

MINISTERIO DE INDUSTRIA  
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

20 SET. 1978

10 ES	11 487850	12 A1
	21	
	22	
FECHA DE PRESENTACION		



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
P 87 22 539.4	18 mayo 1977	ALEMANIA

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	COFF	

54 TITULO DE LA INVENCION
"Procedimiento para la preparación de ácido N,N-dimetilamino-metanodifosfónico"

71 SOLICITANTE (ES)
Joh. A. Benckiser GmbH.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
6700 Ludwigshafen, Benckiserplatz 1, (Alemania)

72 INVENTOR (ES)
Dr. Friedrich Krüger y Walter Michel

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
Carlos Fernández Gandelas

POOR  
QUALITY

De entre los ácidos amino-alcano-difosfónicos, el ácido -  
N,N-dimetilaminometano-difosfónico posee propiedades especialmente -  
buenas en lo que se refiera a la inhibición de la sedimentación pe-  
trificante y de la corrosión. Por consiguiente puede encontrar utiliza-  
5 ción para muchas finalidades técnicas.

Para la preparación de ácidos amino-alcano-difosfónicos ya  
se conocen diferentes procedimientos. De acuerdo con la DT-OS - - -  
1.958.123 se obtienen ácidos amino-alcano-difosfónicos a partir de -  
amidas de ácidos monocarboxílicos por reacción con trihalogenuros de  
10 fósforo y subsiguiente hidrólisis de los productos de reacción. Sin  
embargo, lleva aparejadas desventajas el hecho de trabajar con haloge-  
nuros de fósforo, especialmente con tricloruro de fósforo.

Es sabido que el tricloruro de fósforo, con pequeñas canti-  
dades de agua, tal como se encuentran como trazas de humedad en cual-  
15 quier sistema de aparatos no secado de modo suplementario, reacciona  
para formar productos de descomposición insolubles de color amarillo.  
Estas impurezas perturban sobre todo cuando el ácido fosfónico ya se  
deposita en forma cristalina en el matraz durante la reacción, y de-  
be ser disuelto entonces nuevamente para separar las impurezas. El -  
20 técnico en la materia sabe también que ya al pasarse a instalaciones  
semitécnicas, con frecuencia, además de los productos de descomposi-  
ción insolubles, se forma también fosfina monómera, que debido a su  
toxicidad y a su tendencia a la inflamación espontánea, hace neces-  
arias medidas de precaución especiales.

25 De acuerdo con la DT-OS 2.048.912 se hacen reaccionar di-

cloruros o dibromuros de amidas de ácidos carboxílicos con ácido fosforoso para formar ácidos amino-alcano-difosfónicos. Este procedimiento es complicado, dado que para la preparación de los dihalogenuros de amidas de ácidos carboxílicos hace necesaria todavía una etapa de procedimiento adicional.

Es objeto del presente invento un nuevo procedimiento para la preparación de ácido N,N-dimetilaminometano-difosfónico, que es sencillo y no posee las desventajas expuestas.

El procedimiento de acuerdo con el invento está caracterizado porque se hace reaccionar N,N-dimetilformamida con ácido fosforoso y oxicloloro de fósforo.

Ventajosamente se trabaja disponiendo previamente de N,N-dimetilformamida y ácido fosforoso, y añadiendo gota a gota  $\text{POCl}_3$ . Durante la adición gota a gota se calienta la solución de reacción y se desprende  $\text{HCl}$  gaseoso. No se necesita una refrigeración. Tan pronto como se ha terminado la adición gota a gota, la mezcla de reacción es diluida con agua. Desde la solución acuosa se separa directamente por cristalización ácido fosfónico de color puramente blanco, con un rendimiento superior a 80 %. A partir de las aguas madres, mediante concentración y eventual adición de un agente precipitante se puede aislar aún ácido fosfónico adicional. También es posible emplear las aguas madres directamente para impedir sedimentaciones petrificantes en solución acuosa, sin aislar primeramente el ácido fosfónico restante. Con oxicloloro de fósforo no se forman productos de descomposición insolubles, tal como ocurría en el caso de utilizarse tricloro-

ruro de fósforo.

Se ha manifestado como conveniente hacer reaccionar la N,N-dimetilformamida con ácido fosforoso y  $\text{POCl}_3$  en la proporción molar de 1,1,0 - 1,5: 0,3 - 0,5.

5 Además del mayor rendimiento en comparación con los procedimientos conocidos y del hecho de que la mayor parte del ácido fosfónico se separa por cristalización después de la reacción y no debe ser precipitada con un disolvente orgánico tal como acetona, tal como ocurría en los procedimientos conocidos, es ventajoso sobre todo el hecho de que la reacción discurre sin aportación de energía y que tampoco se necesita de ningún refrigerante de reflujo y por consiguiente tampoco se necesita agua de refrigeración, lo cual tiene como consecuencia más bajos costos de producción.

