



253964

253964

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

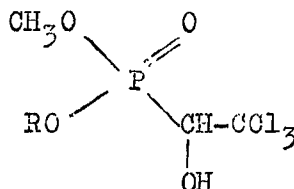
a favor de:

C. H. BOEHRINGER SOHN, de nacionalidad alemana, residente en Ingelheim Am Rhein (ALEMANIA), por: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE NUEVOS ( $\alpha$ -OXI- $\beta$ -TRICLORETEL)-FOSFONATOS".

- - - - -

Memoria descriptiva

La presente invención concierne un procedimiento para la obtención de nuevos ( $\alpha$ -oxi- $\beta$ -tricloretil)-fosfonatos de la fórmula general



10 donde R representa un resto alquilo en cadena recta o ramificada con 2-4 átomos de C. Los nuevos compuestos constituyen valiosos insecticidas y precisamente son particularmente adecuados para combatir la mosca doméstica (*Musca domestica*).

Por la patente estadounidense 2.485.573 se conocen ya ( $\alpha$ -

253964

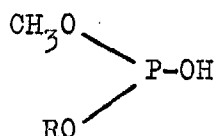


oxi-  $\alpha$ -tricloretil)-fosfonatos, eficaces como insecticidas, de la fórmula



Ahora bien, ha podido hacerse la sorprendente comprobación de que aumenta notablemente la eficacia de estos compuestos si los dos restos alquilo "R" son distintos entre ellos. Hasta ahora no se conocen por la literatura fosfonatos de este tipo.

20 La obtención de los nuevos compuestos se verifica de sencilla manera por transformación, mediante cloral, de los correspondientes fosfitos dialquílicos de la fórmula



en la cual R tiene el significado anteriormente indicado, convenientemente en un disolvente inerte y preferiblemente en benzol. La reacción puede ser realizada a temperatura ambiente, habiendo sin embargo resultado ventajosa una temperatura algo más elevada, por ejemplo de 30 - 50°. Los fosfonatos obtenidos son aceites incoloros y no destilables, y el rendimiento es prácticamente cuantitativo. Los fosfitos dialquílicos asimétricos que sirven como materias iniciales pueden ser obtenidos, de la manera más cómoda, por el procedimiento de la Patente alemana (Solicitud de Patente B 50 098 IVb/12 o.

35

Para demostrar la considerable superioridad de los nuevos compuestos sobre los fosfonatos O,O-dialquílicos simétricos hasta aquí conocidos, se comprobó su eficacia contra la mosca doméstica. Las substancias fueron hechas caer en gotas, en solución acetónica al 0,02%, sobre papel de filtro y se pusieron las moscas sobre el papel. Como valor comparativo se tomó el LT<sub>95</sub>, es decir el tiempo en el cual murió el 95% de las moscas.

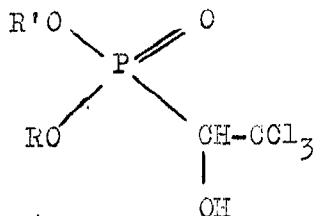
40

153964



Tabla I  
=====

45



50

Compuesto	LT <sub>95</sub>	Compuesto	LT <sub>95</sub>
R=R' = metilo	143 min.	R = etilo      R'=metilo	114 min.
R=R' = isopropilo	300 min.	R = isopropilo   R'=metilo	170 min.
R=R' = n-butilo	300 min.	R = n-butilo      R'=metilo	137 min.

De la Tabla anterior se desprende claramente el efecto considerablemente más rápido de los compuestos según la invención.

55

Además, los dos compuestos más eficaces de ambas series, y precisamente el O-metil-O-etil-( $\alpha$ -oxi- $\beta$ -tricloretil)-fosfonato y el O,O-dimetil-( $\alpha$ -oxi- $\beta$ -tricloretil)-fosfonato, fueron rociados sobre azúcar y este preparado fue utilizado en cilindro para combatir la mosca doméstica. El LT<sub>95</sub> fue comprobado inmediatamente después del rociado de la solución y a distintos intervalos, reuniéndose los resultados en la siguiente

60

Tabla II:

Tabla II  
=====

65

	inmediatamente	después de 11	LT <sub>95</sub>		
			24	34	42 días
O-metil-O-etil-( $\alpha$ -oxi- $\beta$ -tricloretil)-fosfonato	90	71	116	190	340 min.
O,O-dimetil-( $\alpha$ -oxi- $\beta$ -tricloretil)-fosfonato	315	330	320	330	496 min.

Es decir, se comprobó que un preparado con azúcar del com-

233964



70 puesto O-metil-O-etílico surte un efecto mortal más rápido y que dura más tiempo que el compuesto O,O-dimetílico, y que tiene un buen efecto de atracción.

