

341874

PATENTE DE INVENCION

Ref: Le A 10 048-Sp.

341874

16 JUN



## Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de indanil-N-  
-metilcarbamatos de efectos insecticidas".

=====

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

=====

La presente invención se refiere a nuevos in-  
danil-N-metilcarbamatos de efecto insecticida y aca-  
ricida, así como a procedimientos para su preparación.

Ya es conocido que los 2-alcoxi-fenil-N-metil-  
5. carbamatos, particularmente el 2-isopropoxi-fenil-N-

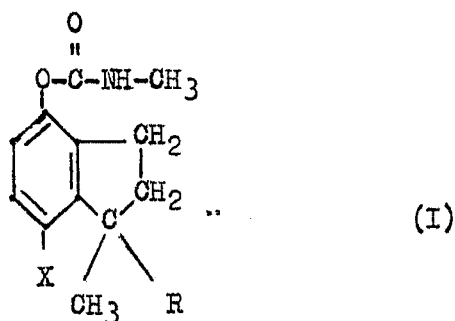
341874<sup>-2-</sup>



metilcarbamato (compárese: Patente alemana publicada nº 1.108.202) tienen un efecto insecticida. Esos compuestos tienen una estabilidad relativamente elevada en un medio alcalino en comparación con otros carbamatos que pueden ser saponificados con una rapidez substancialmente mayor. Esos compuestos pueden ser aplicados, por consiguiente, también a bases encaladas; sin embargo, existe la desventaja de que su eficacia disminuye después de algún tiempo.

- 5.
10. Además, es conocido que también otros carbamatos, particularmente el  $\alpha$ -naftil-N-metilcarbamato (compárese: Patente norteamericana nº 2.903.478) pueden ser empleados como sustancias activas insecticidas y acaricidas. Ese carbamato adquirió en la práctica una importancia muy considerable.

15. Ahora bien, se encontró que los nuevos indanil-N-metilcarbamatos de fórmula



en la que R representa un miembro del grupo consistente en hidrógeno y metilo, y X un miembro del grupo consis-

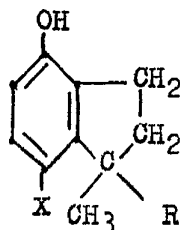
341874



tente en hidrógeno, metilo y cloro, muestran fuertes propiedades insecticidas y acaricidas.

Además, se ha encontrado que se obtienen indanil-N-metilcarbamatos de fórmula (I), si (a) indanoles de la fórmula (II)

5.



(II)

en la que R y X tienen los significados arriba indicados, se hacen reaccionar con metilisocianato o

10. (b) indanoles de la fórmula (II), en una primer etapa, se transforman con fosgeno en el cloroformato y éste, en una segunda etapa se hace reaccionar con metilamina, o
15. (c) indanoles de la fórmula (II), en una primer etapa, se hace reaccionar con la cantidad equivalente de fosgeno como para formar el correspondiente bis-(indanil)-carbonato y éste, en una segunda etapa, se desdobra con metilamina.

20. Sorprendentemente, las sustancias activas de acuerdo con el invento muestran, en comparación con los carbamatos ya conocidos, una eficacia insecticida y acaricida más elevada, un efecto de mayor duración sobre bases encaladas, por ejemplo sobre arcilla recién encalada y, además, ejercen una acción insecticida más rápida.

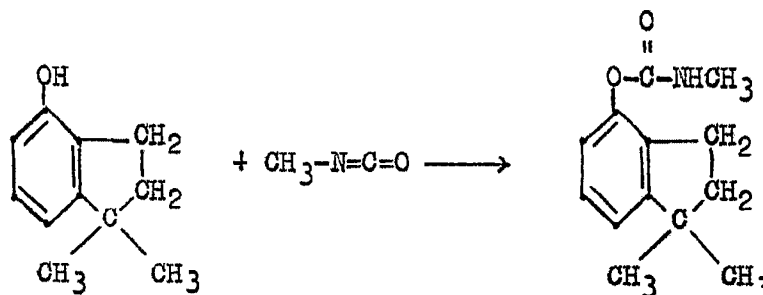
341874



Por consiguiente, las sustancias activas según el invento representan un enriquecimiento considerable de la técnica.

5. A continuación, se hace referencia más detallada a los procedimientos individuales de preparación.

La reacción según (a) se desarrolla según el siguiente esquema de fórmulas



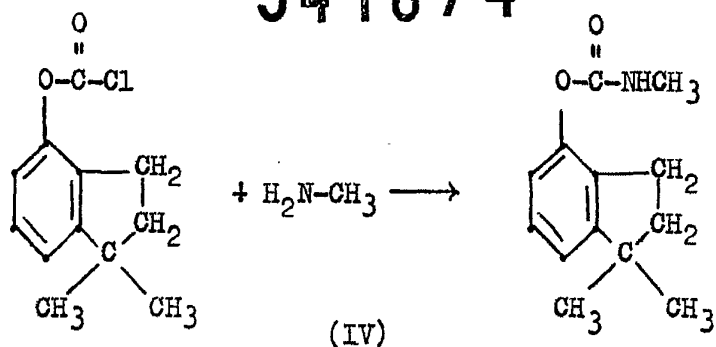
(III)

10. Puede llevarse a cabo la reacción en un disolvente inerte, Para ésto se prestan por ejemplo hidrocarburos, tales como nafta y benceno, pero también éteres, tales como dioxano. Sin embargo, es también posible hacer reaccionar los componentes directamente en ausencia de disolventes. La reacción es acelerada por la adición de una amina terciaria, por ejemplo trietilamina.

