

PATENTE DE INVENCION

Le A-7569-Span

289486
289 486



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de ésteres del ácido fosfórico, fosfónico, tionofosfórico y tionofosfónico".

Solicitante:

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

Por la patente alemana 910 652 ya se conocen, entre otros, los ésteres del ácido fosfórico y tiofosfórico de la 2-isopropil-4-metil-6-hidroxipirimidina. Según las indicaciones de la patente mencionada, estos compuestos poseen una eficacia insecticida

5.



280480

- procedimiento según la presente invención en presencia de un disolvente orgánico inerte. Para esta finalidad se han acreditado especialmente las cetonas alifáticas bajas y los nitrilos, tales como por ejemplo acetona,
5. cetona metiletílica, metilisopropílica y metilisobutílica, así como el nitrilo acético y propiónico. Finalmente es conveniente, para lograr buenos rendimientos y obtener productos puros, efectuar la reacción a temperatura ligera hasta moderadamente elevada (30 hasta
10. 90°C, preferentemente 50 hasta 70°C) y además continuar agitando la mezcla de reacción después de reunir los componentes de partida, durante cierto tiempo, al mismo tiempo que se calienta.

- La 2-fluorometil-4-metil-6-hidroxipirimidina
15. necesitada como material de partida para el procedimiento según la presente invención, hasta ahora no descrita en la literatura, se puede obtener fácilmente en forma pura según métodos conocidos por condensación de fluoroacetoamidinas con éster etílico del ácido acetoacético. El compuesto es una sustancia sólida cristalina de punto de fusión 169°C.
- 20.

- Los ésteres del ácido fosfórico, fosfónico o tionofosfórico y tionofosfónico representan en la
- mayoría de los casos aceites incoloros hasta ligeramente
25. teñidos de amarillo que se pueden destilar bajo presión fuertemente reducida, en parte sin descomposición.

- Los productos del presente procedimiento se caracterizan por una destacada eficacia insecticida,
30. tanto de contacto como sistémica. Además poseen par-

28 JUN



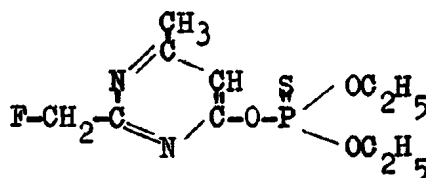
289486

cialmente un efecto fuertemente antelmíntico. Debido a estas propiedades técnicamente de extraordinaria ventaja se emplean los compuestos de la presente invención como medio para combatir los animales dañinos, tanto para la protección de las plantas como también en el sector médico-veterinario.

5.

Los siguientes ejemplos dan un resumen sobre el procedimiento reivindicador

Ejemplo 1



10.

57 g (0,4 mol.) de 2-fluorometil-4-metil-6-hidroxipirimidina se suspenden junto con 56 g de carbonato potásico seco y cribado en 150 cm³ de cetona metilética.

A esta suspensión, se gotean agitando, a 40°C 76 g (0,4 mol) de cloruro del ácido O,O-diethyl-tionofosfórico, calentándose la mezcla de reacción a unos 60°C.

15.

A continuación se calienta la mezcla durante unas 3 horas, agitando, a 60 hasta 70°C, se vierte entonces en 100 cm³ de agua de hielo y finalmente se agita con 300 cm³ de benzol. Se separa la solución benzólica, se la lava con agua y se seca sobre sulfato sódico.

20.

En la destilación fraccionada se obtienen, después de evaporar el disolvente, 78 g (66,5% de la teoría) del compuesto de la estructura de arriba en forma de un aceite incoloro, insoluble en agua, del P.E. 0,01 95°C.

25.

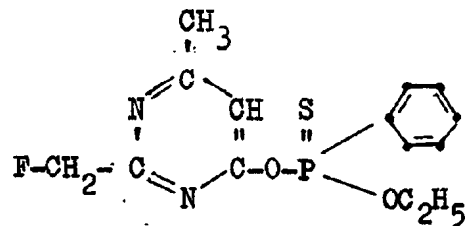
289486



potásico seco y cribado en 150 cm³ de acetnitrilo y a esta suspensión se agregan a 50°C, agitando, 63 g (0,4 mol) de cloruro del éster O-etílico del ácido metilotionofosfórico. La temperatura de la mezcla de reacción

- 5. sube aquí a unos 70°C. A continuación se calienta la mezcla durante unas 3 hasta 4 horas a la temperatura indicada y entonces se elabora como descrito en el ejemplo 1. Se obtienen 65 g (61,4 % de la teoría) del compuesto de la fórmula de arriba del P. E._{0,01} 95°C.
- 10. La toxicidad media (DL₅₀) del compuesto es en la rata, per os, de aproximadamente 38 mg por kg de animal.

Ejemplo 4



Una suspensión de 57 g (0,4 mol) de 2-fluorometil-4-metil-6-hidroxipirimidina y 56 g de carbonato potasico secado, cribado en 150 cm³ de cetona metile-
 15. tólica se mezcla a 50 hasta 60° C, gota a gota, agitan- do, con 88 g (0,4 mol) de cloruro del éster O-etílico del ácido fenilo-tionofosfónico.

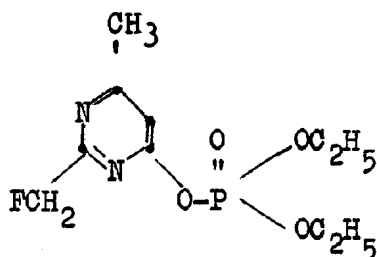
- 20. A continuación se calienta la mezcla de reac- ción 12 horas a 60°C y se elabora entonces como se ha descrito en los ejemplos anteriores. Se obtienen 85 g (65 % de la teoría) del producto de la fórmula arriba mencionada comoaceite amarillo del P.E._{0,01} 130°C. La toxicidad media (DL₅₀) del compuesto asciende en la
- 25. rata, per os, a 50 mg por kg de animal.

289486



5. del ácido 0,0-di-(β -cloroetil)-tionofosfórico. A continuación se hierve la mezcla de reacción durante 24 horas al reflujo, se vierte entonces en poca agua y se extrae con benzol. Después de destilar el disolvente de la capa orgánica separada se obtiene el producto de la constitución de arriba en forma de un aceite marrón amarillo. El rendimiento asciende a 106 g (73,5 % de la teoría). En la rata, per os, muestra el compuesto una toxicidad media de 500 mg por kg de animal.
- 10.

Ejemplo 7



15. 42 g (0,3 mol.) de 2-fluorometil-4-metil-6-hidroxi pirimidina se suspenden junto con 42 g (0,3 mol) de carbonato potásico secado y cribado en 150 cm³ de cetona metilética. Se gotean entonces a 40-50° 51 g (0,3 mol.) de cloruro del ácido 0,0-dietilfosfórico. La mezcla de reacción se calienta entonces a unos 60°C. Se mantiene durante 3 horas a 65-70°. A continuación se vierte la mezcla de reacción en agua y se extrae con 300 cm³ de benzol. La solución benzólica se seca sobre sulfato sódico. El disolvente se extrae en vacío. Al fraccionar se obtienen 20 g del nuevo éster del P.E. 0,01 mm/110-115° como aceite ligeramente amarillo, insoluble en agua. Rendimiento 24% de la teoría. DL₅₀ en la rata por os, 75, mg/kg.
- 20.
- 25.

