



933

132 622

Nº 1

P A T E N T E  
D E  
I N T R O D U C C I Ó N

a favor de Don Antonio Esteve Subirana, de nacionalidad española, residente en Manresa, por "PROCEDIMIENTO DE PREPARACIÓN DEL ÁCIDO 3-AMINO-4-OXIFENILARSÍNICO".

- . -

MEMORIA DESCRIPTIVA

El objeto de esta patente es preparar el ácido 3-amino-4-oxifenilarsínico por reducción del ácido 3-nitro-4-oxifenilarsínico, el cual se obtiene a su vez por hidrólisis y fenolización del nitro-uretan-derivado del ácido fenilarsínico.

5.

Este procedimiento, que ha sido objeto de utilización industrial en Alemania, no se ha divulgado ni practicado hasta el presente en España, siendo por tanto una novedad en nuestro país.

10. A continuación damos un ejemplo de un caso de



realización práctica del procedimiento objeto de esta patente.

Se disuelven 217 gramos de ácido amino-fenilar-sínico y 57 gramos de solución de hidróxido sódico D 1,375 en un litro de agua helada y se tratan con 130 gramos de éter cloro-carbónico y 114 gramos de solución de hidróxido sódico D 1,375, teniendo así el líquido reacción alcalina. El uretan-derivado se precipita por adición de ácido clorhídrico en forma de cristales aciculares.

289 gramos del compuesto antes mencionado se disuelven en 1500 gramos de ácido sulfúrico concentrado y cuando por enfriamiento se llega a 0-5°, se trata por 245 gramos de una mezcla de ácido nítrico y sulfúrico concentrados conteniendo 26% de ácido nítrico. La mezcla se mantiene a la temperatura de 15° durante media hora agitando constantemente. Después se mezcla con hielo, separándose el nitro-uretan-derivado en forma de polvo de color amarillo pálido que cristaliza en el alcohol, dando cristales aciculares de color amarillo poco solubles en agua caliente y disolviéndose rápidamente en las soluciones acuosas de los hidróxidos alcalinos, dando líquidos de intensa coloración amarilla.

Se hidroliza el anterior producto, calentándolo a 60-80° con diez partes de ácido sulfúrico concentrado hasta haber separado el anhídrido carbónico. La solución se mezcla con hielo y se obtiene el ácido 3-nitro-4-aminofenilar-sínico que da cristales aciculares amarillos con ácido acético diluido, los cuales deflagran al calentarlos.



Se mezclan 200 gramos del nitro-amino-derivado con 730 c.c. de solución de hidróxido sódico D 1,332 y se calienta la mezcla a 75-80° hasta terminar el desprendimiento de vapores amoniacaes. Se diluye con agua y se trata con ácido clorhídrico concentrado hasta obtener una neutralización parcial; se filtra (con lo que se separan todas las impurezas procedentes de la operación industrial) y se termina la neutralización, separándose el derivado oxi-nitrado que se recoge por filtración.

66 gramos de este ácido 3-nitro-4-oxifenilarsínico se disuelven en 700 c.c. de agua y 125 c.c. de solución de hidróxido sódico doble normal. A esta solución fuertemente agitada se le añade por pequeñas porciones 130 a 140 gramos de hidrosulfito sódico pulverizado, hasta desaparición de la coloración amarilla de la solución, procurando no atravesar la temperatura de 30°. Se enfría entonces la mezcla hasta llegar a 0°, provocando la precipitación del ácido oxi-aminado con la introducción en la solución de unos cristales del mismo ácido procedentes de una anterior operación.

N O T A

Se reivindica como objeto de la presente patente de introducción:-

1. Un procedimiento de preparación del ácido 3-amino-4-oxifenilarsínico de acuerdo con la operación química de orden industrial que consiste en reducir el ácido 3-nitro-4-oxifenilarsínico, el cual se obtiene a



132622

su vez del nitro-uretan-derivado del ácido fenilarsínico.

70. 2. Procedimiento de preparación del ácido 3-amino-4-oxifenilarsínico.

La presente memoria consta de cuatro hojas foliadas, escritas por una sola cara.

Madrid, a 22 de noviembre de 1933.

Antonio ESTEVE SUBIRANA

p.a.

**RAMUNDO DE GALMAU DOMINGO**  
**P.P.**

A handwritten signature in dark ink, appearing to read "R. de Galmau Domingo", written over a horizontal line.