

401666



Int. Cl.:	SECCION TECNICA
	CLASIFICACION I. P. C.
	CLASE _____
	CLASE _____

MEMORIA DESCRIPTIVA

de una Patente de Invención a nombre de:

Joh, A. Benckiser GmbH., de nacionalidad

alemana, domiciliada en 6700 Ludwigshafen/

Rhein, Jägerstrasse 30, (Alemania); por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE

ACIDOS AMINOMETILENFOSFONICOS"

.....ooo000ooo.....

Objeto de la solicitud de patente 20 13 371.5-42,
es un procedimiento para la preparación de ácidos aminometilen
fosfónicos, de acuerdo con el cual se hacen reaccionar ácidos
 α -aminocarboxílicos sustituidos en el átomo de nitrógeno con
5 uno o varios grupos carboxilo o sales de metal alcalino de és-
tos, con ácido fosforoso y/o con tricloruro de fósforo en la
proporción de 1 a 3 moles de compuesto de fósforo por cada gru-
po carboxilo presente, y en el que

- 10 a) en el caso en que se utilice ácido fosforoso en calidad de
compuesto de fósforo, la reacción se lleva a cabo en au-
sencia de un disolvente inerte a 130-160°C; y en el que
b) en el caso en que en calidad de compuesto de fósforo se
utilice, o se utilice conjuntamente, tricloruro de fósforo,

401666



la reacción se lleva a cabo en presencia o en ausencia de un disolvente inerte y a continuación se descompone con agua la mezcla de reacción.

5 Como una nueva mejora del procedimiento se ha encontrado ahora que en el caso de utilizar ácido fosforoso en calidad de componente de fósforo se obtienen rendimientos esencialmente más elevados de ácidos aminometilfosfónicos, si la reacción se lleva a cabo en presencia de sustancias orgánicas y/o inorgánicas apropiadas para la absorción de agua, a temperaturas de 90 a 10 160°C, preferiblemente de 120 a 140°C.

Sustancias apropiadas son anhídridos, que por absorción de agua se transforman en los correspondientes ácidos, tales como por ejemplo anhídrido de ácido acético, anhídrido de ácido propiónico, pentóxido de fósforo, o también los agentes 15 que absorben agua tales como ácido sulfúrico concentrado y compuestos similares. También se pueden emplear mezclas de estas sustancias. La cantidad necesaria se debe dosificar de tal modo que quede fijada el agua que se pone en libertad durante la reacción. Esta cantidad es al menos la estequiométrica, pero preferiblemente siempre se utilizará un exceso de 2 a 3 veces sobre 20 la cantidad estequiométrica.

Se trabaja ventajosamente calentando primeramente el ácido fosforoso a una temperatura por encima de 90°C, preferiblemente de 110 a 130°C, añadiendo a la masa fundida, bajo 25 agitación, el ácido aminocarboxílico, y agregando lentamente a esta mezcla uno de los agentes citados. Durante la adición se forma transitoriamente una masa espumosa, que por vigorosa agi-



tación se transforma en el curso de la ulterior adición en una suspensión de grano fino. Después de terminarse la adición, se agita posteriormente durante 1 a 2 horas más a 90-160°C, preferiblemente a 120-140°C. Después de enfriar a la temperatura ambiente, filtrar con succión y secar, se obtiene el ácido aminometilfosfónico con un rendimiento por encima de 95%.

EJEMPLO 1.

270 g (3,3 moles) de ácido fosforoso son agitados durante 1 hora a 130°C (temperatura interior). Luego se añaden en porciones, bajo vigorosa agitación, 191 g (1 mol) de ácido nitrilotriacético en el espacio de 30 minutos.

