

371958

PATENTE DE INVENCION

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>C07</u> <u>A01</u>
SUBCLASE <u>d</u> <u>n</u>

Case 130-2930/III  
3700/KU/MK.



371958

*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

Procedimiento para la obtención de fosfitos orgánicos.

==.==.==.==.==.==.==.==.==.==

*Solicitante:* SANDOZ, A.G., entidad suiza, residente en Basilea, Suiza.

==.==.==.==.==.==.==.==.==.==

La invención se relaciona con intermediarios útiles en la producción de nuevos fosfatos orgánicos que son útiles como insecticidas y acaricidas.

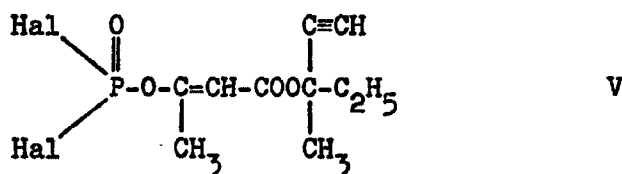
371958



130-2930/III

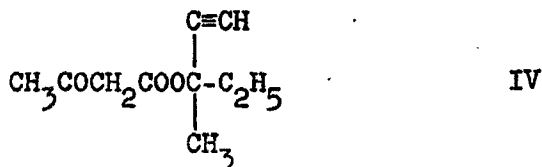
27 SEP. 1909

De acuerdo con nuestra invención proporcionamos un procedimiento para la producción de un compuesto de fórmula V,



en la que Hal significa bromo o cloro,

5 que consiste en hacer reaccionar un compuesto de fórmula IV,

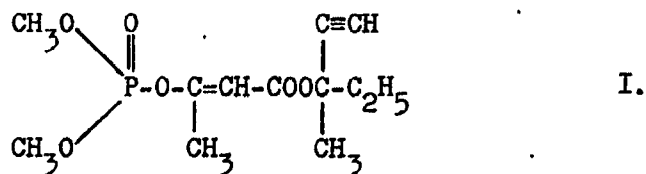


con oxicloruro de fósforo u oxibromuro de fósforo (preferentemente en proporciones equimolares) en un disolvente que sea inerte bajo las condiciones de la  
 10 reacción y en presencia de un aceptador de ácidos (usando preferentemente una molécula-gramo del aceptador de ácidos por molécula-gramo del compuesto de fórmula IV). El disolvente inerte puede ser el mismo que se utiliza en el procedimiento ii), y la reac-  
 15 ción puede realizarse a una temperatura de  $-10^\circ$  a  $+50^\circ\text{C}$  convenientemente durante un período de tiempo de 0,5 a 4 horas.

371958<sup>3</sup> - 27

130-2930/III

Los compuestos de fórmula V son útiles en la producción de un compuesto de fórmula I,



Así los compuestos de fórmula I pueden producirse haciendo reaccionar, en un disolvente, un compuesto de fórmula V con un compuesto de fórmula VI,



VI

en la que M significa hidrógeno o un metal alcalino, con la condición de que cuando M significa hidrógeno, la reacción se efectúe en presencia de un agente ligador de ácidos.

10

La reacción puede efectuarse en un disolvente que sea inerte bajo las condiciones de la reacción, por ejemplo en un hidro-

371958



1969

130-2930/III

carburo aromático, por ejemplo tolueno o xileno; un  
hidrocarburo halogenado, por ejemplo clorobenceno o  
cloroformo; o un éter, por ejemplo dioxano. Alternativa-  
5 de metanol. La reacción puede efectuarse en un exceso  
de metanol. La reacción puede realizarse a una tempe-  
ratura de aproximadamente  $-20^{\circ}$  a  $+50^{\circ}\text{C}$ , preferentemente  
de  $-10^{\circ}$  a  $+20^{\circ}\text{C}$ . Un período de tiempo adecuado para la  
reacción es entre aproximadamente 0,5 y 2 horas.

Se prefiere hacer reaccionar al menos 2  
10 moléculas-gramo del compuesto de fórmula VI con cada  
molécula-gramo del compuesto de fórmula V con el fin  
de obtener un rendimiento más alto posible y para  
evitar la producción de productos laterales indeseables.

