

3. 74  
PATENTE DE INVENCION

R 2159.

434905

Int. Cl. COFF 9/02  
COFF 1/60

# Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO DE PURIFICACION DE FOSFITOS DE TRIARILLO  
EN BRUTO.-

*Solicitante:* RHONE-POULENC INDUSTRIES, entidad francesa, residente en 22, Avenue Montaigne, PARIS 8ème, Francia.-

La presente invención tiene por objeto un procedimiento de purificación de fosfitos de triarilo.

Los fosfitos de triarilo se preparan corrientemente en la industria haciendo reaccionar el tricloruro de fósforo con un fenol ligeramente en exceso con relación a la

5.

estequiometría según la reacción bien conocida:



5. en la que Ar representa un radical arilo no sustituido o sustituido a menudo por una cadena hidrocarbonada. La separación por destilación al vacío del fenol en exceso y del ácido clorhídrico formado dá un fosfito de triarilo bastante impuro todavía. Este fosfito de triarilo bruto es generalmente un producto coloreado (200 a 500 de la escala Hazen) cuyo índice de acidez todavía está comprendido entre 0,3 y 0,7, pues es muy difícil, casi imposible, eliminar totalmente el ácido clorhídrico residual.
- 10.

- Se sabe que los fosfitos de triarilo se utilizan en numerosos terrenos, sobre todo en las industrias de materias plásticas y del caucho, como estabilizantes, antioxidantes y agentes complejantes entre otros. A medida que las necesidades de fosfitos de triarilo se han incrementado, se ha puesto de manifiesto la necesidad de utilizar productos puros, es decir, desprovistos de todo olor, de cualquier color y de trazas de acidez residual, puesto que se ha comprobado que esas impurezas influían sobre la calidad de los productos finales a los que el fosfito de triarilo iba incorporado.
- 15.
- 20.

- Se ha propuesto ya neutralizar el ácido clorhídrico a medida de la reacción de formación del fosfito de triarilo con ayuda de agentes neutralizantes tales como los carbonatos alcalinos, la trimetilamina, la trietilamina, la piridina, la anilina, y la N-N-dietilanilina. Pero ese procedimiento no puede utilizarse industrialmente ya que necesita un importante uso de agentes neutralizantes y el producto final bruto conserva sin embargo una coloración bastante pronunciada.
- 25.

- Se ha propuesto igualmente destilar el fosfito de triarilo. Sin embargo, además de que el procedimiento conven-
- 3.

5. cional necesita un equipo especial, presenta el inconveniente de consumir una importante cantidad de energía y de ser extremadamente lento. Además, ciertos fosfitos de triarilo son poco estables térmicamente y los riesgos de pérdidas por descomposición son importantes.

10. La presente invención tiene, pues, por objeto remediar estos inconvenientes, permitiendo notablemente mejorar las características físico-químicas de los fosfitos de triarilo y obtener un producto prácticamente incoloro, inodoro, con una acidez residual considerablemente si no totalmente atenuada, sin necesitar instalación especial ni manipulación importante.

15. La solicitante ha encontrado, de forma inesperada, que la adición a los fosfitos de triarilo de muy pequeñas cantidades de, al menos, un compuesto hidrogenado de nitrógeno de carácter básico, aporta una mejora considerable en la decoloración y la desodorización, al tiempo que una neutralización casi completa de la acidez residual.

20. Conforme a la invención, el fosfito de triarilo bruto, que contiene vestigios de ácido clorhídrico, se somete entre 20°C y 120°C a un tratamiento por un compuesto hidrogenado del nitrógeno de carácter básico.

25. Los fosfitos de triarilo, que pueden someterse al tratamiento de la invención, comprenden los trifenilfosfitos y los trialquilfenilfosfitos obtenidos a partir de los fenoles sustituidos tales como los tricresilfosfitos y los trietilfenilfosfitos. En el caso en que los trialquilfenilfosfitos sean sólidos o viscosos a la temperatura en que el tratamiento de purificación debe tener lugar, dicho tratamiento será  
30. ventajosamente conducido en presencia de un disolvente adecua-

do.

5. Los compuestos hidrogenados del nitrógeno son los derivados mononitrogenado ( $\text{HNH}_2$ ) y dinitrogenado ( $\text{NH}_2\text{-NH}_2$ ). El amoníaco  $\text{HNH}_2$  se utiliza preferentemente bajo forma gaseosa; la hidrazina  $\text{NH}_2\text{-NH}_2$  se utiliza preferencialmente bajo forma de su hidrato.

10. Las proporciones del compuesto hidrogenado del nitrógeno varían desde una cantidad mínima efectiva, de alrededor de 0,005% a alrededor de 0,5% en peso basado sobre el peso del fosfito. Por lo que se refiere al amoníaco bajo forma gaseosa se utilizarán con preferencia cantidades que irán de 2 a 10 veces la cantidad necesaria para asegurar la neutralización.

15. La temperatura a la que tiene lugar la reacción de eliminación del ácido clorhídrico simultáneamente a la reacción de decoloración está comprendida con preferencia entre 80°C y 100°C.

20. Según una forma de realización de la invención, se efectúa la adición del compuesto hidrogenado del nitrógeno en presencia de un gas inerte tal como el nitrógeno o el argón.

