

355071

O.G.16.598/MS.



15 JUN. 1968

PATENTE DE INVENCION

MEMORIA DESCRIPTIVA

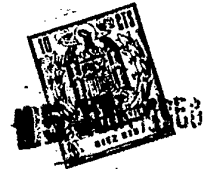
Sobre:

"PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DEL ACIDO 4 (PARA-AMINO METIL) BENZOICO COMPRENDIENDO LA PREPARACION DEL CATALIZADOR PARA UNA DE LAS FASES".

Solicitante: La firma española, COMPAÑIA INTERNACIONAL DE FARMACIA LABORATORIOS LANDERLAN, S.A.E., con domicilio en C/ Agastia s(n. MADRID-17.

Inventores: D. JOSE BENSADON LAREDO y

D. ANTONIO FERNANDO MONTORO JIMENEZ.



Se refiere la presente Memoria Descriptiva que se une a solicitud de registro como Patente de Invención a un "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DEL ACIDO 4 (PARA-AMINO METIL) BENZOICO COMPRENDIENDO LA PREPARACION DEL CATALIZADOR PARA UNA DE LAS FASES" cuyas características de novedad le confieren la cualidad de aportar a los fines que se persiguen ventajas más que suficientes para aspirar -- en derecho al privilegio del registro que se solicita.

5. Comprende el procedimiento que se preconiza, un proceso en el que se parte del ácido para-amino benzóico que, en una primera fase operatoria, culmina con la separación del ácido para-ciano benzóico habiéndose utilizado el trisulfuro de molibdeno en esta síntesis y que en segunda fase de operaciones, parte del ácido 4 ciano-benzóico procedente de la primera fase y mediante una hidrogenación catalítica se llega al ácido 4 (para-amino metil) benzoico.

10. El catalizador característico del procedimiento que se preconiza, es, a su vez, preparado en operación -- aparte y cuya incorporación queda subordinada al procedimiento en sí.

15. Los aparatos que se utilizan, los procedimientos de calentamiento, enfriamiento, sublimación, amasado etc. son los usuales en la industria química, siendo su constitución ajena al contenido de este escrito, razón por la cual se omite la descripción por ser totalmente innecesaria.

20. Siendo la preparación del catalizador, motivo de un proceso aparte, y siendo utilizado en la segunda - fase de operaciones, detallaremos la preparación del ca-

30.



talizador entre la primera y la segunda fase del procedimiento, con lo cual esta intercalación, contribuirá a definir los límites, ya de por sí bastante claros, de ambas fases de operaciones.

5. De todas maneras, no regatearemos aclaraciones que destaquen las partes características, por lo que definimos que el empleo del trisulfuro de molibdeno caracteriza la primera fase de operaciones y la preparación del catalizador y su utilización la segunda fase de operaciones.

10.

Prácticamente con estas dos circunstancias tan definidas, puede decirse que el procedimiento queda expuesto, ahora bien detallaremos a continuación una ejecución práctica que, a título de ejemplo, aclarará la idea general y en concreto la preparación del catalizador.

15.

Así en primera fase operatoria se parten, por ejemplo, de 35 gramos de ácido para-amino benzoico, y utilizando esta cantidad para punto de referencia, le corresponden 18,5 gramos de nitrito sódico con los que se empasta añadiendo agua poco a poco en la menor cantidad posible hasta empaste total, tras lo cual y en el mismo elemento reactor se agitan lentamente con adición simultánea de -- 75 cc. de ácido clorhídrico concentrado y 100 gramos de -- hielo para impedir la elevación de la temperatura.

20.

25.

El adceso de ácido, cuya presencia ha sido necesaria, se neutraliza lentamente con una disolución de 7,7 gramos de hidróxido sódico en 50 cc. de agua destilada, manteniendo el baño o cuerpo del reactor sometido a enfriamiento, por ejemplo con hielo fundente.

30.

Como consecuencia de estas primeras operaciones



5. se obtiene la sal de diazonio que se incorpora lentamente en caliente a una suspensión de 100 gramos de trisulfuro de molibdeno y 73 gramos de cianuro potásico en 1.000 cc. de agua, y terminada esta adición se enfría hasta 15 grados centígrados.

Se deja en reposo el conjunto aproximadamente dos horas tras lo cual se eleva la temperatura a 80 grados que se mantiene durante 30 minutos, y subsiguiente enfriamiento espontáneo.

10. Se acidifica con ácido clorhídrico, concentrado, lentamente hasta que la incorporación de este ácido deja de provocar precipitado, el cual precipitado se separa por filtración y se seca sin rebasar los 100 grados, la cual operación en el ejemplo y cantidades que estamos dando, dura unas tres horas, y que a escala industrial se termina por una operación en planta piloto.

15. Este precipitado se hierve a reflujo con una mezcla de 1.500 cc. a benceno y 75 de etanol que descompone el complejo de coordinación molibdeno, que se separa por filtración y el líquido recuperado se evapora a sequedad a presión reducida que se puede purificar y que constituye el ácido 4 ciano-benzoico de punto de fusión 214 grados.

