



PL/H.

MEMORIA DESCRIPTIVA

para una patente de invención por veinte años, por = Procedi  
miento para la obtención de arsenobenzoles cristalizados = a  
favor del Professor Doctor August ALBERT, residente en  
München 2 N. W. 14 ( Alemania ) Elisabethstrasse 46.-

=====  
=====

Hasta ahora solo se han podido obtener los arseno-  
benzoles en forma amorfa, pero no en forma cristalizada, la  
cual solo asegura unicamente una naturaleza siempre homogenea  
y una absoluta pureza de los arsenobenzoles. Solo en muy po -  
cos casos (dos) que son solo en arsenobenzoles con residuos  
de carburos de hidrogeno insustituídos (vease Bertheim, Ma -



nual de los compuestos orgánicos de arsénico, pag. 137) se ha llegado a obtener arsenobenzoles cristalizados, Intereses terapéuticos solo los tienen sin embargo los compuestos de arsénico substituidos, todos los cuales representan sin embargo a su vez, en virtud de su caracter amorfo, compuestos muy impuros. Puede comprenderse que la sociabilidad, solubilidad y estabilidad de tales compuestos deben variar dentro de límites bastante amplios. Por consiguiente deberá ser señalado como un progreso muy grande técnico y terapéutico si se consigue llevar, tales arsenobenzoles a forma cristalizada.

Según el presente invento se consigue obtener arsenobenzoles de naturaleza cristalizada si se tratan en medios disolventes o suspensores apropiados con ácido hipofosfórico o sus sales, compuestos orgánicos de arsénico, bien pentavalentes del tipo de los ácidos arsenicos o trivalentes del tipo de los óxidos arsenicos o bien derivados cualesquiera de estos compuestos, como son por ejemplo los halogenuros. En el empleo de compuestos pentavalentes de arsénico es conveniente añadir pequeñas cantidades de ácido hidriódico o de sus sales. Como medios disolventes o suspensores son considerados entre otros el alcohol y el ácido acético cristalizabile.

#### E J E M P L O S

1e. 0,3 gr. de meta-ácido hidroxibencilaldehilarsonico-semicarbazón son suspendidos en unos 6 cm<sup>3</sup> de alcohol y llevados a disolución mediante calefacción con 1,8 cm<sup>3</sup> de ácido clorhídrico alcohólico normal. En esta solución alcohólica enfriada del cloruro se añaden unos 1,8 cm<sup>3</sup> de ácido hipofosfórico al 25 % y luego proxiamamente 0,02 cm<sup>3</sup> de ácido hidriódico.



dico de un peso específico de 1,7. Después de algún tiempo, de la solución clara eventualmente filtrada, se separan agujas intensamente teñidas de amarillo, largas y con frecuencia apuntadas y también reunidas de cuando en cuando en haces sencillos. Cuando, la cristalización no aumenta ya, se extrae por succión el arsenobenzol y se seca en el vacío. Es soluble en lejía de sosa clara con color amarillo.

En lugar de partir del ácido arsenioso, se puede también obtener el cloruro y disolver este después en alcohol y volver a reducir este como antes se ha descrito.

2a. A una solución de 3 gr. de hipofosfito de amonio seco en unos 42 cm<sup>3</sup> de ácido acético cristalizante seco se incorpora 2,1 gr. de meta-oxi-ácido acetofenonarsenioso-semicarbazón. Después de cocer durante unos 2 minutos en el condensador de reflujo se produce una solución clara. Se mantiene hirviendo la solución durante otros 15 minutos y luego se pone aun una hora y media en el baño de agua hirviendo. La solución muy caliente aun clara puede ser privada en caso dado de los rastros de impurezas por medio de centrifugación o de filtración. De esta solución clara de un color amarillo parduzco intenso se separa, después de un reposo aun mas largo, el arsenobenzol en forma de hermosas tabletas alargadas muy finas. Para acelerar la cristalización y obtenerla ante todo lo mas cuantitativa posible, se añade cuidadosamente después de terminada la reacción bajo suave agitación y a gotas, 5 cm<sup>3</sup> de agua, con lo cual, después de un tiempo muy corto, empieza la separación cristalina. Para la obtención cuantitativa del arsenobenzol, es conveniente dejar reposar mucho tiempo, se extrae luego por succión y se seca en el va-



cfo. El producto se disuelve claro en lejía de sosa y se descompone según la clase de calefacción por encima de los 200°.

3a. A una solución caliente de 0,8 gr. de hipofosfito de sodio y proximamente 0,015 gr. de yoduro potásico en 10 cm<sup>3</sup> de ácido acético cristalizabile seco son incorporados 0,5 gr. de para-oxi-meta ácido acetilamidofenilar-sínico y cocidos en el condensador de reflujo durante unos 15 minutos. Se produce transitoriamente una solución casi clara y después de esto una separación muy rápida del arsenobenzol teñido de amarillo muy vivo. Para la terminación de la reacción se deja el producto de reacción 1 á 2 horas en el baño de agua. Después del enfriamiento es extraído por succión, lavado con ácido acético cristalizabile y secado en el vacío. El arsenobenzol se disuelve claro en lejía de sosa con color ligeramente amarillo. El producto presenta la forma de agujitas pequeñas dispuestas en su mayor parte en forma estrellada.

4a. Un solución filtrada clara muy caliente de 0,53 gr. de para-óxido acetofenonarsínico en 10 cm<sup>3</sup> de ácido acético cristalizabile muy caliente es mezclada con una solución de proximamente un gr. de hipofosfato de sodio en 10 cm<sup>3</sup> de ácido acético cristalizabile y calentado cuidadosamente en el condensador de reflujo hasta la ebullición mediante suave agitación. La solución clara al principio, empieza primeramente a enturbiarse suavemente y el arsenobenzol se separa poco a poco cristalinamente. Después de unos 15 minutos de cocción a llama libre, la mezcla de reacción es puesta sobre un baño de agua hirviendo en el cual ahora no empieza sino de cuando en cuando la separación cristalina. Después de una hora de calefacción, se hace enfriar el producto, se extrae por suc-



20 SEPT 1926  
ESPECIAL MOVIL

te adición de ácido hidrídico o sus sales.

2<sup>a</sup>. Procedimiento para la obtención de arsenobenzoles cristalizados.- Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria de seis páginas foliadas y escritas por una sola cara.

Madrid, 20 de septiembre de 1926.

Leocadio López y López.

P.P./

