu sodowego i odsącza się ją. Przemytą zasadę zadaje się w 110 cm³ alkoholu metylowego przy 60 — 65°C 10 g glicydu. Do otrzymanego, przesączonego roztworu dodaje się 100 cm³ 2-normalnego kwasu solnego, potem dodaje się kroplami 9,4 cm³ roztworu kwaśnego siarczynu a następnie dodaje się

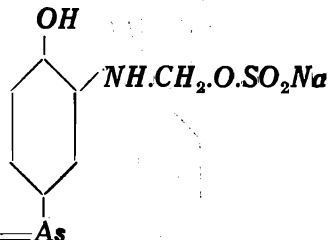
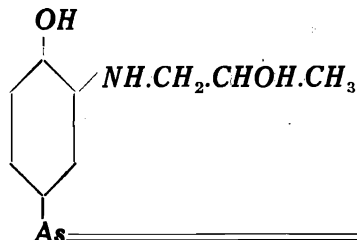
9,4 cm³ roztworu aldehydu mrówkowego. Po krótkim mieszaniu dodaje się znowu 14,6 cm³ roztworu kwaśnego siarczynu i miesza się jeszcze tak długo, aż roztwór nie daje się już dwuazować. Po zobojętnieniu roztworu przesącza się, a przesącz wlewa się, mieszając, do 10 części alkoholu i 1 części eteru. Otrzymany tym sposobem związek odsącza się i suszy w próżni. Rozpuszcza on się dobrze w wodzie i posiada prawdopodobnie następujący wzór:



Przykład III. 22,5 g chlorowodoru 3.3' - dwuamino-4.4' - dwuoksyarsenobenzenu przeprowadza się, jak podano w przykładzie II, w zasadę; otrzymaną zasadę zrabia się 55 cm³ alkoholu metylowego i ogrzewa się w naczyniu zamkniętym z 4 g tlenku propylenu ($\text{CH}_2 - \text{CH} - \text{CH}_3$) w tem-

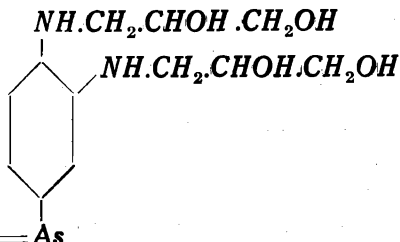
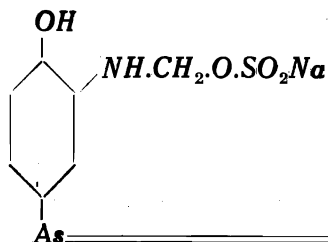
peraturze 60 — 65°C aż do otrzymania roztworu. Następnie ochładza się, przesącza do przezroczystości i zadaje się 50 cm³ normalnego kwasu solnego. Do otrzymanego roztworu dodaje się zaś kroplami, mieszając silnie, 4,7 cm³ 39% -ego roztworu kwasnego siarczynu i 4,7 cm³ 30% -ego roztwo-

ru aldehydu mrówkowego, poczem miesza się jeszcze w ciągu 5 minut. Następnie dodaje się kroplami jeszcze 7,3 cm³ roztworu kwasnego siarczynu, a potem miesza się jeszcze przez 4 godziny. Roztwór, który nie daje się już więcej dwuazować, zobojętnia się ługiem sodowym i wlewa do 10-krotnej ilości alkoholu, zmieszanej z 10% eteru: powstały osad odsącza się i przemywa go mieszaniną alkoholu i eteru a wreszcie samym eterem. Wysuszony w próżni związek przedstawia żółty proszek dobrze rozpuszczający się w wodzie, z odczynem obojętnym. Posiada on prawdopodobnie następujący wzór:



Przykład IV. 18,5 g 3.3'.4'-trójamino-4-oksyarsenobenzenu, otrzymanego przez wspólną redukcję kwasu 3-amino-4-oksybenzenoarsinowego i kwasu 3.4-dwuaminobenzenoarsinowego, ogrzewa się w 80 cm³ alkoholu metylowego z 10 g glicydu w temperaturze 60 — 65°C aż do otrzymania roztworu, a następnie roztwór zadaje się,

jak opisano w przykładach poprzednich, aldehydem mrówkowym i kwasnym siarczynem sodowym i strąca za pomocą alkoholu i eteru. Otrzymany związek przedstawia żółty proszek, rozpuszczający się w wodzie z odczynem obojętnym. Posiada on prawdopodobnie następujący wzór:



Zastrzeżenie patentowe.

Sposób otrzymywania produktów kondensacji zawierających grupy aminowe arsenozwiązków, znamienny tem, że arsenozwiązki, zawierające co najmniej dwie grupy aminowe, poddaje się reakcji z tlenkami

alkylenowemi i kwaśnym siarczynem aldehydu mrówkowego.

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