Los ejemplos siguientes sirven para una más detallada explicación de la invención.

Ejemplo 1

75 Se disuelven en 150 partes de benzol 62 partes de fosfito metiletílico, luego, removiendo, se añaden a gotas, removiendo, 75 partes de cloral a 30 - 35%. Se mantiene ahora la mezcla de reacción durante otras 3 horas, removiendo, a 45 - 50%; después de separar el benzol por destilación, queda el O-metil-O-etil-  
80 ( $\alpha$ -oxi- $\beta$ -tricloretil)-fosfonato en forma de aceite incoloro no destilable. Rendimiento: 95%; contenido de cloro calculado: 39,2%, comprobado: 39,9%.

Ejemplo 2

85 Según el Ejemplo 1, se hacen reaccionar 69 partes de fosfito metilisopropílico y 75 partes de cloral en 150 partes de benzol. Se obtiene, con un rendimiento del 93%, el O-metil-O-isopropil-( $\alpha$ -oxi- $\beta$ -tricloretil)-fosfonato en forma de aceite incoloro no destilable. Contenido de cloro calculado: 37,4%; comprobado: 37,2%.

90 Ejemplo 3

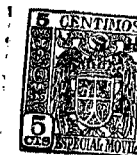
Según el Ejemplo 1, se hacen reaccionar 76 partes de fosfito metil-n-butílico y 75 partes de cloral en 150 partes de benzol. Se obtiene, con un rendimiento del 97%, el O-metil-O-n-butil-( $\alpha$ -oxi- $\beta$ -tricloretil)-fosfonato en forma de aceite in-  
95 coloro y no destilable.

Contenido de cloro calculado: 35,6%; comprobado: 35,3%.

Ejemplo 4

Fosfonato de O-metil-O-etil-( $\alpha$ -oxi- $\beta$ -tricloreetano).

253964



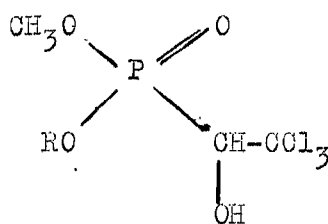
100 A la solución de 186 partes de fosfito metil-etílico en to-  
luol se añaden a gotas 230 partes de cloral, removiendo, a 30 -  
35%. Después de la adición del cloral, se mantiene la mezcla de  
reacción durante 3 horas, removiendo, a 45 - 50%. Después de  
separar el toluol por destilación, queda el O-metil-O-etil( $\alpha$  -  
105 oxi- $\beta$  -tricloretil)-fosfonato en forma de aceite incoloro no  
destilable.

Rendimiento 396 g (97,5% de la teoría). Contenido de cloro  
calculado 39,2%, comprobado 39,0%.

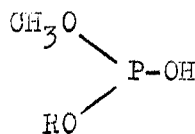
110 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alema-  
nia el 9 de Diciembre de 1958, bajo el número B 51 382 IVb/12 o,  
se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto  
sobre Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de  
la Unión.

REIVINDICACIONES  
=====

115 1). Procedimiento para la obtención de nuevos ( $\alpha$  -oxi- $\beta$  -  
tricloretil)-fosfonatos de la fórmula



120 donde R representa un resto alquilo en cadena recta o ramifica-  
da con 2-4 átomos de C, caracterizado por hacerse reaccionar  
con cloral fosfito dialquílicos asimétricos de la fórmula



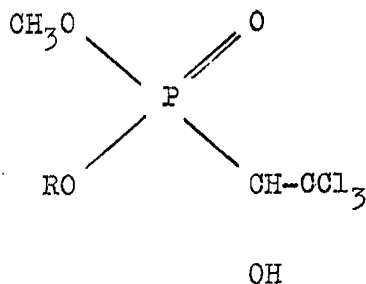
125 en la cual R tiene el significado anteriormente mencionado.



253964  
2). Procedimiento según la reivindicación 1) caracterizado por realizarse la reacción en un disolvente inerte, y preferiblemente en benzol.

130 3). Procedimiento según las reivindicaciones 1) y 2), caracterizado por realizarse la reacción a una temperatura comprendida entre 20 y 50°.

135 4). Procedimiento para la obtención de nuevos ( $\alpha$ -oxi- $\beta$ -tricloretíl)-fosfonatos, caracterizado por contener como materia activa un éster de ácido fosfónico de la fórmula general



140 donde R representa un resto alquilo de cadena recta o ramificada con 2-4 átomos de C.

5). PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE NUEVOS ( $\alpha$ -OXI- $\beta$ -TRICLORETEL)-FOSFONATOS.

145 Esta Memoria consta de seis hojas foliadas y mecanografiadas por un solo lado de sus caras.

Madrid, a 5 de Diciembre de 1959

