

A3 411.113 760101 C 07 F 9/388



4111101113

411113

PATENTE DE INTRODUCCION

por DIEZ años

cuyo privilegio se solicita para España, sus territorios y plazas de soberanía, a favor de

D E R S A, S.A.

entidad de nacionalidad española, domiciliada en SANTA PERPETUA DE LA MOGUDA (Barcelona), Carretera Sentmenat Km. 5

relativa a:

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ACIDOS AMINO-METILEN-FOSFONICOS".

=====

411113

Int. Cl.: C07F



MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un procedimiento para la obtención de ácidos amino-metilen-fosfónicos de la fórmula general: -----



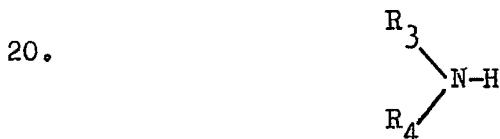
donde R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> son restos alifáticos, alicíclicos, arílicos o alquilarílicos con un máximo de 20 átomos de carbono, grupos -CH<sub>2</sub>PO<sub>3</sub>H<sub>2</sub> metilen-fosfónicos o grupos del tipo (CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-N-(CH<sub>2</sub>PO<sub>3</sub>H<sub>2</sub>)<sub>2</sub> para valores de n comprendidos entre 1 y 20 (ambos inclusive). -----

10.

Dichos ácidos amino-metilen-fosfónicos presentan extraordinarias propiedades secuestrantes y desfloculantes para los iones metálicos polivalentes. -----

15. El procedimiento de obtención de ácidos amino-metilen-fosfónicos de la fórmula general arriba indicada, según la invención, se caracteriza porque se hace reaccionar: -----

a) la cantidad estequiométrica de un compuesto nitrogenado de fórmula general: -----



411113

30 ENE.



o sus sales, donde  $R_3$  y  $R_4$  son átomos de hidrógeno, restos alifáticos, alicíclicos, arílicos, alquilarílicos con un máximo de - 20 átomos de carbono, o grupos del tipo  $(CH_2)_n-NH_2$ , - - - - -

5. b) un exceso de un compuesto carbonílico que aporte grupos metileno, y - - - - -

c) un compuesto inorgánico portador del enlace P-H que sea protonizable y en cantidad estequiométrica respecto al compuesto nitrogenado según a), - - - - -  
10. en presencia de un exceso de ácido hidroalogenado (XH) respecto a la cantidad del compuesto nitrogenado según a). - - - - -

El compuesto nitrogenado según a) puede ser amoníaco, sales de amoníaco, aminas o sales de aminas, preferentemente amoníaco, cloruro amónico, etilendiamina, hexametilendiamina o los clorhidratos de estas aminas. - - - - -

15. El compuesto carboxílico según b), que aporte los grupos metilenos, puede ser un aldehido que se utilice con un exceso de aproximadamente el 100% respecto a la cantidad estequiométrica del compuesto nitrogenado según a). Preferentemente dicho aldehido puede ser el formaldehido en forma de disolución acuosa de aproximadamente del 37% de riqueza en peso. - - - - -  
20.

El compuesto inorgánico según c), portador del enlace P-H protonizable, puede ser preferentemente ácido fosforoso - cristalizado o en disolución acuosa del 70 al 80% de riqueza. -

25. El ácido hidroalogenado (XH) en cuya presencia se realiza la reacción puede emplearse en una cantidad de 2 a 3 moles

411113



por cada mol del compuesto nitrogenado según a). - - - - -

Dicho ácido hidroalogenado (XH) en cuya presencia se realiza la reacción puede ser preferentemente ácido clorhídrico concentrado de una riqueza aproximada del 35% en peso. - - - - -

5. Para facilitar la comprensión de cuanto se ha expuesto, a continuación se describen dos ejemplos de realización del procedimiento según la invención que deben ser considerados como desprovistos de todo carácter limitativo respecto al alcance de la protección legal que se solicita. - - - - -

10. Ejemplo 1

Se toman 17,8 g. de cloruro amónico (0,33 moles) y 82 g. de ácido fosforoso cristalizado (1 mol) que se disuelven en 100 ml. de agua, y otros 100 ml. de ácido clorhídrico concentrado. La disolución resultante se coloca en un recipiente adecuado y por calefacción se lleva a una temperatura de reflujo bajo agitación. En el transcurso de 1 hora se añaden 160 ml. de disolución acuosa al 37% de formaldehído (2 moles) gota a gota y finalmente se prolonga el reflujo durante 1 hora más. - -

20. El ácido nitrilo-trimetilen-fosfónico resultante se recupera por cristalización y secado a 120° C con un rendimiento del 75%. - - - - -

Ejemplo 2

25. El peso correspondiente a 0,25 moles de una diamina tipo  $H_2N(CH_2)_nNH_2$  y el de 1 mol de ácido fosforoso cristalizado se disuelven en 100 ml. de agua y 100 ml. de ácido clorhídrico

411113



concentrado, siendo tratada la disolución resultante con 2 moles de disolución acuosa al 37% de formaldehído según el método descrito en el ejemplo anterior. Los ácidos resultantes generalmente cristalizan al enfriar a temperatura ambiente. Si n es grande pueden cristalizar durante la reacción. - - - - -

5.

