



PATENTE DE INVENCION.

Le A 8702-Sp.

311085

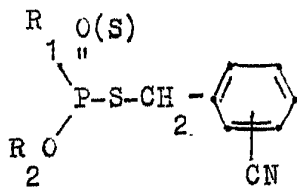
Memoria Descriptiva
sobre

"Procedimiento para la obtención de ésteres del
ácido tiol- y ticionotiofosfónico"

Solicitante: FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad
alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Ale-
mania.

Ya se conoce un procedimiento para la
obtención de ésteres del ácido tiol- y ticionotio-
fosfónico que se caracteriza porque los ácidos -
tiol- y ticionotiofosfónicos de fórmula gene -
5. ral (I).

311085 27-10-1955



5. (III)

10. En esta última fórmula tienen los símbolos R y R el significado indicado más arriba; el grupo ciano se encuentra bien en la posición 2 ó 3 del resto bencílico.

15. La reacción según la presente invención se efectúa preferentemente en presencia de disolventes inertes orgánicos. Para esta finalidad se han acreditado ante todo los hidrocarburos aromáticos, por ejemplo benceno, tolueno, xilol así como ante todo las cetonas de bajo punto de ebullición o los nitrilos, por ejemplo acetona, cetona metiletílica, metiliosopropílica o metilisobutílica y el aceto- o propionitrilo, así como también la formamida dimetílica.

20. Asimismo ha demostrado ser conveniente realizar el procedimiento según la presente invención a temperaturas entre 20 y 150°C, preferentemente 60 hasta 80°C. y además seguir agitando la mezcla de reacción, después de reunir los componentes de partida, aún durante 2 hasta 5 horas, en caso dado continuando el calentamiento.

30. Los ésteres del ácido tici- y ticonotiolfosfónico, que se obtienen según el presente procedimiento, se presentan en la mayoría de los casos como



311085

aceites incoloros hasta ligeramente teñidos de amarillo que, tampoco bajo presión fuertemente reducida, se pueden destilar sin descomposición, pero que mediante una así llamada predestilación, es decir, un calentamiento de larga duración en vacío a temperaturas ligera hasta moderadamente aumentada, se pueden liberar de los últimos componentes volátiles y ser limpiados de esta manera.

Los compuestos que se obtienen según el presente procedimiento tienen una excelente eficacia pesticida, especialmente insecticida y acaricida; son en su efecto contra los distintos insectos dañinos superiores a los distintos compuestos conocidos por la patente USA 2.992.158 para la misma finalidad. Esta superioridad técnica se desprende de los ensayos comparativos resumidos en la tabla a continuación:

311085



Ensayos comparativos.

Eficacia insecticida al emplearse contra:

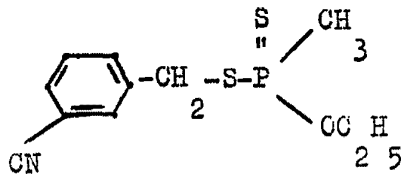
Nº	Compuesto (Constitución)	Eficacia insecticida al emplearse contra:					
		<u>Garrapatas</u>		<u>Orugas</u>		<u>Acaros de araña</u>	
		Concentra- ción de - material activo en %	Muertes en %	Conc.mat activo en %	Muertes en %	Concen- activo en %	Muertes en %
1		0,05	30	0,01	100	0,1	100
		0,0025	0	0,004	0	0,01	0
		0,001	0				
	(conocido de la paten- te USA 2.992.158)						
2		0,05	15	0,01	70	0,001	100
		0,0025	0	0,004	0	0,0008	0
	(conocido de la paten- te USA 2.992.158)						
3		0,1	75	0,1	0	0,1	90
		0,01	0			0,01	0
	(conocido de la paten- te USA 2.992.158)						
4		0,025	20	0,1	0	0,01	100
		0,01	0			0,001	0
	(conocido de la paten- te USA 2.992.158)						
5		0,05	100				
		0,0025	65	0,004	80	0,0008	100
	(según el presente proce- dimiento ejemplo 1)	0,0025	100			0,001	100
6		0,001	50	0,004	100	0,0001	90
	(según el presente proce- dimiento ejemplo 2)						



Los ejemplos siguientes dan un resumen sobre el procedimiento reivindicado:

Ejemplo 1.

5.



10.

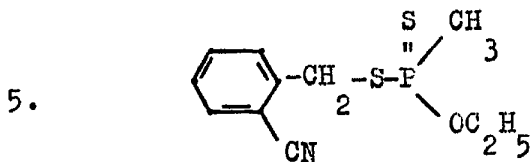
Se agitan 38 g (0,25 mol) de cloruro 3-cianobencílico y 49 g de potasio ácido metil-O-etil-tionotiofosfónico en 200 cm³. de acetonitrilo durante 3 horas a 70°C. A continuación se mezcla la mezcla de reacción con 400 ml. de benceno, se enfría, se lava varias veces con agua, se seca sobre sulfato sódico y bajo presión fuertemente reducida se evapora finalmente a una temperatura del baño de 70°C. y 0,01 Torr. El rendimiento asciende a 62 g (91 % de la teoría) de éster O-etil-S-(3-cianobencílico) del ácido metil-tionotiofosfónico.