Entre los agentes ligadores de ácidos ade-  
15 cuados se incluyen bases orgánicas de nitrógeno,  
por ejemplo trietilamina, trimetilamina, dimetil-  
anilina y dietil-anilina, y bases inorgánicas, por  
ejemplo carbonato de sodio. De preferencia se usan al  
menos dos moléculas-gramo del agente ligador de ácidos  
20 por cada molécula-gramo del compuesto de fórmula V.

De la mezcla de reacción puede eliminarse  
el disolvente mediante evaporación a presión reducida,  
y el producto de la reacción puede purificarse, si se



371958

desea, mediante destilación, preferentemente en vacío.

El éster del ácido fosfórico de fórmula I resultante es un aceite que puede destilarse en un vacío sin discomponerse y que puede caracterizarse del modo usual por sus constantes físicas.

Ha de tomarse en consideración, que también puede existir una forma enólica del compuesto de fórmula IV. Tal forma enólica está incluida en la descripción del compuesto de fórmula IV.

El compuesto de fórmula IV puede obtenerse haciendo reaccionar 3-metil-1-pentín-3-ol con dicetena, preferentemente en presencia de un agente de condensación, por ejemplo trietilamina, a aproximadamente 60-70°C, durante un período de tiempo de 1 a 2 horas.



- 6 - 27 SEP. 1969

130-2930/III

371958

5 El compuesto de fórmula I tiene un buen efecto insecticida y acaricida. Posee una buena actividad contra insectos masticadores y chupadores y contra ácaros arácnidos, Su eficacia es superior a la de los compuestos conocidos de estructura química similar.

10 El compuesto de fórmula I tiene una toxicidad baja en animales de sangre caliente y una baja fitotoxicidad. Por lo tanto, el compuesto puede usarse como pesticida en la agricultura, en piezas habitadas, buhardillas, sótanos y establos, etc. Está también indicado para usarse para la protección de plantas y animales, en sus diferentes estados de desarrollo, contra insectos y ácaros nocivos.

15 En el Ejemplo siguiente, que ilustra la invención sin limitar de modo alguno su alcance, todas las temperaturas están indicadas en grados Centígrado y los porcentajes son por peso, a menos que se hagan otras indicaciones.



27 SEP 1969 30 / III

371958

EJEMPLO: Producción de 0,0-dimetil-0-[1-(3-metil-1-  
pentin-3-iloxicarbonil)-1-propen-2-il]  
fosfato

183 g (1 molécula-gramo) de éster (3-metil-1-  
5 pentin-3-ílico) del ácido acetoacético y 101 g  
(1 molécula-gramo) de trietilamina se añaden, agitan-  
do, a 153,3 g (1 molécula-gramo) de óxido de fós-  
foro en 400 cc de clorobenceno, a una temperatura de  
-10°C, durante un período de tiempo de 15 minutos.  
10 Luego se agita la mezcla de la reacción durante otros  
15 minutos a 20°C y seguidamente se filtra. El fil-  
trado, que contiene dicloruro 0-[1-(3-metil-1-pentin-  
3-iloxicarbonil)-1-propen-2-il]fosforoso, se mezcla con  
600 cc de clorobenceno, y se enfría a -5°C. A la mez-  
15 cla se le añaden, durante 30 minutos, 64,5 g (2 molé-  
culas-gramo) de metanol y 203 g (2 moléculas-gramo) de  
triethylamina, y se agita durante otros 30 minutos a  
-5°C, luego durante 1 hora a 0-20°C y finalmente du-  
20 rante 15 horas a 20°C. La mezcla de la reacción resul-  
tante se filtra, el filtrado se lava con agua y se  
seca sobre sulfato de magnesio. Después de separar el  
disolvente por evaporación, se destila el 0,0-dimetil-  
0-[1-(3-metil-1-pentin-3-iloxicarbonil)-1-propen-2-  
il]fosfato crudo permanente en un alto vacío para  
25 proporcionar un material puro con un punto de ebulli-  
ción de 108°-110°C/10<sup>-3</sup> mm de Hg.



371958 - 9 -

27 SEP. 1900



disolvente que sea inerte bajo las condiciones de la reacción y en presencia de un aceptor de ácidos.

- 2.- Procedimiento para la obtención de fosfitos orgánicos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.
- 5.

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

27 SEP. 1900

Madrid,  
SANDOZ, A.G.

GÓMEZ ACEBO Y MODET  
A. n. Firmador: E. Hernández Rala