20. Con esto se cierra el primer ciclo de operaciones tal como se ha anticipado.

25. El catalizador hidrogenante utilizable en la segunda fase de operaciones, se produce tomando, por ejemplo 160 gramos de hidróxido sódico puro en 2.000 cc. de agua agitando rápidamente para evitar proyecciones consecuencia del calentamiento espontáneo, y se deja enfriar,

30.

15 JUN.



tal que sobre baño de hielo, a 50° C.

- Así estabilizada la obtención se añade lentamente 125 gramos de aleación de níquel y aluminio al 50% manteniendo la temperatura a $50 \pm 2^{\circ}\text{C}$, lo cual dura aproximadamente una hora, transcurrida la cual se mantiene la agitación durante otra hora y se decanta lavando también por decantación cuatro veces con un litro aproximadamente de agua destilada cada vez.
- 5.

- Se centrifuga y se lava de nuevo otras cuatro veces con 500 cc de alcohol etílico de 96° cada vez y una última lixiviación con alcohol absoluto y nuevo centrifugado.
- 10.

Se conserva en un refrigerador con 250 cc. de alcohol absoluto hasta el momento de empleo.

15. La segunda fase de operaciones del procedimiento general, parte de una proporción de 23 gramos del ácido 4 ciano benzoico procedente del resultado obtenido como consecuencia de la primera fase de operaciones y se tratan con 60 cc. de hidróxido amónico y 300 cc. de agua destilada, sobre la cual mezcla se vierte, unos 5 gramos del catalizador antes descrito y se mantiene en agitación durante 6 horas manteniendo permanentemente el barboteo de hidrógeno y transcurrido este tiempo cesa la agitación, pero se mantiene el barboteo del hidrógeno durante varias horas, decolorándose la solución verdosa por medio de carbón animal, calentando a ebullición hasta que cese el desprendimiento de gas amoníaco.
- 20.
- 25.

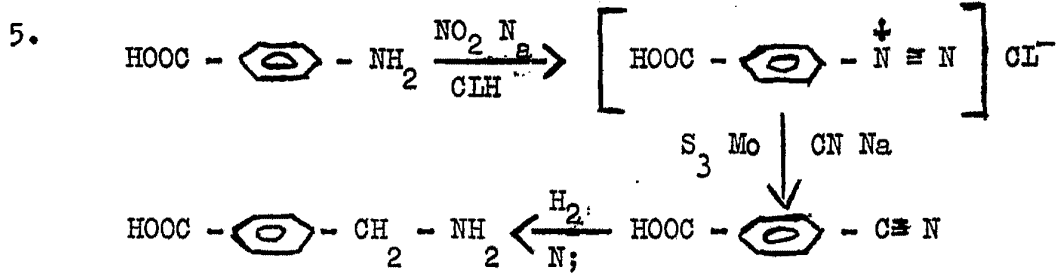
Se concentra en concentradores rotativos hasta sequedad..

30. El rendimiento es del 70% y el punto de fusión

15 JUN. 1911

342 grados que se puede purificar hasta punto de fusión 345° con descomposición pirolítica, después de recrystallizar con 20 partes de agua hirviendo.

Esquemáticamente el proceso es el siguiente:



10. Suficientemente descrito el invento así como una manera de llevarlo a la práctica, se hace constar de manera expresa que el mismo acepta modificaciones de detalle - siempre que éstas no afecten a su fundamento.

15. El solicitante se reserva el derecho de extender esta demanda a los países extranjeros, reivindicando la - misma prioridad de la presente solicitud al amparo del Convenio Internacional para la protección de la Propiedad Industrial.

20. Igualmente el solicitante se reserva el derecho de introducir en la presente invención cuantos perfeccionamientos sobre la misma puedan derivarse, mediante la solicitud de los correspondientes Certificados de Adición en la forma señalada por la Ley.

N O T A

25. La Patente de Invención, que se solicita por veinte años, para España y sus Posesiones, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer sobre: "PROCEDIMIENTO DE - OBTENCION DEL ACIDO 4 (PARA-AMINO METIL) BENZOICO COMPREN- DIENDO LA PREPARACION DEL CATALIZADOR PARA UNA DE LAS FA--

30. SES", según las características esenciales de las siguien-



dente de la primera fase de operaciones tratado con hidróxido amónico en medio, agua destilada sobre la cual mezcla se incorpora el catalizador y en agitación continua se barborea el hidrógeno, empleándose proporciones y velocidades según operación experimental en planta piloto.

5. 3ª.- "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DEL ACIDO 4 (PARA-AMINO METIL) BENZOICO COMPRENDIENDO LA PREPARACION DEL CATALIZADOR PARA UNA DE LAS FASES".

10. Según queda sustancialmente descrito, en la presente Memoria, que consta de ocho hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 15 de Junio de 1968.

COMPañIA INTERNACIONAL DE FARMACIA
LABORATORIOS LANDERLAN, S.A.Ee
P.P.

FRANCISCO GARCIA CABRERIZO
P. P.

Firmado: M.ª Dolores Jorquera