

191544

191544



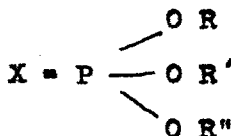
MEMORIA DESCRIPTIVA
QUE SE ACOMPAÑA A LA SOLICITUD DE REGISTRO DE
BREVETE DE INTRODUCCION
POR DIEZ AÑOS EN ESPAÑA, SU PROTECTORADO Y POSESIONES
a favor de:

"FABRICA ESPAÑOLA DE PRODUCTOS QUIMICOS Y FARMACEU-
TICOS S.A., de Bilbao,

por:

"PROCEDIMIENTO QUIMICO DE ORDEN INDUSTRIAL PARA LA
OBTENCION DE COMPUESTOS DE FOSFORO PENTAVALENTE".-

Se ha descubierto estos últimos años que
los compuestos químicos de fórmula general:



donde P representa un átomo de fósforo pentavalente,
donde X representa un elemento no metálico del grupo

- 2191544



6 del sistema periódico y donde R, R' y R'' representan radicales alquílicos y arílicos nitrados o no, pudiendo ser R y R' iguales o diferentes; presentan propiedades insecticidas notables, frente a varios insectos perjudiciales para la agricultura, principalmente los áfidos, siendo en cambio inocuos para la planta tratada.

Los compuestos citados anteriormente se obtienen por el siguiente procedimiento:

Por reacción en disolvente inerte apropiado, entre un halógeno-tiofosfato dialquílico y el para-nitrofenol, o cualquiera de sus sales alcalinas, o bien con el fenol o un fenato alcalino y nitración sub-siguiente del producto resultante.

También se obtienen por reacción entre un dihalógeno fosfinato de para-nitrofenilo y un alcoholato alcalino con adición posterior o simultánea de un átomo de azufre.

El procedimiento objeto de la presente Patente, fué estudiado en Alemania durante la última guerra mundial 1939-1945 y posteriormente dado a conocer por algunas publicaciones técnicas de los Estados Unidos de Norteamérica, donde se fabrican hoy dichos compuestos en gran escala. Esto no obstante, el procedimiento no ha sido divulgado en España, donde nunca ha sido puesto en práctica.

EJEMPLO 1.º.- Se vierte con agitación, una disolu-



- 3 -

40 ción de 169,5 grs. (1 mol) de tiocloruro de fósforo en 400 grs. de benceno, sobre otra disolución de 136 grs. (2 moles) de etilato sódico en 1.100 grs. de alcohol etílico, manteniendo la temperatura por debajo de 15°C. Después de varias horas se concentra al vacío y el producto resultante se vierte sobre agua, se decanta y se seca. El producto obtenido se disuelve en 550 grs. de clorobenceno, se calienta a 120-130° durante 20 horas
45 con 80,5 grs. (1/2 mol) de p-nitrofenato de sodio y el clorobenceno se separa finalmente por destilación en vacío. El producto que resulta pesa unos 140 grs. y está constituido por el p-nitro fenil-tiofosfato dietílico casi puro.

50 EJEMPLO 2º.- El producto resultante de la reacción entre el tiocloruro de fósforo y el etilato sódico, como en el ejemplo anterior, se disuelve en clorobenceno o en alcohol y se hace reaccionar a reflujo durante 20 horas con 58 grs.
55 (1/2 mol) de fenato sódico. Se evapora el disolvente en vacío y el residuo se vierte en pequeñas porciones sobre una mezcla de 30 grs. de ácido sulfúrico 66 Bé, y 34 grs. de ácido nítrico d = 1,5 procurando que la temperatura no rebase
60 los 40°C. Terminada la adición se agita un par de horas, se vierte sobre un exceso de agua y se separa por decantación el p-nitro fenil-tiofosfato

191544



- 4 -

dietílico en forma de una masa aceitosa, con un rendimiento del 80% de la teoría.

65

EJEMPLO 3º.- A una disolución de 161 grs. (1 mol) de p-nitro fenato sódico anhidro en un litro de benceno, se añade gota a gota y a temperatura de 5-10°C, 137,5 grs. (1 mol) de tetracloruro de fósforo recién destilado. Se deja subir la temperatura a 30°C, se agita 6 horas y se evapora el benceno en vacío. El producto que resulta se mezcla con 136 grs. (2 moles) de etilato sódico en disolución alcohólica al 10%, se calienta a reflujo durante 24 horas y finalmente se agregan 32 grs. (1 mol) de flor de azufre y 0,5 grs. de yodo, prolongando el reflujo durante otras 24 horas. Se evapora el disolvente en vacío, el residuo se lava con agua y se purifica por disolución en benceno.

70

75

80

Descrito suficientemente el objeto de la presente solicitud de Patente, así como los medios de llevarlo ventajosamente a la práctica y demostrado que su adopción en España supone, por su propia índole, enormes ventajas, tanto para la economía nacional como particular, se solicita registro de Patente de Introducción en España, su Protectorado y Posesiones, por diez años, con arreglo a la siguiente

85

191544
- 5 -



NOTA REIVINDICATORIA.

90

1a.- Procedimiento químico de orden industrial para la obtención de compuestos de fósforo pentavalente, caracterizado porque se hace reaccionar un halógeno-tiofosfato dialquílico y el para-nitrofenol, o cualquiera de sus sales alcalinas, o bien con el fenol o un fenato alcalino y nitración sub-siguiente del producto resultante.

95

2a.- Procedimiento químico de orden industrial para la obtención de compuestos de fósforo pentavalente caracterizado, porque se hace reaccionar un dihalógeno fosfinato de para-nitrofenilo y un alcoholato alcalino con adición posterior o simultánea de un átomo de azufre.

100

3a.- La presente Patente debe recaer sobre:

105

"PROCEDIMIENTO QUIMICO DE ORDEN INDUSTRIAL PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS DE FOSFORO PENTAVALENTE".-

Sean cuales fueren las circunstancias que concurren con la esencialidad de la Patente definida en las anteriores reivindicaciones.

110

Madrid 6 Febrero 1950.

El Ingeniero-Agente.

Francisco Helguera