

3 02 827

PATENTE DE INVENCION

Ref: Le A 8256-Sp.



## Memoria Descriptiva

sobre:

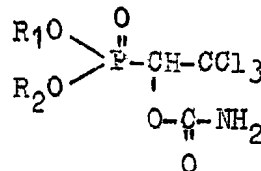
"Procedimiento para la obtención de uretanos fosforilizados".

=====

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

=====

La invención se refiere a un procedimiento para la obtención de uretanos fosforilizados de la estructura general

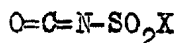


302827,5

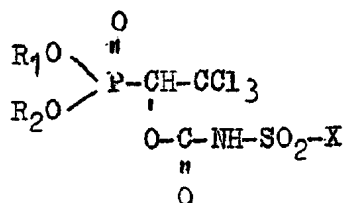


En la fórmula mencionada están R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> por restos de alquilo bajo, preferentemente con 1 hasta 4 átomos de carbono.

5. Se ha descubierto que los ésteres O,O-dialquílicos del ácido 1-hidroxí-2,2,2-tricloroetilofosfónico se pueden reaccionar, en una reacción de transcurso liso y unitario, con los sulfohalogenuros isocianáticos de la fórmula

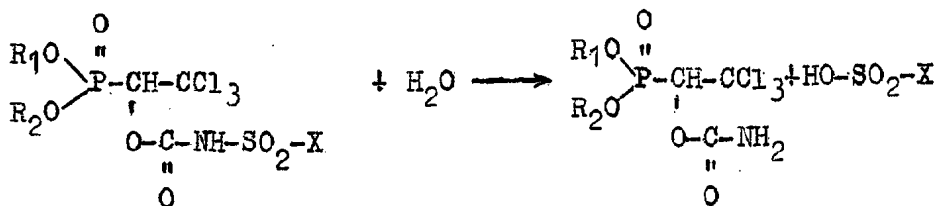
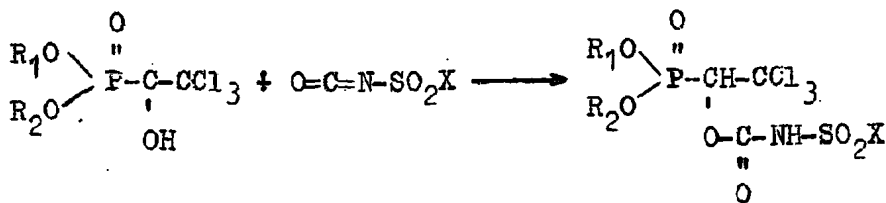


10 y a continuación saponificar los productos intermedios formados de la constitución general



con lo que se obtienen los uretanos fosforilizados de la composición arriba indicada.

15. El procedimiento según la presente invención se explica con más detalle a base del siguiente esquema de fórmulas:



302827



En estas últimas fórmulas tienen los símbolos  $R_1$  y  $R_2$  el significado indicado más arriba, mientras que X está por un átomo de halógeno, preferentemente un átomo de cloro o de fluoro.

5. El curso liso de por lo menos la primera etapa del procedimiento según la presente invención era totalmente sorprendente, y por las razones siguientes no se podía prever en forma alguna: Por una parte, los adosamientos de los sulfohalogenuros isocianáticos al éster O,O-dialquílico del ácido 1-hidroxi-2,2,2-tricloroetilofosfónico no se habían descrito hasta ahora en la literatura, por otra parte, era de esperar que en una reacción así, bajo la influencia del sulfohalogenuro, se presentase una disociación halogenohidrogénica intramolecular en la que se forman los correspondientes ésteres del ácido O,O-dialquilo-O-diclorovinilfosfórico.
- 10.
- 15.

- La reacción del éster O,O-dialquílico del ácido 1-hidroxi-2,2,2-tricloroetilofosfónico se efectúa preferentemente en presencia de disolventes orgánicos inertes. Para esta finalidad se han acreditado ante todo los hidrocarburos alifáticos o aromáticos, en caso dado clorizados, tales como cloruro metilénico, cloroformo, tetraclorocarbono, benzol, tolueno, xilol. La reacción transcurre ya a temperaturas bajas (-5 hasta + 10°C, preferentemente 0 hasta + 5°C) lisamente y con velocidad suficiente. Según las condiciones de la reacción se destila bajo presión reducida a temperatura ambiente o temperatura ligeramente aumentada y el residuo se saponifica, preferentemente bajo calor. Como agente de efecto saponificar entra especialmente el agua en consideración.
- 20.
- 25.
- 30.

