



129683

M E M O R I A descriptiva que se acompaña a la solicitud de registro de una patente de introducción por diez años, sobre "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR EL ACIDO 3-NITRO-4-OXIFENILARSÍNICO", a favor de D. CLEMENTE DE SERRA, residente en Bilbao, Gran Vía nº. 37.-

Este producto químico tiene aplicaciones industriales de gran importancia en la preparación de numerosas substancias organoarsenicales de alto valor terapéutico.-

Existen varios y diversos métodos de obtención industrial de este nitroderivado.- El que nosotros patentamos ha sido puesto en práctica en el extranjero.-

A pesar de ello el procedimiento no ha sido divulgado en España por lo que declaramos que constituye una novedad en nuestro país y no ha sido puesto en práctica en el mismo.-

10.-Fundamentalmente, consiste el método en nitrar el ácido p.aminofenilársínico, llamado también anilarsínico o arsánflico (-----
($C_6H_4.NH_2.AsO_3H_2$),-que no es otra cosa que el resultado de la condensación de la anilina y el ácido arsénico- despues de haberlo sometido a una oxalilación, y haciendo desaparecer luego el

15.-grupo amino-oxalilo ($NH.CO.OH.CO$), que es sustituido por un oxhidrilo (OH), mediante tratamiento con la potasa.-

Comprende, pues, una serie sucesiva de operaciones encaminadas todas a un solo objeto: la obtención del ácido 3-nitro-4-oxifenilarsínico, cuya fórmula es $C_6H_3.OH.NO_2.AsO_3H_2$. en excelentes condiciones de aprovechamiento industrial.-

EJEMPLO DEL PROCEDIMIENTO

1).- Comiézase por preparar una mezcla íntima de 3.470 gramos de ácido anilarsínico al estado de sal sódica cristalizada y 3.780 gramos de ácido oxálico, también cristalizado, en un recipiente



129688

- 25.-metálico esmaltado interiormente y provisto de baño de aceite y termómetro, calentándola a 120-130°C. hasta que la mayor parte del agua haya sido eliminada.- Cuando la masa se hace pastosa, se eleva la temperatura a 160°, manteniéndola hasta que la masa llega a hacerse pulverulenta.- El producto bruto se diluye en 30 litros
- 30.-de agua y se precipita por 3.500 c.c. de ácido clorhídrico, (D = 1,12); el precipitado se rediguelve por 7 litros de agua fría y 2.000 c.c. de una solución de sosa cáustica de 10 veces su concentración normal.- Se filtra la solución y se acidifica con 3.900 c.c. de ácido clorhídrico (D = 1,12) para que precipite el
- 35.-derivado oxalilado, bajo forma de un producto blanco cristalino.- 2).- Se disuelven 2.312 gramos del producto obtenido en 6.000 c.c. de ácido sulfúrico concentrado, y se le añade lentamente con agitación, teniendo cuidado de que la temperatura no se eleve de 10-20°C. una mezcla de 520 c.c. de ácido nítrico puro (D = 1,4) y
- 40.-520 c.c. de ácido sulfúrico concentrado, a la misma temperatura de 10-20°C.- La solución fuertemente ácida se echa entonces a 6 litros de agua, formándose una masa blanca cristalina.- Se hierve la mezcla a reflujo por espacio de una o dos horas y se filtra la solución amarilla, dejándola enfriar, el producto nitrado se
- 45.-separa bajo la forma de agujas amarillas.- 3).- La masa cristalina formada de ácido nitroarsanílico se recoge y lava por filtración y se disuelven 2.000 gramos de la misma en 6.000 c.c. de una solución de potasa cáustica (D = 1,324), calentando la solución rojiza que se forma a 80°C. hasta que una
- 50.-muestra acidificada, tratada con nitrito sódico, no dé la reacción de sal R.- La solución, que huele fuertemente a amoníaco, se diluye entonces con 12-15 litros de agua helada.- Se acidifica con unos 4.000 c.c. de ácido clorhídrico (D = 1,19) y el ácido 3-nitro-4-oxifenilarsínico se separa por prolongado reposo en una masa
- 55.-cristalina blanco-amarillenta o en romboedros amarillos.- Se recoge, se lava, y se hace recristalizar, si es necesario, en el agua hirviendo.-



129688

-3-

El producto así obtenido derlagra y se descompone por calentamiento, es fácilmente en el alcohol metílico o etílico, en la 60.-acetona y en el ácido acético; poco soluble en el agua fría, moderadamente en la caliente.- El color de su solución es amarillo y desaparece cuando se le añaden ácidos minerales diluidos.- En solución alcalina adquiere color naranja fuerte.-

Descrito suficientemente el procedimiento que se patenta, se ha 65.-cen las siguientes:

REIVINDICACIONES

Se reivindica prioridad para fabricar exclusivamente en territorio nacional por diez años que concede la ley para una patente de introducción sobre un procedimiento para preparar el ácido 70.-3-nitro-4-oxifenilarsínico, caracterizado por:

PRIMERO:- El proceso químico de orden industrial que consiste en nitrar el ácido p.aminofenilarsínico, después de haberlo oxalilado y tratar la substancia así obtenida por los álcalis cáusticos; proceso que por sí solo constituye esencialmente el procedimiento reivindicado.- 75.-

SEGUNDO:- La presente patente de introducción debe recaer sobre "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR EL ACIDO 3-NITRO-4-OXIFENILARSINICO",.-

Sean cuales fueren las circunstancias que concurren con la esencialidad de la patente definida en las anteriores reivindicaciones.- 80.-

Madrid 17 febrero 1933

EL INGENIERO-AGENTE.-

Francisco H. Herrera