10

Ejemplo

15 146,2 g (2 moles) de N,N-dimetilformamida y 164 g (2 moles) de ácido fosforoso son dispuestos previamente con vigorosa agitación. Luego se añaden gota a gota en aproximadamente 10 minutos 115 g (0,75 moles) de oxicloriguro de fósforo ( $\text{POCl}_3$ ). Durante la adición gota a gota la temperatura aumenta linealmente a 120-130°C y se desprende continuamente HCl gaseoso. Después de la adición de  $\text{POCl}_3$  se vierte en 20 ello 200 ml de agua fría. En unos pocos minutos se separa el ácido fosfónico desde la solución, al comienzo transparente como el agua. La papilla cristalina enfriada es filtrada con succión y secada. Se obtienen 177,4 g de ácido N,N-dimetilamino-metanodifosfónico de color puramente blanco como producto cristalizado, es decir 81,0 % de 25

la teoría, referido al ácido fosforoso. Durante la reacción ni se enfria ni se calienta, y asimismo es superflua una refrigeración a reflujo.

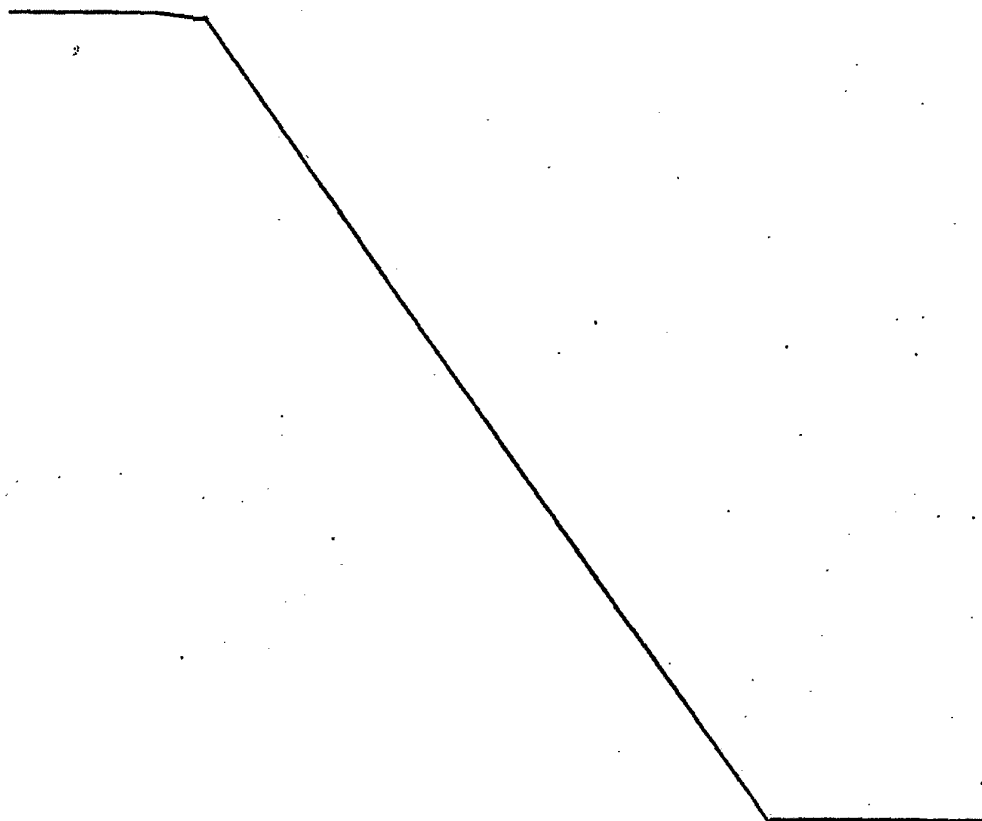
5 A partir de las aguas madres se pueden aislar mediante concentración y adición de alcohol o acetona adicionalmente alrededor de 15 g de ácido fosfónico.

Análisis

Calculado: N = 6,4 %; P = 28,3 %

Encontrado: N = 6,4 %; P = 28,9

10 En el espectro IR el ácido fosfónico se manifestó como idéntico al ácido N,N-dimetilaminometanodifosfónico preparado según la DT-OS 1.958.123.



REIVINDICACIONES

1a.- Procedimiento para la preparación de ácido N,N-dimetil-  
-amino-metanodifosfónico, caracterizado porque se hace reaccionar N,N-  
dimetilformamida con ácido fosforoso y oxiclورو de fósforo.

5            2a.- Procedimiento según la reivindicación 1a, caracteriza  
do porque se hace reaccionar N,N-dimetilformamida, ácido fosforoso y  
oxiclورو de fósforo en la proporción molar de 1:1,0 - 1,5 : 0,3 -  
0,5.

10           3a.- "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE ACIDO N,N-DIME-  
TILAMINO-METANODIFOSFONICO"

Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria -  
Descriptiva, que consta de cinco hojas escritas a máquina por una so  
la cara.

Madrid, 14 MAR 1978

CARLOS FERNANDEZ CADELAS  
D.P.