Aparece una formación transitoria de espuma, y el aumento de volumen máximo es de aproximadamente 100%. Se sigue agitando posteriormente a 130°C durante 30 minutos más y luego se añaden bajo vigorosa agitación 600 cm³ de anhídrido de ácido acético en el espacio de 45 minutos. Una vez añadida aproximadamente la mitad del anhídrido, el contenido del matraz se aglomera, después de aproximadamente 5 minutos se descomponen de nuevo estos aglomerados al proseguir la adición del anhídrido y resulta una suspensión de grano fino. Se agita posteriormente a 130°C durante 1 a 2 horas. Después del enfriamiento se filtra con succión el nitrilo-tris-(ácido metilfosfónico) y se seca a 120°C aproximadamente.

Rendimiento: 295 g (teórico 299 g).



EJEMPLO 2

370 g (4,5 moles) de ácido fosforoso son agitados a 130°C durante 1 hora. Luego se añaden bajo vigorosa agitación, en porciones, en el espacio de 30 minutos 292 g (1 mol) de ácido etilendiaminotetraacético. Se agita posteriormente a 120-130°C durante 10 minutos, después de esto se añaden gota a gota en el espacio de 45 minutos 800 cm³ de anhídrido de ácido acético. Después de haberse añadido aproximadamente 2/3 de la cantidad del anhídrido se aglomera el contenido del matraz, y después de aproximadamente 5 minutos se descomponen de nuevos estos aglomerados al proseguir la adición del anhídrido y resulta una suspensión de grano fino. Se agita posteriormente a 130°C durante 1 a 2 horas. Después del enfriamiento, el etilendiamino-tetra-(ácido metilénfosfónico) se filtra con succión y se seca a 100°C.

Rendimiento: 420 g (teórico 436 g).

EJEMPLO 3

270 g (3,3 moles) de ácido fosforoso son agitados durante 1 hora a 130°C. Luego se añaden en el espacio de 30 minutos bajo vigorosa agitación, en porciones, 191 g (1 mol) de ácido nitrilotriacético. Se agita posteriormente a 130-140°C durante 45 minutos, luego se añaden en porciones, bajo vigorosa agitación, en el espacio de una hora 300 g de P₂O₅. Por formación de espuma aparece un aumento de volumen de como máximo 100%. Se agita posteriormente durante 1 a 2 horas a 130°C y se obtiene un jarabe de color pardo oscuro. Dado que el jara-



be, al efectuar el enfriamiento, solidifica para formar una
masa dura como la piedra, el jarabe todavía caliente es di-
luido con agua a 25%. Se obtiene una solución transparente,
de color pardo medio, de nitrilo-tris-(ácido metilfosfónico)
5 de solución al 25%. Se obtiene en forma sólida nitrilo-tris-(ácido me-
tilfosfónico), si se diluye el jarabe saliente con agua a
un 50%. Al reposar durante la noche se separa por cristaliza-
10 ción nitrilo-tris-(ácido metilfosfónico) con un rendimiento
superior a 95%.

-----N O T A-----

Se reivindica como nuevo y de propia invención:

15 1.- Procedimiento para la preparación de ácidos
aminometilfosfónicos, caracterizado porque en el caso de
utilizar ácido fosforoso en calidad de compuesto de fósforo,
la reacción se lleva a cabo en presencia de sustancias orgá-
nicas y/o inorgánicas apropiadas para la absorción de agua,
a temperaturas entre 90-160°C, preferiblemente de 120-140°C.

20 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, carac-
terizado porque en calidad de sustancias fijadoras de agua se
utilizan anhídrido de ácido acético, anhídrido de ácido pro-
piónico, pentóxido de fósforo o ácido sulfúrico concentrado
en cantidades al menos estequiométricas, preferiblemente en un



401666



exceso de 2 a 3 veces sobre la cantidad estequiométrica.

3.- PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE ACIDOS
AMINOMETILENFOSFONICOS.

Tal como se describe y reivindica en la presente
5 Memoria Descriptiva, que consta de seis hojas escritas a
máquina por una sola cara.

Madrid, 11 ABR. 1972

CARLOS FERNÁNDEZ CANDELAS
P.P.

