

PATENTE DE INVENCION

11



Le.A 2519-Sp.

221726

221726

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Procedimiento para la obtención de β, β -dicloro-
"vinilodimetilo-fosfato".

SOLICITANTE: FARBENFABRIKEN BAYER, Aktiengesellschaft, entidad
alemana, domiciliada en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

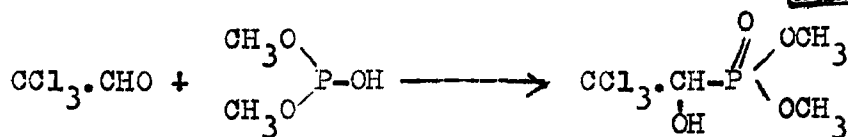
Es conocido que se pueden formar ésteres dialquilo- β, β -diclorovinílicos del ácido fosfórico, si se deja reaccionar el cloral con trialquilo-fosfitos.

- Sorprendió mucho el averiguar que el β, β' -dicloro-
5. vinilo-dimetilo-fosfato hasta ahora no descrito, se puede obtener también, de modo completamente nuevo, del producto de condensación obtenido del cloral y el dimetilo-fosfito. Si se condensa el cloral con el dimetilo-fosfito, se obtiene el éster dimetílico del ácido β, β', β' -tricloro-
10. α -oxi-etilo-fosfónico:

221726



- 2 -



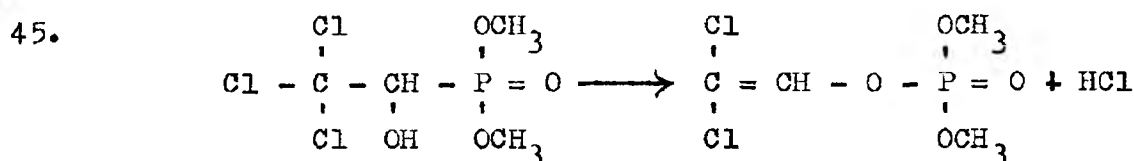
- Bajo la influencia de álcalis, carbonatos alcalinos, amoniaco o bases orgánicas adecuadas, el éster dimetílico del ácido tri-cloro-etilo- α -oxi-fosfónico se convierte en el éster del ácido β, β' -dicloro-vinilo-dimetilo-fosfórico, formándose a la vez una molécula-gramo de ácido clorhídrico. No se podía sospechar esta transformación, pues, según la literatura conocida (W.L.Abramow, L.P. Ssemenowa y L.G. Ssemenowa, Ber. d.Akad.d.Wissenschaften de las SSSR tomo 84, Nº 2, 281-284, C.1952, 6357-6358), se conoce, únicamente, que es posible saponificar los ésteres del ácido β -oxi-alquilo-fosfónico, mediante álcalis para obtener la cetona o el aldehído, así como el di-alquilo-fosfito correspondientes.

- El β, β' -dicloro-vinilo-dimetilo-fosfato posee buenas propiedades insecticidas. Se matan los pulgones y otros insectos en una concentración de un 0,01%. Es posible demostrar el efecto sistemático de estos compuestos de forma muy evidente.

- Sorprende, pues, que la transformación del éster dimetílico del ácido β, β, β -tricloro- α -oxi-etilo-fosfónico en el β, β -dicloro-vinilo-éster correspondiente del ácido dimetilo-fosfórico se limite solo a este miembro inicial de una serie homóloga. Incluso, el éster etílico correspondiente del ácido β, β, β -tricloro- α -oxi-etilo-fosfórico muestra esta transformación en un grado muy reducido. Tratándose de homólogos más elevados, ya no se puede efectuar esta transformación.



La transformación anteriormente descrita del éster dimetílico del ácido β, β, β -tricloro- α -oxi-etilofosfórico se verifica según el siguiente esquema de fórmula:



De los ejemplos subsiguientes revela que el β, β -dicloro-vinilo-dimetilo-fosfato es fácilmente asequible.

50.

EJEMPLO 1º.

129 g. (0,5 molécula-gramo) de β, β, β -tricloro- α -oxi-etilo-dimetilo-fosfonato se disuelven en 1,3 l. de agua y se mezclan con 40 cm³ de amoniaco concentrado.

55.

Después de calentar, durante media hora a 50-60 grados, la solución tiene reacción neutra, frente al tornasol.

El aceite precipitado se mezcla con tetracloruro de carbono, se lava con un poco de agua, se deshidrata mediante sulfato de sodio y se obtiene, finalmente,

60.

por medio de la destilación, 53 g. de β, β -dicloro-vinilo-dimetilo-fosfato, que tiene el K_p . = 1/69-71 grados.

