

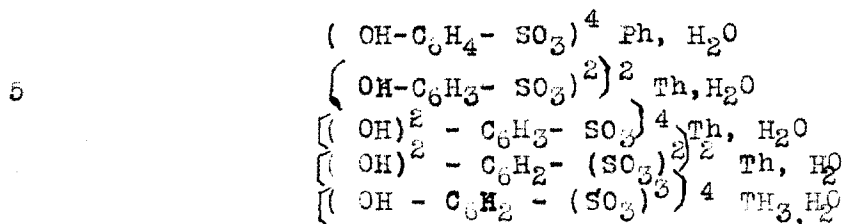
181026



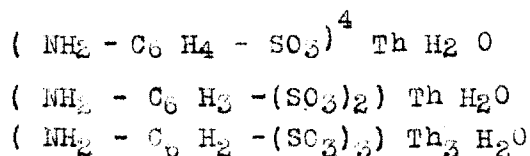
MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a una patente de invención por 20 años, a favor de D. ANDRE MICHEL ANTOINE FLEURET, de nacionalidad francesa, residente en Paris (Francia), por : "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE SALES RADIO-ACTIVAS SOLUBLES".

El objeto de la presente invención es la obtención de sales nuevas de torio correspondiendo a las siguientes fórmulas:



o fenilsulfonatos de torio, cuyo radical fenilsulfonado corresponde a las siguientes fórmulas:



o amino-fenilsulfonatos de torio.

La función amina puede ser libre o acilada, alcoholada o arilada (el núcleo fenil puede por su parte ser haloge-



181026

nado).

20.- Tales compuestos son nuevos, la literatura química no presenta ningún rastro de ellos a pesar del interés industrial que los mismos presentan.

La solubilidad de estos fenolsulfonatos de torio en el agua es aproximadamente de una parte de sal por dos partes de agua para alguno de ellos, lo que es notable para los derivados orgánicos de este metal.

25.- La solubilidad de los amino-fenil-sulfonatos de torio en el agua a 20° C es aproximadamente de una parte de sal por diez partes de agua.

Los ejemplos que siguen tiene por objeto fijar los métodos que permiten obtener las sales antes definidas.

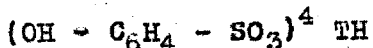
30.- PRIMER EJEMPLO.- Se disuelven 21 partes en peso de fenol-sulfonato de bario cristalizado (o la cantidad equimolecular del fenolsulfonato de calcio) en 100 partes de agua caliente y se prepara por otra parte una solución de sulfato de torio obtenida disolviendo 8,6 partes de sulfato cristalizado que

35.- contiene sensiblemente 53 a 54 % de óxido, en 250 partes de agua fría, se mezclan las dos soluciones, se agita y se deja en presencia durante 6 a 8 horas, luego se calienta en el baño-maría, se filtra, se separa el sulfato insoluble, y se concentra el filtrado bajo presión reducida hasta un volumen de

40.- 60 partes, se filtra de nuevo y se concentra de nuevo hasta 30 partes en volumen, el producto cristalizado por resfriamiento se crea y se recogen 16 a 17 partes.

45.- Después de una purificación, por nueva recristalización se obtiene un producto cristalizado cuyo análisis, después de desecación produce las cifras que siguen:

Oxido de torio: 28,5 %, cifra correspondiente a la fórmula





-tres-

181026

50.- En realidad, en la mayoría de los casos, se encuentra una cifra de óxido un poco más elevada, lo que corresponde a la existencia de pequeñas cantidades de una sal de los ácidos fenoldisulfonados.

Los fenolsulfonatos de torio dan compuestos de adición menos solubles con el sulfato de torio y los sulfatos metálicos en general.

55.- SEGUNDO EJEMPLO; Se disuelven 36 gramos de para-aminofenilsulfonato de bario (sal de bario del ácido sulfanílico) (o la cantidad equimolecular de la sal de calcio o de plomo del mismo ácido) en 100 partes de agua caliente y se prepara por otra parte una solución de sulfato de torio obtenida disol-

60.- viendo en 200 gramos de agua helada, 22 gramos de sulfato anhidro. Se mezclan las dos soluciones al conseguirse la temperatura del ambiente, se agita, se deja en presencia durante 6 a 8 horas, luego se calienta en el baño-maria, se filtra, se separa el sulfato insoluble que se ha formado y se

65.- concentra el filtrado bajo presión reducida hasta 170 centímetros cúbicos, luego se filtra de nuevo y se concentra hasta 80 centímetros cúbicos.

70.- Se lleva a la nevera el producto cristalizado por enfriamiento, se orea y se recoge alrededor de 32 gramos de sal seca.

75.- Después de la purificación, por nueva recristalización, se obtiene un producto cristalizado cuyo análisis después de desecación y calcinación produce; 30% de óxido de torio. Algunos centímetros cúbicos de una solución al 10 % de esta sal, adicionados de amoníaco en exceso, se colocan en un filtro, el filtrado no debe precipitar por el cromato de potasio; ausencia del bario, ni precipitar por el cloruro de bario; ausencia de iones SO_4 .



80.-

Se puede preparar igualmente las sales buscadas por cambio de base entre una sal de torio (cloruro o nitrato de preferencia) y una sal alcalina del ácido orgánico, o la sal de magnesio.

