

URZĄD PATENTOWY w WARSZAWIE OPIS PATENTOWY

Nr 28917.

Kl. 12 q, 15/02.

Zakłady Chemiczne „Hydrox”
Spółka z ograniczoną odpowiedzialnością, Warszawa.

MKP 607f 9/7

Sposób oczyszczania kwasu p-oksyfenyloarsinowego.

Zgłoszono 25 marca 1935 r.
Udzielono 24 lipca 1939 r.

Kwas p-oksyfenyloarsinowy, otrzymywany w stanie zanieczyszczonym, np. działaniem na fenol kwasu arsenowego lub przez dwuazowanie kwasu arsanilowego, trudno jest oczyścić ze względu na dużą jego rozpuszczalność w wodzie, alkoholu i kwasach mineralnych.

Dotychczas w celu oczyszczania kwasu p-oksyfenyloarsinowego wykrystalizowywano jego sole potasowcowe, po uprzednim stężeniu roztworu tych soli, albo też roztwory soli odparowywano do sucha i wyciągano acetonem.

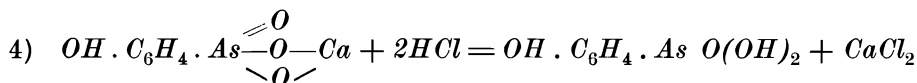
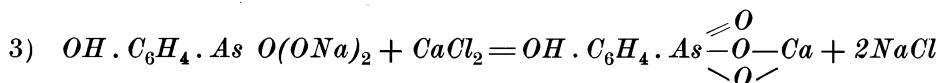
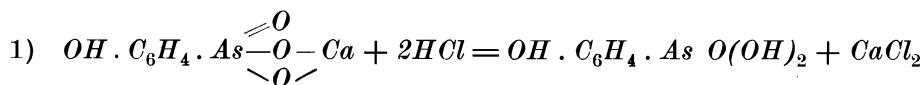
Sposoby te są jednak dość niedogodne i połączone z dużą stratą materiału wyjściowego.

Wynalazek niniejszy usuwa wady powyższe w ten sposób, że z zanieczyszczono-

nego kwasu p-oksyfenyloarsinowego wytwarza się jego sól wapniową, którą następnie w stanie surowym rozkłada się działaniem kwasu, np. HCl , na wolny kwas i chlorek wapnia, i tak otrzymany roztwór traktuje się wodorotlenkiem sodowym, wskutek czego tworzy się przejściowo sól sodowa kwasu p-oksyfenyloarsinowego, która reagując ze znajdującym się w roztworze $CaCl_2$ tworzy ponownie (tym razem już czystą) sól wapniową kwasu p-oksyfenyloarsinowego, wydzielającą się z roztworu w postaci osadu; osad ten odsącza się i suszy, po czym rozkłada na gorąco kwasem solnym w celu ponownego wydzielenia wolnego kwasu p-oksyfenyloarsinowego w stanie czystym. Wolny kwas wykrystalizowuje z roztworu, za-

wierającego dostateczną ilość $CaCl_2$, otrzymanego przez rozłożenie soli wapniowej kwasu *p*-oksyfenyloarsinowego.

Przebieg i kolejność reakcji przedstawiono za pomocą równań następujących:



Jak wynika z powyższego schematu przebiegu reakcji, po dodaniu ługu sodowego wytwarza się przejściowo sól sodowa kwasu *p*-oksyfenyloarsinowego, która jednak, dzięki obecności $CaCl_2$, wytworzonego działaniem HCl na surową sól wapniową kwasu *p*-oksyfenyloarsinowego, przechodzi ponownie w czystą sól wapniową, którą po odsączeniu i wysuszeniu rozkłada się ponownie kwasem solnym na wolny kwas *p*-oksyfenyloarsinowy i chlorek wapnia.

Przykład. 6 kg surowej soli wapniowej kwasu *p*-oksyfenyloarsinowego rozpuszcza się w 20 l wody i dodaje taką ilość kwasu solnego, aż otrzyma się odczyn kwaśny wobec wskaźnika kongo. Roztwór otrzymany przesącza się i przesącz zadaje 3 l 10 n. ługu sodowego. Wydzieloną czystą sól wapniową kwasu *p*-oksyfenyloarsinowego odsącza się i suszy, a następnie rozpusz-

cza na gorąco w 6 l 5n. kwasu solnego. Z przesączu krystalizuje wolny kwas *p*-oksyfenyloarsinowy. Otrzymuje się go w postaci czystego produktu, z wydajnością około 2 kg.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e.

Sposób oczyszczania kwasu *p*-oksyfenyloarsinowego, znamieny tym, że surową sól wapniową tego kwasu rozkłada się kwasem solnym i otrzymany roztwór wolnego kwasu i $CaCl_2$ zadaje ługiem sodowym, po czym wytrąconą czystą sól wapniową po odsączeniu i wysuszeniu rozkłada się ponownie kwasem solnym.

Z a k ł a d y C h e m i c z n e
„H y d r o x”
Spółka z ograniczoną
odpowiedzialnością.