



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

212 983

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 10 07 80  
(21) PV 4914-80

(51) Int. Cl.<sup>3</sup> C 07 F 9/74

(40) Zveřejněno 31 08 81  
(45) Vydáno 01 01 84

(75)

Autor vynálezu

PRACHAŘ JIŘÍ

ELIÁŠEK LUBOMÍR, BRNO

(54) Způsob výroby kyseliny 3,3'-diaminodifenyl-4,4'-diarsonové

Vynález se týká způsobu výroby kyseliny 3,3'-diaminodifenyl-4,4'-diarsonové. Podstata vynálezu spočívá v tom, že kyselina 3,3'-dinitrodifenyl-4,4'-diarsonová se redukuje přímo práškovým železem ve vodném prostředí za přítomnosti chloridu alkalického kovu. Kyselina 3,3'-diaminodifenyl-4,4'-diarsonová je jednou ze surovin pro výrobu analytického činidla, například ke stanovení thoria.

Vynález se týká způsobu výroby kyseliny 3,3'-diaminodifenyl-4,4'-diarsonové.

Kyselina 3,3'-diaminodifenyl-4,4'-diarsonová se dosud připravovala redukcí kyseliny 3,3'-dinitrodifenyl-4,4'-diarsonové chloridem železnatým v alkalickém prostředí (Žur. Prikl. Chim. 32, 2329 (1959)) nebo katalytickou hydrogenací ve vodněalkalickém prostředí.

Nevýhody dosavadních způsobů přípravy, v prvním případě technologické potíže s udržením slabě alkalického prostředí, zvláště při větších násadách, v druhém případě dlouhá doba redukce vlivem katalytických jedů, v podstatné míře snižuje způsob podle vynálezu. Jeho podstata spočívá v tom, že redukce kyseliny 3,3'-dinitrodifenyl-4,4'-diarsonové na kyselinu 3,3'-diaminodifenyl-4,4'-diarsonovou se provede práškovým železem ve vodném prostředí v přítomnosti chloridu alkalického kovu při teplotě 80 až 100 °C. Chlorid alkalického kovu umožní rychlejší průběh reakce vlivem větší rozpustnosti sodné soli 3,3'-dinitrodifenyl-4,4'-diarsonové. S výhodou lze použít surovou kyselinu (po arsonaci - Barthova reakce) obsahující v závislosti na izolaci 20 až 30 % hmotnostních chloridu sodného. Kyselina 3,3'-diaminodifenyl-4,4'-diarsonová je jednou ze surovin pro výrobu analytického činidla, například ke stanovení thoria.

#### Příklad

Do 2,5 l sulfonační banky se předloží 1,8 litru vody, 450 g práškového železa, 100 g chloridu sodného a po půlhodinovém varu se při teplotě 92 až 98 °C v malých dávkách přidá 90 g kyseliny 3,3'-dinitrodifenyl-4,4'-diarsonové během 3,5 až 4 hodin. Po skončení dávkování se směs čtyři hodiny za míchání povaří, ochladí na 65 °C a zalkalizuje přidáním 50 g hydroxidu sodného a zfiltruje. Filtrační koláč se promyje 0,5 litry vody, ve které je rozpuštěno 10 g hydroxidu sodného. Spojené filtráty se vykyselí kyselinou chlorovodíkovou na pH 4 až 5 a vyloučená kyselina se po ochlazení na 15 až 20 °C odsaje a suší při 50 °C do konstantní hmotnosti.

Výtěžek: 60 gramů 90%ního produktu, tj. 70,8 % teorie počítáno na 100 % 3,3'-dinitrodifenyl-4,4'-diarsonovou kyselinou.

#### P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob výroby kyseliny 3,3'-diaminodifenyl-4,4'-diarsonové z kyseliny 3,3'-dinitrodifenyl-4,4'-diarsonové, vyznačený tím, že redukce kyseliny 3,3'-dinitrodifenyl-4,4'-diarsonové se provede práškovým železem ve vodném prostředí v přítomnosti chloridu alkalického kovu při teplotě 80 až 100 °C.
2. Způsob výroby podle bodu 1, vyznačený tím, že se jako výchozí látky použije surové kyseliny obsahující 20 až 30 % hmotnostních chloridu sodného.