



129684

129684

MEMORIA descriptiva que se acompaña a la solicitud de registro de una patente de introducción por diez años, a nombre de D. CLEMENTE DE SERRA, domiciliado en Bilbao, Gran Vía 37,- sobre "UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DEL ÁCIDO PARAOXIFENILARSINICO".-

El objeto de la patente es preparar el referido cuerpo mediante condensación del fenol ($C_6H_5.OH$) con el ácido arsénico (AsO_4H_3).- El ácido paraoxifenilarsínico ($C_6H_4.OH.AsO_3H_2$) es un compuesto químico que tiene aplicaciones industriales muy interesantes en la 5.-elaboración de ciertos productos terapéuticos del grupo de los órganocarsenicales.-

Puede ser obtenido por diferentes caminos.- El método que nosotros reivindicamos en esta patente ha sido ya conocido en el extranjero y fue objeto primeramente de una patente alemana sobre los años 10.-1908 a 1910, concretamente la D.R.-P. 205.616.-

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

Esencialmente, el procedimiento consiste en poner a reaccionar el 15.-fenol con el ácido arsénico, en las debidas proporciones moleculares, a la temperatura de 150-155° C. para obtener un producto bruto constituido por ácido arsénico y fenol al estado libre, gran cantidad de breas fenólicas y un 20 a 30 por ciento del cuerpo que tratamos de obtener, es decir, de ácido paraoxifenilarsínico, 20.-el cual se aísla de las demás sustancias por diversos métodos.-

PROCEDIMIENTO

EJEMPLO 1º.- En un recipiente metálico de capacidad adecuada, esmaltado interiormente, rodeado de baño de aceite y provisto de agitador mecánico y termómetro, se introducen 12,5 kilogramos de fenol 25.-cristalizado y 20 kilogramos de ácido arsénico, también cristalizado, previamente seco y pulverizado.- Se hace elevar la tem-



129684⁻²⁻

peratura a 150°C. mientras el agitador está en marcha.- La reacción comienza y se continúa por espacio de cuatro a seis horas, manteniendo siempre la temperatura alrededor de los 150°C.- Al cabo 30.-de dicho tiempo, se baja ésta hasta los 80° aproximadamente y el producto de la reacción, que es una masa marrón oscura, de consistencia breosa, se extrae por 80 a 90 litros de agua caliente.- Se filtra para separar las breas insolubles y el filtrado se evapora hasta sequedad, de preferencia en un evaporador de vacío.- La masa 35.-seca obtenida como residuo, después de rota y machacada, se extrae repetidamente por acetona hasta un volumen de unos 30 litros. Se pasa a través de un filtro-prensa de adecuado tamaño y el filtrado se evapora en un pequeño destilador que recoge la acetona.- El residuo, que es un jarabe espeso, se deja varios días en reposo 40.-para que cristalice el ácido paraoxifenilarsínico que se separa por centrifugación.-

El cuerpo así obtenido cristaliza en prismas más o menos amarillentos, que funden a 173-174°C.; es fácilmente soluble en agua, alcohol, acetona y ácidos minerales diluidos; muy poco soluble en 45.-el éter y en el acetato de etilo.-

EJEMPLO 2º. Se pone a reaccionar en las condiciones indicadas en el ejemplo anterior, 4.000 gramos de fenol cristalizado y fundido por calentamiento, con 8.000 gramos de ácido arsénico comercial líquido de 75 gramos Baumé, previamente deshidratado por calentamiento 50.-a 110-120° hasta que haya perdido un 15 por ciento aproximadamente de peso.- La temperatura de la reacción es de 150°C. y se mantiene entre 150 y 155° por espacio de seis a siete horas.- El producto bruto de la reacción se trata primero por unos 40 litros de agua y luego por una solución concentrada de barita caústica, 55.-que hace precipitar el ácido arsénico libre al estado de arseniato bórico insoluble, hasta reacción justamente neutra al tornasol. Se filtra entonces y el líquido filtrado se trata por ácido sulfúrico para separar el bario bajo forma de sulfato bórico, hasta el



129684 -3-

momento preciso en que una muestra no dé reacción de ion bario ni
60.-de ion sulfúrico.- Nuevamente se filtra y se evapora el filtrado
hasta reducir a la mitad de su volumen.- Se añade entonces una
solución de hidróxido de sodio a 40 por 100 hasta reacción neutra
al tornasol y se continúa la evaporación.- Cuando se inicia un
principio de cristalización, se le añade, agitando, alcohol etí-
65.-lico de 95º caliente hasta que se enturbie permanentemente la mez-
cla.- Se deja entonces enfriar y el ácido paraoxifenilarsínico
cristaliza rápidamente bajo la forma de sal sódica, en agujas lar-
gas, incoloras que pierden su agua de cristalización a unos 80ºC.;
facilmente solubles en el agua e insolubles en el alcohol y en el
70.-éter.-

Descrito suficientemente el procedimiento, se hacen las siguien-
tes:

REIVINDICACIONES

Se reivindica prioridad para la fabricación exclusiva dentro del
75.-territorio nacional, por un periodo de DIEZ años que marca la ley,
para una patente de introducción sobre un procedimiento para la
obtención del ácido paraoxifenilarsínico, que consiste:

PRIMERO:- En hacer reaccionar el fenol con el ácido arsénico para
obtener el producto de su condensación; operación que por sí sola
80.-constituye esencialmente el procedimiento reivindicado.-

SEGUNDO:- La presente patente de introducción debe recaer sobre
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DEL ACIDO PARAOXIFENILARSI-
NICO".-

Sean cuales fueren las circunstancias que concurren con la esen-
85.-cialidad de la patente definida en las anteriores reivindicacio-
nes.-

Madrid 17 febrero 1933

EL INGENIERO-AGENTE.-

Francis Helprava