302827



El ácido mineral que se forma se recoge convenientemente mediante adición de medios ligadores de ácido benignos, por ej. bicarbonato sódico, para excluir de esta manera la posibilidad de una saponificación estérica.

5.

Para completar la reacción ha demostrado ser además conveniente calentar ulteriormente la mezcla durante algún tiempo (30 minutos hasta 2 horas) bajo agitación en el baño María.

10.

Los uretanos fosforilizados que se obtienen según la presente invención se precipitan en la mayoría de los casos en forma de sustancias cristalinas con un punto de fusión exacto, que, mediante recristalización en los disolventes usuales o mezclas de disolventes, se pueden seguir limpiando con facilidad.

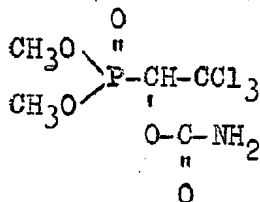
15.

Los productos del presente procedimiento se caracterizan por excelentes propiedades pesticidas, especialmente insecticidas y por lo tanto se han de emplear como medios para combatir los insectos dañinos, especialmente en la protección de las plantas.

20.

Los ejemplos siguientes dan un resumen sobre el procedimiento reivindicado:

EJEMPLO 1



Se disuelven 256 g de éster O,O-dimetílico del

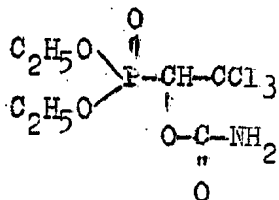


302827

5. ácido 1-hidroxi-2,2,2-tricloroetilofosfónico en 1 litro de cloroformo y esta mezcla se mezcla gota a gota, enfriando ligeramente con hielo, con 141 g de sulfocloruro isocianático. Después de agitar la mezcla durante una hora a temperatura ambiente se destila el cloroformo y el residuo se calienta con 1,5 litros de agua durante media hora al baño María. A continuación se deja enfriar la mezcla de reacción y se aspira la precipitación obtenida. El compuesto, de la estructura de arriba

10. funde, después de recristalizar de metanol acuoso, a 131°C. El rendimiento asciende a 210 g (70 % de la teoría).

EJEMPLO 2

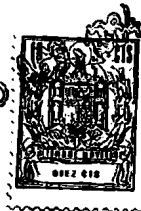


15. 284 g de éster O,O-dietílico del ácido 1-hidroxi-2,2,2-tricloroetilofosfónico se reaccionan como descrito en el ejemplo 1, con 141 g de sulfocloruro isocianático. La mezcla de reacción enfriada se trata, después de retirar el cloroformo, con 1,5 litros de agua caliente, neutralizándose la solución mediante adición de cantidades correspondientes de hidrogenocarbonato sódico.

20. Después de enfriar la mezcla se obtienen 240 g del compuesto de la estructura de arriba en forma de cristales incoloros del punto de fusión 138°C.



3.2827



mulas anteriores  $R_1$  y  $R_2$  restos alquílicos bajos, preferentemente con 1 hasta 4 átomos de carbono mientras que X está por un átomo de halógeno, preferentemente cloro o fluoro.

5. 2<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción con los sulfohalogenuros isocianáticos se efectúa en presencia de un disolvente o diluyente orgánico inerte preferentemente cloroformo, tetraclorocarbono o tolueno.

10. 3<sup>a</sup>.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado, porque la saponificación de los productos intermedios se efectúa con ayuda de agua a temperatura ligera- hasta moderadamente elevada en presencia o ausencia de un medio ligador de ácido.

15. 4<sup>a</sup>.- Procedimiento para la obtención de uretanos fosforilizados, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria, consta de 7 hojas escritas a máquina por una sola cara.

20.

Madrid = 5 AGO 1934

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MODE  
S. S.