25. Es sorprendente notar que, entre los compuestos básicos que permiten neutralizar la acidez residual de los fosfitos de triarilo, solo los compuestos hidrogenados del nitrógeno poseen una reacción decolorante marcada frente a dichos fosfitos, con exclusión de los otros agentes neutralizantes. Esta acción específica ha sido puesta de manifiesto por ensayos comparativos. Las aminas orgánicas primarias, secundarias y terciarias, lo mismo que las sales alcalinas y alcalino-térreas de los ácidos minerales y orgánicos, se han revelado ineficaces como agentes de decoloración.

30.

Los ejemplos siguientes se dan únicamente a título indicativo y, por ello, no pueden ser considerados como limitativos del alcance de la invención.

EJEMPLO 1

5. Por acción del tricloruro de fósforo sobre el fenol, seguido de una destilación al vacío del fenol en exceso eventualmente presente, se ha obtenido un fosfito de trifenilo cuyo índice de acidez era igual a 0,4 presentando una coloración de 350 HAZAN y un olor picante. Se añade entonces en una sola vez 0,035% en peso de hidrato de hidrazina con relación al peso de fosfito, a la temperatura de 80°C. La mezcla se agita energicamente.

10. Después de unos minutos, el clorhidrato de hidrazina que ha precipitado, se filtra a unos 50°C. El fosfito de trifenilo presenta entonces las siguientes características:

15. IA - 0  
Coloración - 30 HAZAN  
Olor - despreciable

EJEMPLO 2

20. Un fosfito de trifenilo bruto cuyo índice de acidez es igual a 0,6, con una coloración de 300 HAZAN y un olor picante, ha sido tratado en las condiciones del ejemplo 1 por 0,035% en peso de hidrato de hidrazina. Después de filtrar el precipitado de clorhidrato, el fosfito de trifenilo presenta las siguientes características:

25. IA - 0,2  
Coloración - 50 HAZAN  
Olor - débil

EJEMPLO 3

30. Según las condiciones del ejemplo 1, se ha tratado

5. un fosfito de trifenilo cuyo índice de acidez es igual a 0,2 con una coloración HAZEN de 350 y un olor picante, utilizando 0,02 % en peso de hidrato de hidrazina. Después de filtrar el precipitado de clorhidrato de hidrazina, el fosfito de trifenilo presenta las siguientes características:

IA - 0,1  
Coloración - 50 HAZEN  
Olor - despreciable.

EJEMPLO 4

10. A partir del mismo producto bruto reaccional que en el ejemplo 2, se hace pasar a 80°C una cantidad de gas amoníaco correspondiente a 5 veces la cantidad necesaria para neutralizar la acidez residual. Después de filtrar el precipitado de cloruro amónico, el fosfito de trifenilo presenta las características siguientes:

IA - 0,2  
Coloración - 60 HAZEN  
Olor - despreciable

EJEMPLO 5.

20. A partir de un trifenil fosfito bruto cuyo índice de acidez es igual a 0,6 con una coloración de 150 HAZEN y un olor picante, se añaden a 80°C diez veces la cantidad necesaria de gas amoníaco para neutralizar la acidez residual. Después de filtrar el cloruro amónico, el fosfito de trifenilo presenta las características siguientes:

25. IA - 0,1  
Coloración - 60 HAZEN  
Olor - despreciable

EJEMPLO 6

30. Procediendo como en el ejemplo 4, pero haciendo pa-

nar el gas amoniaco a 100°C, no obtiene demanda de filtrar y de 12 horas de reposo, el fosfito de triarilo de características siguientes:

5.                   IA                   - 0,1  
                      Coloración   - 70 HAZEN  
                      Olor                - despreciable.

N O T A

10.                   Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Francia, con fecha 25 de enero de 1974, bajo el número
15.                   74.02497; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO DE PURIFICACION DE FOSFITOS DE TRIARILLO EN BRUTO; caracterizándose por lo siguiente:
- 20.

1.- Procedimiento de purificación de fosfitos de triarilo en bruto, caracterizado porque son tratados con una pequeña cantidad de, por lo menos, un compuesto hidrogenado de nitrógeno de carácter básico.

25.                   2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el compuesto hidrogenado del nitrógeno es amoniaco.

30.                   3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el compuesto hidrogenado del nitrógeno es hidrato de hidrazina.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque el compuesto hidrogenado del nitrógeno se utiliza bajo la forma de un gas.

5. 5.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el fosfito de triarilo es un fosfito de trifenilo.

6.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el fosfito de triarilo es un fosfito de trialquilfenilo.

10. 7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque la temperatura de reacción está comprendida entre 20 y 120°C, preferentemente, entre 80 y 100°C.

15. 8.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque las cantidades del compuesto hidrogenado del nitrógeno de carácter básico están comprendidas entre 0,005 y 0,5% en peso con relación al fosfito.

20. 9.- Procedimiento de purificación de fosfitos de triarilo en bruto, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 8 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 21 ENE. 1975

RHONE-POULENC INDUSTRIES.-

J. GÓMEZ ACEDO Y RIVERA

p. p. Firmado: L. García Fernández