85.-

TERCER EJEMPLO; Se toman 300 gramos de sal de potasio del ácido acetil-amino-fenilsulfónico (para ácido acetil-sulfamílico o acetanilida sulfonado) que se disuelve en 500 gramos de agua caliente y se prepara por otra parte una solución de 120 gramos de nitrato de torio en cuatrocientos gramos de agua; se mezclan las dos soluciones, se concentra, luego se evapora a seco en el baño-maria. Para eliminar la sal alcalina, se pone

90.-

la mezcla de las sales; nitrato de potasio y sal de torio, la glicerina, la sal de torio es prácticamente insoluble el nitrato de potasio es soluble. Si se ha empleado la sal de magnesio del ácido amino-fenil-sulfónico, se tratará por el cloruro de torio, luego la mezcla de cloruro de magnesio y sal de

95.-

torio obtenida secada será lixivada por el alcohol a 96°; el cloruro de magnesio se halla en ella muy soluble, la sal de torio del ácido amino-fenil-sulfónico buscada se encuentra en ella casi insoluble.

100.-

Los ejemplos antes citados no son limitativos y se consideraran como entrando en la presente descripción no tan solo los isómeros de posición de los compuestos antes descrito, sino también las sales de torio derivadas sea de los ácidos sulfonados conteniendo varias funciones fenol, en sus moléculas y los homologos superiores sea fenoles sulfonados conteniendo

105.-

varias funciones sulfonadas (di y trisulfonadas, etc.) o sea por fin los ácidos polifenoles y polisulfonados simultáneamente. Entran igualmente en la presente invención las sales de torio derivadas de los ácidos fenil-sulfónicos conteniendo sea varias funciones aminas, sea varias funciones sulfó-

181026



1947

- 110.- nicas, ya sea las dos, es decir ácidos poli-amino-fenil-sulfónicos, ácidos amino-fenil-polisulfónicos, ácidos poli-amino-fenil-polisulfónicos, la o las funciones aminas estando libre o aciladas, ariladas o alcohiladas; en fin, las mismas pueden ser halogenadas sobre el núcleo "fenil";
- 115.- todos estos compuestos poseen la propiedad esencial de buena solubilidad en el agua requerida para la preparación de soluciones estables. Todos estos compuestos han retenido la propiedad esencial de alta solubilidad en el agua requerida para la preparación de las soluciones, propiedad que poseen
- 120.- las sales objeto de los antedichos ejemplos.

- Los modos de preparación consignados en la presente demanda se basan en la doble descomposición; la obtención de los fenolsulfonatos por acción directa de los ácidos sulfónicos sobre la torina es una reacción irregular e incompleta a causa de la dificultad de disolver la base mineral llegada a cierto estado de polimerización. Asimismo, se puede obtener amino-fenil-sulfonatos de torio por acción directa de los ácidos sulfónicos sobre la torina, pero la reacción no es de un buen rendimiento, los demás procedimientos de la presente adición constituyen los métodos más apropiados para la preparación de las sales de torio de las ácidos amino-fenil-sulfónicos.
- 125.-
- 130.-

- Es pues el procedimiento de la presente descripción el que constituye el método mas apropiado para la preparación de las soluciones acuosas concentradas de fenol-sulfonatos y de amino-fenil-sulfonatos de torio puros.
- 135.-

Se pueden mencionar igualmente los siguientes procedimientos que han permitido preparar los fenolsulfonatos buscados:

- 140.- Preparación por cambio de bases, con el nitrato de torio

181026

-seis-



145.- y los fenilsulfonatos de potasio, sirviéndose de la variación importante de solubilidad del nitrato de potasio en relación con la temperatura: 13% a 0°C. y 74 % a 100° C., pues a temperatura baja, los fenilsulfonatos de torio son mucho más solubles que el nitrato de potasio se separa; sin embargo, la separación no es cuantitativa.

150.- Preparación por cambio de bases, entre el cloruro de torio y los fenilsulfonatos de plomo, aprovechando la escasa solubilidad del cloruro de plomo frío, sin embargo el método principal es el que se ha mencionado en primer lugar.

155.- Hay que notar igualmente que para efectuar la reacción de cambio doble entre el sulfato de torio y las sales de los ácidos fenol-sulfónicos deseados, se puede utilizar asimismo las sales de plomo de estos ácidos hidroxifenil-sulfónicos.

REIVINDICACIONES

160.- 1º.- Procedimiento de preparación de sales radio-activas solubles caracterizado por el hecho que se hace reaccionar sobre soluciones de una sal de torio, soluciones de derivados fenil sulfonados de bario, de calcio o de plomo;

2º.- Procedimiento de preparación de sales radio-activas solubles según la reivindicación 1ª y caracterizado por el hecho que la sal de torio utilizada es el sulfato de torio.

165.- 3º.- Procedimiento de preparación de sales radio-activas solubles según las reivindicaciones 1ª y 2ª y caracterizado por el hecho que los derivados fenil sulfonados son fe-

181026 -siete-



1947

nos sulfonatos de bario, calcio o plomo.

170.- 4º.- Procedimiento de preparación de sales radio-activas solubles según las reivindicaciones 1ª y 2ª y caracterizado por el hecho que los derivados de los fenolsulfonatos previstos son amino-fenil-sulfonatos de bario, de calcio o de plomo.

175.- 5º.- Procedimiento de preparación de sales radio-activas, solubles según la reivindicación 1ª y caracterizado por el hecho que se hace resistir sobre nitrato de torio, fenolsulfonatos de potasio.

180.- 6º.- Procedimiento de preparación de sales radio-activas solubles según la reivindicación 1ª y caracterizado por el hecho que se hace resistir sobre cloruro de torio, sulfonatos de plomo.

7º.- PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE SALES RADIO-ACTIVAS SOLUBLES, tal y conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria.

185.- -Consta esta descripción de siete hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras, haciendo un total de ciento ochenta y siete líneas incluida ésta.

Madrid, 19 de diciembre de 1947

ANTONIO ESCRIBA