

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 12 (5)

Izdan 15 februara 1933.

PATENTNI SPIS BR. 9762

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

Postupak za spravljanje arseno-jedinjenja.

Dopunski patent uz osnovni patent broj 9362.

Prijava od 15 februara 1932.

Važi od 1 juna 1932.

Traženo pravo prvenstva od 10 februara 1931 (Nemačka).

Najduže vreme trajanja do 31 decembra 1946.



U jugoslovenskom patentu broj 9362 opisan je postupak za spravljanje asimetričnih arseno-jedinjenja koji se sastoji u tome, što se fenoksi-sirćetna-kiselina arsin-skih kiselina ili aril-arsinske-kiseline, koje sadrže jedan ostatak oksisirćetne kiseline substituisani heterociklični azotov prsten, redukuje zajedno sa drugim aril-arsinskim kiselinama, koje imaju terapijsko dejstvo, u asimetrične arseno-benzole, odnosno da se ovi sprave po poznatim metodama iz derivata odovarajućih arsin-skih kiselina, koji sadrže trovalentni arsen, pri čemu ni jedna od arsin-kiselina odn. od derivata arsin-kiselina, koji stupaju u reakciju, ne sadrži primarne amino grupe.

Nadeno je sad, da se takva asimetrična arsino-jedinjenja mogu spravljanje i na taj način, što se simetrična ili asimetrična arseno-jedinjenja, koja sadrže hidroksil-grupu ali ne sadrže primarne amino-grupe, dovode u reakciju sa jednim molom halogen-sirćetne kiseline.

Primeri:

1. 26 g 3.3'-diacetil-amino-4.4'-dioksi-5.5'-dihlor-arseno-benzol rastvore se u 300 cm³ vode od 35° po dodatku 12 cm³ 10 n-kaliumhidroksida, pa se ovom bistrom rastvoru doda rastvor od 6 g mono-hlor-sirćetne kiseline i 4 g sode u 50 cm³ vode. Sud se napuni azotom i ostavi 24 časa na temperaturi od 30°, mučkajući češće puta. Posle taloženja sa 25 cm³ lede-

nog sirćeta zagreje se kratko vreme na 70—80° pa se zatim procedi na pumpi pomoću vakuuma. Na taj se način dobija svetlo-žuti prašak sa tačkom topljenja 208—209°. Rastvaranjem u odgovarajućoj količini natrium-hidroksida, unošenjem mešajući ovog rastvora u aceton, dobija se natriumova so, koja se lako rastvara. Ona ima izgled jasno žutog praha.

2. 23 g 3.3'-dioksi-4.4'-diacetil-amino-arseno-benzol rastvore se u 300 cm³ vode od 35° i 2 cm³ 10 n-kalijum-hidroksida. U bistar rastvor dodati rastvor od 6 g mono-hlor-sirćetne kiseline i 4 g sode u 50 cm³ vode. Posle punjenja sa azotom zagreva se sud 8 časova na 30° mučkajući češće puta. Eventualna zamućenost otkloni se sa jednom kapi kalijum-hidroksida, pa se arseno-jedinjenje staloži sa 25 cm³ ledenog sirćeta. Cedenjem na pumpi pomoću vakuuma i sušenjem u eksikatoru dobija se narandžasto obojeni prašak, koji se rastvori u odgovarajućoj količini razblaženog natrium-hidroksida. Unošenjem bistrog rastvora u aceton, dobija se lako rastvorna natriumova so, u obliku narandžasto-žutog praška.

3. 26 g 2.2'-dioksi-3.3'-diacetil-amino-4.4'-dihlor-arseno-benzol rastvore se u 300cm³ vode od 35° po dodatku 12 cm³ 10 n-kalium-hidroksida, pa se jasno-žutom, bistrom rastvoru doda rastvor od 6 g mono-hlor-sirćetne kiseline i 4 g sode u 50 cm³ vode. Posle 8-časovnog stajanja

kod 30° u atmosferi azota, pri čemu se češće mora mučkati (eventualna neznatna замуćenost otkloni se po dodatku jedne kapi kalium-hidroksida) taloži se sa 25 cm³ ledenog sirćeta i procedi na pumpi pomoću vakuma arsenojedinjenje, koje posle sušenja u eksikatoru predstavlja žuti prašak. Lako rastvorna natriumova so dobija se rastvaranjem u odgovarajućoj količini hidroksida i unošenjem u aceton kao svetlo-žuti prašak.

4. 27 g arseno-jedinjenja iz 4-acetil-amino-2,3-dimetil-1-fenil-parazolon-p-arsin-kiseline i 3-acetil-amino-4-oksi-fenil-1-arsin-kiseline pomešaju se sa 300 cm³ vode od 35° po dodatku 12 cm³ 10 n-kalium-hidroksida, dok se rastvor ne izbistri. Tome dodati rastvor od 8 g brom-sirćetne kiseline i 4 g natrium-karbonata u 50 cm³ vode, kolben napuniti azotom, dobro zatvoriti i mučkajući češće puta držati 48 časova kod 30°. Posle taloženja sa ledenim sirćetom dobija se arseno-jedinjenje, koje se rastvara u hladnom rastvoru bikarbonata. Ono se rastvara sa potrebnom količinom natrium-hidroksida u malo vode. Unošenjem u hladan alkohol i cedanjem na pumpi pomoću vakuma, dobija se natriumova so 4''-acetil-amino-2''-3''-dimetil-1''-(fenil)-pirazolon-2'-acetil-amino-1'-oksi-sirćetne kiseline-4,4'-arseno-benzol kao jasno-žuti prašak, koji se veoma lako rastvara u vodi sa zlatno-žutom bojom.

5. 27 g arseno-jedinjenja iz 2,5-dihlor-4-acetil-amino-fenil-1-arsin-kiseline i 3-acetil-amino-4-oksi-5-hlor-fenil-1-arsin-kiseline rastvore se u 300 cm³ vode od 35° po dodatku 12 cm³ 10 n-kalium-hidroksid-rastvora. Zatim dodati rastvor od 6 g mono-hlor-sirćetne kiseline i 4 g natrium-karbonata u 50 cm³ vode, napuni sud azotom zatvoriti i ostavi da stoji 48 časova kod 30° mučkajući češće. Sad se doda ledeno sirće, talog se ocedi na pumpi i ispere. Još vlažno arseno-jedinjenje rastvori se u malo vode po dodatku rastvora natrium-hidroksida kap po kap. Filtrira se u hladan alkohol i dobije po cedanju na pumpi pomoću vakuma talog, koji je natriumova so 2,5,5'-trihlor-4,3'-diacetil-amino-4'-oksi-sirćetne kiseline-1,1'-arsenobenzola kao jasno žuti zrnasti prašak, koji se u vodi veoma lako rastvara.

Patentni zahtevi:

Izmena postupka za spravljanje asimetričnih arseno-jedinjenja shodno patentu br. 9362 naznačena time, što se asimetrična arseno-jedinjenja, opisana u glavnom patentu, spravlja u na taj način, što se simetrična arseno-jedinjenja, koja sadrže hidroksil-grupu ali ne sadrže primarne amino-grupe, dovode u reakciju sa jednim molom halogen-sirćetne kiseline.