



EB/. =

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

para una patente de invención, por veinte años, por = Procedimiento para la preparación de sales complejas = a favor de la razón social I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, residente en Frankfurt am Main (Alemania).

Ya se conocen procedimientos para la preparación de sales complejas del calcio con los sulfoácidos de la pirocatequina y del pirogalol. Se las obtiene haciendo actuar el óxido o hidróxido cálcico sobre las sales de los indicados sulfoácidos con álcalis ó aminas.

5 Ahora bien, se ha descubierto que se llega a nuevas sales complejas de cambio de los disulfoácidos de la pirocatequina o de sus productos de sustitución, por ejemplo del pirogalol, cuando sobre las sales alcalinas de los indicados sulfoácidos se hace actuar por un lado una sal de calcio soluble en agua, por ejemplo, el cloruro, el acetato o el nitra -



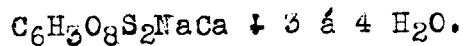
- to cálcico, y por otro lado, lejías alcalinas o hidróxido de calcio. Los productos originados contienen un átomo-gramo de calcio por 1 mol. del generador del completo. En la preparación puede uno proceder por ejemplo tratando la disolución acuosa de la sal sulfúrica con 1 mol. de la sal de calcio y neutralizando con lejía alcalina. Se consume a -
- 15 proximadamente 1 equivalente de lejía alcalina, de manera que actúan por tanto $\frac{1}{2}$ mol. de cloruro cálcico y $\frac{1}{2}$ mol. de hidróxido de calcio. También se puede tratar la disolución de la sal sulfúrica con $\frac{1}{2}$ mol. de cloruro de calcio y neutralizar la disolución con hidróxido cálcico.,
- 20 Al mismo fin se llega cuando la disolución de la sal pirocatequina disulfónica se trata con un ácido y luego se neutraliza con hidróxido cálcico. Aquí se forma entonces primero una sal del calcio con el ácido agregado, de manera que en la práctica se forma lo mismo que en el caso precedente.
- 25 No hay necesidad de atenerse exactamente en las relaciones cuantitativas de los componentes a los equivalentes, por ejemplo no perjudicando un exceso de cloruro de calcio. También en la naturalización puede trabajarse tanto en la región debilmente ácida como en la debilmente alcalina. Las sales formadas pueden separarse por precipitación mediante
- 30 disolventes orgánicos solubles en agua y se secan preferentemente al aire.
- Los nuevos productos se diferencian de lo dado a conocer hasta la fecha sobre sales complejas de los indicados sulfúricos y en especial de las que pueden obtenerse por actuación del hidróxido cálcico sobre estos
- 35 sulfúricos, a causa de su composición. Por ejemplo, el último procedimiento proporciona con pirocatequina-sulfonato sódico un producto que contiene un átomo-gramo de calcio por 2 mol. de pirocatequina-sulfonato sódico correspondiendo a un átomo-gramo de calcio 4 átomos gramos de sodio.
- 40 Por el contrario el nuevo procedimiento proporciona por ejemplo al servirse de pirocatequina disulfonato sódico, un producto que por un lado contiene un átomo-gramo de calcio por 1 mol. de pirocatequina-disulfona-



6 MAR. 1931

- 3. -

to sódico, pero también - y esto es lo nuevo y sorprendente - uno de los átomos de sodio ligado con extraordinaria resistencia contra cualesquiera influjos se encuentra sustituido en el radical del sulfocáido por un equivalente de calcio, mientras que el otro equivalente de calcio se encuentra combinado evidentemente a los grupos nitroxilo. La indicada sal tiene la composición elemental



50 Una disolución al 12 % proximately de la sal preparada según las indicaciones de los ejemplos 1 a 4, es casi isotónica con el tejido, lo que obliga a admitir un elevado peso molecular. Se debe tener por tanto un polímero de la combinación caracterizada por la fórmula elemental anterior. De aquí que permitan prepararse disoluciones isotónicas para inyecciones con elevado contenido de calcio, lo cual es de gran valor para la aplicación medicinal de las nuevas sales.

60 Frente a otras combinaciones de calcio de los indicados generadores de complejos se distingue por ejemplo el pirocatequina-disulfonato de sodio y calcio por el hecho de que tiene un elevado contenido de calcio con la facultad de poder tolerarse en la inyección sin irritar.