Dejando enfriar a temperatura ambiente tras filtración de los cristales formados, lavado y secado a 120°C se obtienen rendimientos del orden del 50% para n=2 y del 80% para n=6. - -

Descritos convenientemente dos ejemplos de realización de la invención se hace constar que los mismos tienen carácter ilustrativo y no limitativo y que se podrán aplicar todas las variantes de detalle que la experiencia y la práctica aconsejen con tal de que no se desvirtue la esencialidad de la invención que es la que se resume y concreta en la siguiente. - - - - -

10.

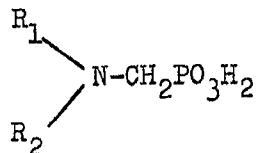
15. NOTA

Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - - - -

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la obtención de ácidos amino-metilen-fosfónicos de fórmula general: - - - - -

20.



donde  $R_1$  y  $R_2$  son restos alifáticos, alicíclicos, arílicos o al-

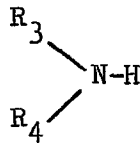
*Rg*

411113



quilarílicos con un máximo de 20 átomos de carbono, grupos - CH<sub>2</sub>PO<sub>3</sub>H<sub>2</sub> metilen-fosfónicos o grupos del tipo (CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-N-(CH<sub>2</sub>PO<sub>3</sub>H<sub>2</sub>)<sub>2</sub> para valores de n comprendidos entre 1 y 20 (ambos inclusive), caracterizado porque se hace reaccionar: - - - - -

- 5. a) la cantidad estequiométrica de un compuesto nitrogenado de fórmula general: - - - - -



- 10. o sus sales, donde R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> son átomos de hidrógeno, restos alifáticos, alicíclicos, arílicos, alquilarílicos con un máximo de 20 átomos de carbono, o grupos del tipo (CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-NH<sub>2</sub>, - - - - -

- b) un exceso de un compuesto carbonílico que aporte grupos metileno, y - - - - -

- 15. c) un compuesto inorgánico portador del enlace P-H que sea protonizable, y en cantidad estequiométrica respecto al compuesto nitrogenado según a), - - - - - en presencia de un exceso de ácido hidroalogenado (XH) respecto a la cantidad del compuesto nitrogenado según a). - - - - -

- 20. 2.- Procedimiento para la obtención de ácidos amino-metilen-fosfónicos según la reivindicación 1, caracterizado porque el compuesto nitrogenado según a) es amoníaco, sales de amoníaco, aminas o sales de aminas. - - - - -

- 25. 3.- Procedimiento para la obtención de ácidos amino-metilen-fosfónicos según la reivindicación 2, caracterizado por-

*kg*

411113



que el compuesto nitrogenado según a) es amoníaco, cloruro amónico, etilendiamina, hexametilendiamina o los clorhidratos de estas aminas. - - - - -

5. 4.- Procedimiento para la obtención de ácidos amino-metilen-fosfónicos según las reivindicaciones 1 a la 3, caracterizado porque el compuesto carbonílico que aporta los grupos metileno es un aldehído que se utiliza con un exceso de aproximadamente el 100% respecto a la cantidad estequiométrica del compuesto nitrogenado según a). - - - - -

10. 5.- Procedimiento para la obtención de ácidos amino-metilen-fosfónicos según la reivindicación 4, caracterizado porque el aldehído utilizado es el formaldehído en forma de disolución acuosa de aproximadamente del 37% de riqueza en peso. - - - - -

15. 6.- Procedimiento para la obtención de ácidos amino-metilen-fosfónicos según cualquiera de las reivindicaciones 1 a la 5, caracterizado porque el compuesto según c) es ácido fosforoso cristalizado o en disolución acuosa del 70 al 80% de riqueza. - - - - -

20. 7.- Procedimiento para la obtención de ácidos amino-metilen-fosfónicos según cualquiera de las reivindicaciones 1 a la 6 caracterizado porque el ácido hidroalogenado (XH) en cuya presencia se realiza la reacción se emplea en una cantidad de 2 a 3 moles por cada mol del compuesto nitrogenado según a). - - .

25. 8.- Procedimiento para la obtención de ácidos amino-metilen-fosfónicos según la reivindicación 7, caracterizado porque el ácido hidroalogenado (XH) en cuya presencia se realiza

*Rey*

411113

30 Ene



la reacción es ácido clorhídrico concentrado de una riqueza aproximada del 35% en peso. -----

9.- "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE ACIDOS AMINO-METILLEN-FOSFONICOS". -----

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de ocho hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

MADRID, 30 ENE. 1973

F. A. M. CURELL SUÑOL

Mra. L. de M.

*Reg*  
MCP