Rendimiento: 48% del valor teórico.

EJEMPLO 2º.

129 g. (0,5 molécula-gramo) de β, β, β -tricloro- α -oxi-etilo-dimetilo-fosfonato se disuelven en 250 cm.

65.

de metanol. A esta solución se añade, a gotas, una solución de metilato sódico preparado de 11,5 g. de sodio, calentándola hasta por debajo de 30 grados.

Después de efectuarse la reacción, la solución se separa

70.

del cloruro sódico, mediante filtración por succión,



destilando, luego, el disolvente al vacío. Los residuos se disuelven en benzol y se lavan con agua, hasta que ésta esté libre de iones de cloro. Después de un corto instante de secado sobre sulfato sódico, se obtiene, después de fraccionar el producto, 54 g. de β, β -dicloro-vinilo-dimetilo-fosfato, que tiene el $K_p = 3/86-87$ grados. Rendimiento : 49% del valor teórico.

75.

EJEMPLO 3º.

129 g. (0,5 molécula-gramo) de β, β, β -tricloro- α -oxi-etilo-dimetilo-fosfonato se suspenden en 250 ccm. de agua y se disuelven en ella. A la temperatura de 25-30 grados, se le añaden, a gotas, 53 g. de tri-etilo-amina. Después de agitar, durante media hora, el aceite se disuelve en tetracloruro de carbono. Al fraccionar se obtienen 56 g. del β, β -dicloro-vinilo-dimetilo-fosfato. Rendimiento: 51% del valor teórico.

80.

85.

EJEMPLO 4º.

129 g. (0,5 molécula gramo) de β, β, β -tricloro- α -oxi-etilo-dimetilo-fosfonato se disuelven en 500 ccm. de agua y se calientan a 30-70 grados. Agitando la solución, se le añaden, a gotas, 20 g. de sosa cáustica disuelta en 30 ccm. de agua. Bajo reacción exotérmica, se obtiene un aceite incoloro (la temperatura sube, durante la reacción, a 90 grados, aproximadamente). Después de la elaboración acostumbrada, se obtienen 64 g. del β, β -dicloro-vinilo-dimetilo-fosfato con el $K_p = 2/80-82$ grados. Rendimiento: 58% del valor teórico.

90.

95.

EJEMPLO 5º.

129 g. (0,5 molécula-gramo) de β, β, β -tricloro- α -oxi-ftilo-dimetilo-fosfonato se disuelven en 500

100.



105. ccm. de agua. Refrigerando la solución, se le añade, a gotas, de forma análoga a la del Ejemplo 4º, solución de sosa cáustica, de forma que se mantenga la temperatura a 5-10 grados. Después de la elaboración ulterior, se obtienen 61 g. de β, β -dicloro-vinilo-dimetilo-fosfato con el Kp = 2/80-82 grados. Rendimiento: 56 % del valor teórico.

EJEMPLO 6º:

110. 129 g. (0,5 molécula-gramo) de β, β, β -tricloro- α -oxi-etilo-dimetilo-fosfonato se disuelven en 500 ccm. de agua, a la temperatura de 70-75 grados. A esta temperatura, se le añade una solución de 30 g. de carbonato sódico disuelto en 200 g. de agua. Durante media hora, se sigue agitando, a esta misma temperatura, hasta que

115. la solución tenga reacción neutra, frente al tornasol. El aceite se disuelve en tetra-cloruro de carbono, se lava, se seca de la forma indicada y se obtienen 58 g. del β, β -dicloro-vinilo-dimetilo-fosfato con el Kp = 1/69-71 grados centígrados. Rendimiento : 53% del valor teórico.

120.

N O T A

Después que se ha descrito detalladamente 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.

125. Tambien se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 25 de mayo de 1954, nº F 14 812 IVd/12 o, acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la

130.



esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España: "Procedimiento para la obtención de β, β -dicloro-vinilodimetilo-fosfato"; caracterizándose por lo siguiente:

135.

1º.- Procedimiento para la obtención de β, β -dicloro-vinilo-dimetilo-fosfato, caracterizado porque se deja reaccionar con agentes alcalinos, el éster dimetílico del ácido β, β, β -tricloro- α -oxi-etilo-fosfónico.

140.

2º.- Procedimiento para la obtención de β, β -dicloro-vinilodimetilo-fosfato; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 11 de mayo de 1955.

FARBENFABRIKEN BAYER Aktiengesellschaft.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODET
P.P.