Ejemplo 1. -

65 33 g. de pirocatequina disulfonato sódico se cubren con 90 cm³ de agua, se agregan 23 g. de cloruro cristalizado de calcio y agitando se incorpora lejía 2n de sosa cáustica hasta casi reacción neutra (unos 46 cm³). Se introduce la disolución agitando en 1200 cm³ de alcohol metílico. Al reposar se separa la sal compleja formada, lo que puede acelerarse por agitación. Se sifona, se priva por lavado con alcohol metílico diluido (de por ejemplo 80 a 90 %) de la lejía madre que contiene cloruro sódico y se seca al aire.

70 Respecto a las particularidades pueden hacerse variaciones; por ejemplo la combinación formada puede separarse de la disolución anterior de transformación agregando 650 cm³, de alcohol metílico, dejarla cristalizar agitando, agregar después de algunas horas un poco de alcohol metílico y después de un ulterior reposo sifonar, lavar con alcohol



6 MAR. 1931

- 4. -

metílico al 80% y luego secar como se ha indicado.

Se obtiene un polvo incoloro que se disuelve facilmente en agua. El rendimiento es de unos 35 g. El análisis señala aproximadamente las siguientes cifras: 10,3 % Ca; 5,8 % Na; 15 % H₂O (á 180°). La disolución tiene un P_H de unos 7,6.

80 En el anterior método pueden también emplearse por ejemplo 48, 50 ó 52 cm³, de lejía de sosa cáustica y también se puede utilizar un exceso de cloruro de calcio.

Ejemplo 2. -

31,4 g. de pirocatequina-disulfonato sódico se cubren con 60 cm³ de agua y 20 cm³, de ácido clorhídrico 5n, y agitando se neutraliza con lechada de cal 1,5n.

Se opera como en el ejemplo 1, y se obtiene un producto de la misma composición e iguales propiedades.

Ejemplo 3. -

90 33 g. de pirocatequina-disulfonato sódico se cubren con 125 cm³, de agua y se agrega 12,5 g. de cloruro de calcio, agitando se neutraliza con lechada de cal 1,5n (unos 57 cm³).

Se opera como en el ejemplo 1, y se obtiene un producto de igual composición y propiedades iguales.

95 También se puede emplear más lechada de cal, por ejemplo 60 ó 65 cm³. Tampoco hay que conservar rigurosamente la sucesión de las incorporaciones.

Ejemplo 4. -

100 33 g. de pirocatequina-disulfonato sódico se disuelven en 150 cm³ de agua y a la disolución se agregan 12,5 g. de nitrato cálcico. Luego se trata con lechada de cal 1,5n hasta casi el punto neutro. Se introduce y agita en 1.200 cm³ de alcohol metílico y se opera como en el ejemplo 1, obteniéndose un producto de igual composición y propiedades iguales.

Ejemplo 5. -

105 Una disolución de 33 g. de pirogalol-disulfonato sódico en 55 cm³ de agua se trata con 20 cm³ de ácido clorhídrico 5n, y luego se neutrali-



MAR. 1931

110 za agitando con lecheada de cal 1,5n, se introduce y agita en 1.200 cm³ de alcohol metílico y se opera como en el ejemplo 1. Se obtiene un polvo amarillento cuya disolución acuosa tiende a teñirse de violeta en el aire. Contiene aproximadamente 10 % Ca y 5,8 % Na, o sea los dos elementos en la relación de 1:1 átomo-gramo.

N O T A. -

Descrito suficientemente el presente invento lo que se declara como de novedad é invención propia, son las siguientes reivindicaciones:

- 115 1. = Un procedimiento para la preparación de sales complejas solubles en agua de los ácidos disulfónicos de la pirocatequina y de sus productos de sustitución, caracterizado porque sobre las disoluciones de las sales alcalinas de los indicados sulfo-ácidos se hacen actuar de un lado sales de calcio y de otro lejía alcalina o hidróxido cálcico.
- 120 2. = " Procedimiento para la preparación de sales complejas " según se describe y reivindica en esta memoria descriptiva.
- Consta esta descripción de cinco hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, á 6 de Marzo de 1931. -

Leocadio López y López. =

P.P.=