Análisis:

25. Calculado para un peso molecular de 271,3: N 5,16 %; P 11,41 %;
 Encontrado N 5,54 %; P 10,74 %

Ejemplo 2.

311085



38 g (0,25 mol) de cloruro 2-cianobencílico y 48,5 g de potasio ácido metil-O-etil-tionotiofosfónico se agitan en 200 cm³. de acetonitrilo durante 3 horas a 70°. A continuación se vierte la mezcla de reacción después de enfriar en 300 ml. de benceno, la solución bencénica se lava varias veces con agua, se seca sobre sulfato sódico, finalmente se evapora el benceno bajo presión reducida y, al final, a 70°C. y 0,01 Torr y se obtienen 61 g (90 % de la teoría) de éster O-etil-S-(2-cianobencílico) del ácido metil-tionotiofosfónico.

20. Análisis

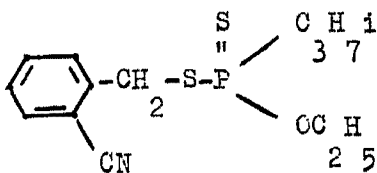
Calculado para un peso molecular de

271,3: N 5,14 %; P 11,42 %

Encontrado: N 5,67 %; P 10,13 %

Ejemplo 3.

25.



30.



76 g (0,5 mol) de cloruro 2-cianobencílico se reaccionan como descrito en el ejemplo 1. - con 104 g. (0,5 mol) de potasio ácido etil-O-etiltionotiofosfónico. Se obtienen 127 g. (90 % de la teoría) de éster O-etil-S-(2-cianobencílico) del ácido etil-tionotiofosfónico.

Análisis:

Calculado para un peso molecular

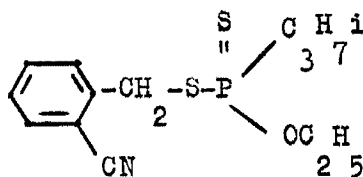
de 285,4; P 10,85 %; S 22,47%

10. Encontrado:

P 10,70 %; S 21,67%

Ejemplo 4.

15.



20.

En forma análoga a como descrito en el ejemplo 1. se obtienen de 38 g. de cloruro 2-cianobencílico y 56 g. de potasio ácido isopropil-O-etiltionotiofosfónico 52 g (70 % de la teoría) de éster O-etil-S-(2-cianobencílico) del ácido isopropiltionotiofosfónico.

25.

Análisis

Calculado para un peso molecular

de 299,4: N 4,68%; P 10,34%; S 21,42%

30.

Encontrado:

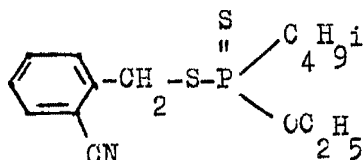
N 4,98%; P 10,32%; S 20,76%



311085

Ejemplo 5.

5.



10. Mediante reacción de 38 g. de cloruro -
2-cianobencílico con 59 g. de potasio ácido isobu-
til-O-etil-tionotiofosfónico en la forma descrita
en el ejemplo 1. se obtienen 76 g. (99 % de la -
teoría) de éster O-etil-S-(2-cianobencílico) del
ácido isobutil-tionotiofosfónico.
- 15.

Análisis:

Calculado para un peso molecular

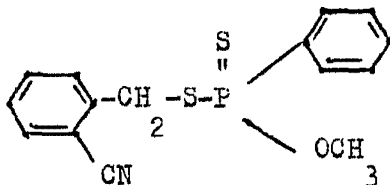
de 313,4: N 4,45%; P 9,89%; S 20,46%

Encontrado:

N 4,59%; P 9,48%; S 20,55%

20. Ejemplo 6.

25.



30.

311085



La reacción de 38 g. de cloruro 2-cianobencílico con 52 g. de potasio ácido fenil-O-metil-tionotiolfosfónico, en forma análoga al ejemplo 1, da 69 g. (86,5 % de la teoría) de éster O-metil-S-(2-cianobencílico) del ácido fenil-tionotiolfosfónico.

5.

Análisis:

Calculado para un peso molecular

de 319,4: N 4,39 %; P 9,70 %

10.

Encontrado:

N 4,80 %; P 8,88 %

N O T A

Descrita suficientemente 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. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha 28 de Marzo de 1.964 bajo el número F 42.461 acogándose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención, por 20 años en España "Procedimiento para la obtención de ésteres del ácido tiol- y tionotiolfosfónico", caracterizándose por lo siguiente:

15.

20.

25.

30.

1ª.- "Procedimiento para la obtención de ésteres del ácido tiol- y tionotiolfosfónico" - caracterizado, porque los ácidos tiol- y tionotiol-



311085

27 MAR. 1965

Esta memoria consta de doce hojas escritas
a máquina por una sola cara.

Madrid,

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,

J. GOMEZ ACEBO Y MODRY