

258,652

958652

JE.

27



P A T E N T E   D E   I N V E N C I O N

a favor de

SOCIEDAD ANONIMA CROS, de nacionalidad española, domiciliada en Paseo de Gracia, nº 56 - BARCELONA,

por:

"Procedimiento para la preparación de un Fe(III)-Quelato de una N,N'Etilen-bis- $\sqrt{2}$ -(o-hidroxiaril)glicina".

M e m o r i a   d e s c r i p t i v a .

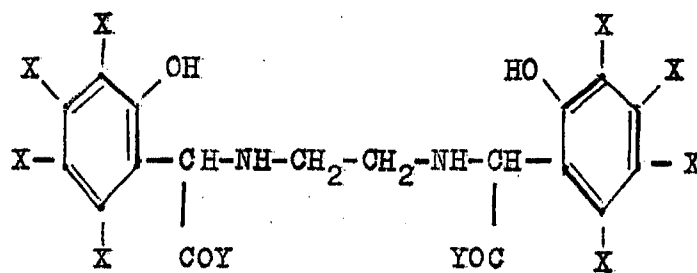
La presente patente tiene por objeto un procedimiento para la preparación de un Fe(III)-Quelato de una N,N'Etilen-bis- $\sqrt{2}$ -(o-hidroxiaril)glicina, producto que es de gran importancia para el tratamiento de la clo-



rosis férrica de plantas de cultivo y ornamentales en suelos alcalinos.

Los procedimientos para la obtención de tal quelato, hasta ahora conocidos, son bastante complicados y conducen a un rendimiento total (comprendiendo todas las etapas de la preparación) de un 50 % y menos.

Se ha encontrado que se pueden alcanzar rendimientos totales de un 70 % y aun mayores, actuando de acuerdo con el presente procedimiento, el cual consiste esencialmente en someter un compuesto orgánico de constitución:



15

en el que X es un grupo que contiene hidrógeno, alquilo, halógeno o sulfónico, e Y se elige entre los grupos -OH, -NH<sub>2</sub>, -OMe<sup>I</sup> (Me<sup>I</sup> = K, Na, NH<sub>4</sub><sup>+</sup>), a reacción, en estado sólido, con una sal de hierro cristalizada a temperaturas comprendidas entre 0° y 80° C.

20

No es necesario que estas sustancias estén completamente secas, sino que pueden estar presentes cantidades pequeñas de humedad que tengan su origen en el agua de cristalización de las sales de hierro utilizadas, o que también pueden añadirse para mejorar el estado de mezcla de los componentes de reacción.

25

Las sales de hierro empleadas pueden ser sales neutras o compuestos básicos, y también pueden utilizarse sales de hierro bivalente, porque en presencia del que -



lante orgánico, sorprendentemente, la cantidad estequiométrica de hierro bivalente se oxida mediante el oxígeno del aire, pasando casi instantáneamente a hierro trivalente.

5 El anión de las sales de hierro no influye en la reacción; a pesar de esto se aconseja delimitarse a la clase de aniones que se utilizan normalmente en los abonos artificiales, por ejemplo: nitratos, sulfatos, carbonatos, cloruros y fosfatos.

10 La cantidad de sales de hierro a emplear debe ser, por razones económicas, la estequiométrica, pero se recomienda utilizar un exceso de sales de hierro suficiente para obtener en el suelo tratado una reserva grande de compuestos de hierro, porque se ha demostrado que la  
15 planta reabsorbe del quelato férrico solo el hierro, dejando en el suelo el quelante orgánico, el cual puede entonces facilitar de nuevo hierro asimilable a la planta.

El invento viene ilustrado por los ejemplos siguientes:

20

EJEMPLO 1.

36 grs. de la monoamida de la N,N'-etilen-bis-  
[2-(o-hidroxifenil)glicina] se mezclan en seco a una temperatura de 20-30°C con 48 grs. de alumbre férrico en un mortero, hasta que la mezcla tome un color negruzco, indicándose así la formación del quelato. Una solución  
25 acuosa del producto tiene a 470 mμ una extinción que corresponde a una riqueza de 94 % comparado con una solución de un quelato standard y referido a la monoamida inicial.



EJEMPLO 2.

400 grs. de la sal disódica de la N,N'-etilen-  
bis- $\sqrt{2}$ -(o-hidroxifenil)glicina<sup>7</sup> se mezclan con 500 grs.  
de  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  a temperatura ambiente y se forma casi  
5 instantáneamente el quelato férrico cuya solución acuosa  
muestra, como se ha descrito en el anterior ejemplo, una  
riqueza de un 98,5 % referido a la sal disódica inicial.

EJEMPLO 3.

Se colocan en un vaso de precipitados 44 grs.  
0 de la N,N'-etilen-bis- $\sqrt{2}$ -(1 hidroxil-4-sulfo-fenil)gli-  
cina<sup>7</sup>, se añaden 27 grs. de  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  y 15 grs. de car-  
bonato potásico para reducir la acidez. Agitando con  
una varilla de vidrio se calienta la mezcla hasta 37°C,  
formándose entonces una masa viscosa de color negruzco.  
15 La riqueza en quelato se determina colorimétricamente  
siendo de 90 %.

EJEMPLO 4.

En una mezcladora se mezclan 40 Kg. del clor-  
hidrato de la monoamida de la N,N'-etilen-bis- $\sqrt{2}$ -(o-hi-  
20 droxifenil)glicina<sup>7</sup> con 130 Kg de  $\text{SO}_4\text{Fe} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ . Encima de  
la mezcla se pulveriza una solución acuosa concentrada  
de amoníaco (en total 4 Kg. de  $\text{NH}_3$ ) o la cantidad corres-  
pondiente de gas de amoníaco para transformar el clor-  
hidrato en la monoamida neutra, y se mezcla el contenido  
25 de la mezcladora durante  $\frac{1}{2}$  - 1 hora, apareciendo pronto  
el color típico negruzco con tonalidad roja del quelato.  
El análisis espectrométrico da una riqueza de 22% refe-  
rida al peso del quelato en la mezcla total.

Los productos obtenidos según la descripción





en la cual X representa un grupo H, alquilo, o sulfónico, e Y significa un grupo  $-NH_2$ ,  $-OH$ , o  $-OMe^I$  ( $Me^I = Na, K, NH_4^+$ ), con una sal de hierro cristalizada.

5 2) Procedimiento según la anterior reivindicación, caracterizado porque la sal de hierro utilizada es una sal de hierro bivalente.

3) Procedimiento según las anteriores reivindicaciones, caracterizado porque la sal de hierro se aplica en exceso sobre la cantidad estequiométrica.

10 4) Procedimiento para la preparación de un Fe (III)-Quelato de una N,N'etilen-bis- $\sqrt{2}$ -(o-hidroxiaril) glicina $\sqrt{7}$ .

Esta memoria consta de seis páginas escritas por una sola cara.

BARCELONA, 27 MAY. 1960

P. A.