

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 12 (5).

Izdan 1 avgusta 1934.

PATENTNI SPIS BR. 11091

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Frankfurt a/M., Nemačka.

Postupak za spravljanje asimetričnih arseno-jedinjenja.

Dopunski patent uz osnovni patent broj 9362.

Prijava od 29 jula 1933.

Važi od februara 1934.

Traženo pravo prvenstva od 6 avgusta 1932 (Nemačka).

Najduže vreme trajanja do 31 decembra 1946.

U patentu br. 9362 i u pat. br. 10428 opisani su postupci za dobivanje asimetričnih arseno-jedinjenja, koja se sastoji u tome, što se fenoksi sirćetna kiselina arsinskih kiselina ili aril arsinske kiseline, koje sadrže jedan heterociklični azotov prsten supstituisan sa ostatkom oksisirćetne kiseline zajedno sa drugim arsinskim kiselinama sa terapeutskim dejstvom redukuju u asimetrična arseno-jedinjenja, odn. što se ova dojavu po poznatim metodama iz derivata odgovarajućih arsinskih kiselina, koji sadrže trovalentni arsen, pri čemu ni jedna komponenta, koja se uzima za izmenu ne sadrži primarne amino grupe.

Nadeno je, da se može doći do istih jedinjenja, kada se u alkalnom rastvoru zagrevaju dva različita simetrična arseno-jedinjenja, koja ne sadrže primarne amino-grupe i od kojih jedno sadrži dva ostatka oksisirćetne kiseline. Do duše poznato je, da se simetrični arsenobenzoli izmenjuju pri zagrevanju u rastvoru u asimetrične arsenobenzole; ali se nije moglo predvideti, da će poći za rukom u ovom slučaju, izvesti ovu izmenu, a da se pri tome na primer ne odvoje acil-grupe.

Primer 1. 45 g 3,3'-diacetildiamino-4,4'-dioksiarsenobenzola rastvore se u 1 litru

vode sa 18 cm³ natrium hidroksida 40°Bé (spec. tež. 1,383=35%). Ovom rastvoru doda se vrelo rastvor od 61 g natrium 4,4'-diacetil - diamino - arseno - 2,2' - fenoksiacetata, koji je spravljen redukovanjem 4-acetil - aminobenzol - 1 - arsinska kiselina - 2 - oksisirćetne kiseline sa podfosforastom kiselinom, u 1,5 litra vode i zagreva se jedan sat na 80—85° na parnom kupatilu u atmosferi azota. Kraj izmene može se poznati po tome, što se pri davanju sirćetne kiseline reakcionoj smeši da slabo kisele reakcije prema lakmusu, ne dobija postojan talog. Tada se taloži na 60° hlorovodoničnom kiselinom, cedi pod pritiskom i ispira. Arsenobenzol, koji se u natrium bikarbonatnom rastvoru lako rastvara, prevodi se u metil-alkoholu sa natrium karbonatom u natriumovu so i taloži se sipanjem u alkohol i etar. Dobija se jedan žuti prašak, koji je identičan sa jedinjenjem, koje se dobija po primeru 12 patenta 9362.

Primer 2. Na isti način zagrevaju se 45 g 3,3'- diacetil - diamino 4,4'- dioksiarsenobenzola sa 61 g natrium 3,3'- diacetildiamino - arseno - 4,4'- fenoksi - acetata, dobivenih redukovanjem 3 - acetil - amino - benzol - 1 - arsinska kiselina 4 - oksisirćetne kiseline, u alkalnom rastvoru na vodenom kupatilu pri postepenom neutra-

lisanju viška alkalijs. I ovde se arsenobenzol prevodi sa natrium karbonatom u metil alkoholu u natriumovu so i taloži sipanjem u alkohol i etar. Ovo jedinjenje je identično sa jedinjenjem opisanim u primeru 6 patenta 9362.

Primer 3. 3,4 g 2,2'- dioksi - 5,5'- arsenopiridina, dobivenih po primeru 1 nemačkog patenta 528114, rastvore se u 75 cm³ vode sa 20 cm³ n-NaOH, kao što je opisano u 1 primeru, pomešaju se sa rastvorom 6,1 g natrijum 4, 4'- diacetildiamino - arseno - 2,2'- fenoksi acetata u 150 cm³ vode i zagreva se na parnom kupatilu. Hlorovodoničnom kiselinom taloženi proizvod rastvara se bistro u bikarbonatnom rastvoru već posle pola sata. Preraduje se kao što je opisano u 1 primeru patenta br. 10428 i identičan je sa tamo dobivenim jedinjenjem.

Primer 4. Kao što je u prethodnim pri-

merima opisano; rastvore se 3,7 g 2,2'- dioksi - 3,3'- diacetildiamino - 5,5'- arseno - piridina u vodi sa natrium hidroksidom i izloži se izmeni sa 6,05 g natrium 1,1'- dimetil - 5,5'- arsenobenzimidazol-oksi acetata u 150 cm³ vode. Reakcija je završena posle jednog sata. Arsenobenzol prevodi se u natriumovu so, kao što je opisano. Postaje jedan žuti prašak, lako rastvoran u vodi, koji se ugljeniše pri zagrevanju, bez topljenja.

Patentni zahtev:

Dalja izgradnja postupka za spravljanje asimetričnih arseno-jedinjenja prema patentu br. 9362, naznačena time, što se ovde dva različita simetrična arseno-jedinjenja, koja nemaju primarnih amino-grupa i od kojih jedno sadrži dva ostatka oksisirćetne kiseline, zagrevaju u alkalnom rastvoru.