15. Las temperaturas de reacción pueden variar dentro de un amplio margen. Por lo general, se trabaja entre 0° y 150°C.

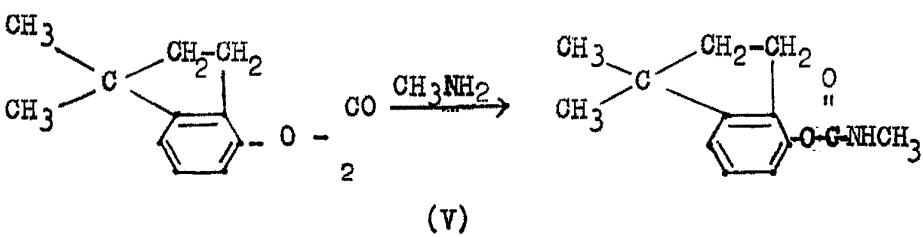
La segunda etapa de la reacción (b) puede ser representada por la siguiente ecuación.

341874



En la primer etapa el indol se transforma con un exceso de fosgeno en el cloroformato, convenientemente en presencia de disolventes inertes, tales como hidrocarburos aromáticos, es decir, benceno, xileno o tolueno. Para ligar el ácido clorhídrico que se forma, continuamente se agrega gota a gota una lejía, convenientemente una lejía de un álcali, tal como lejía de sosa. El valor pH ha de quedar por debajo de 7. Las temperaturas de reacción pueden variar dentro de un amplio margen. Por lo general, se trabaja entre  $-10^{\circ}$  y  $+10^{\circ}\text{C}$ .

La segunda etapa de la reacción según (c) se desarrolla conforme al siguiente esquema de fórmulas:



En la primer etapa, se hace reaccionar el indanol con la cantidad equimolar de fosgeno, trabajándose



341874

5. convenientemente en presencia de disolventes inertes; tales como hidrocarburos aromáticos, por ejemplo, benceno y tolueno. Para ligar el correspondiente ácido clorhídrico, se agrega una base, convenientemente un hidróxido alcalino, por ejemplo, hidróxido de sodio. El valor pH, de preferencia, está a aproximadamente 8. Las temperaturas pueden variar también dentro de amplios límites, preferiblemente están entre 20° y 60°C.

10. El bis-(indanil)-carbonato que se forma en la primera etapa, es desdoblado con metilamina, trabajándose convenientemente sin disolventes. Las temperaturas favorables de la reacción están entre -10° y + 20°C aproximadamente.

15. De los indanoles empleados como sustancias de partida el 1,1-dimetilindanol-(2) ya es conocido (compárese: Patente norteamericana nº 3.057.929). Pueden prepararse de igual manera el 1,1-dimetil-7-metilindanol-(4) y el 1,1-dimetil-7-cloro-indanol-(4).

20. En combinación con una baja toxicidad para animales de sangre caliente y con una baja fitotoxicidad, las sustancias activas según el invento muestran fuertes efectos insecticidas y acaricidas. La acción comienza rápidamente y tiene una larga duración. Por ello, las sustancias activas pueden ser aplicadas con buen éxito para  
25. combatir insectos nocivos chupadores y mordedores, dípteros y ácaros.

30. A los insectos chupadores pertenecen esencialmente los piojuelos, tales como el piojuelo de durazneros (*Mycus persicae*), el piojuelo negro de habas (*Doralis fabae*); cochinillas, tales como *Aspidiotus hederae*, Leca-



341874

nium hesperidum, *Pseudococcus maritimus*; tisanópteros, tales como *hercinothrips femoralis*; y chinches, tales como la chinche de nabos o remolachas (*pieasma quadrata*) y la chinche de cama (*Cimex lectularius*).

5. A los insectos mordedores pertenecen las orugas de lepidópteros, tales como *Plutella maculipennis*, *Lymantria dispar*; los coleópteros, tales como los gorgojos (*Sitophilus granarius*), el leptinotarso (*Leptinotarsa decemlineata*) pero también las especies que viven en el suelo, tales como los gusanos filiformes o ascárides (*Agriotes* sp) y las larvas de abejorros (*Melolontha melolontha*); las cucarachas, tales como la cucaracha alemana (*Blatella germanica*); los ortópteros, tales como el grillo (*Acheta domesticus*); los comejenes, tales como *Reticulitermes*; los himenópteros, tales como las hormigas.
- 10.
- 15.

- Los dípteros abarcan particularmente las moscas, tales como la mosca de rocío (*Drosophila melanogaster*), la mosca de frutas del Mediterráneo (*Ceratitis capitata*) la mosca doméstica (*Musca domestica*) y los mosquitos, tales como el cénzalo (*Aedes aegypti*).
- 20.

- En cuanto a los ácaros, son particularmente importantes los ácaros hiladores (*Tetranychidae*), tales como el ácaro hilador común (*Tetranychus urticae*), el ácaro hilador de frutales (*Paratetranychus pilosus*); los ácaros de agallas, tales como el ácaro de agalla de grosella (*Eriophyes ribis*), y los ácaros tales como *Tarsonemus pallidus*; así como aradores.
- 25.

- Las sustancias activas según el invento pueden ser transformadas en las composiciones usuales, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas
- 30.

- 8 -  
341874



6 JUN 1957

- y granulados. Estas composiciones son preparadas en la forma usual, por ejemplo mezclándose las sustancias activas con diluyentes, es decir, con disolventes o diluyentes líquidos y/o con sustancias de vehículo sólidas,
5. eventualmente con el empleo de agentes superficialmente activos, es decir, emulsivos y/o agentes dispersantes. En el caso del empleo de agua como diluyente, pueden emplearse también disolventes orgánicos como disolventes auxiliares. Como disolventes líquidos entran en consideración esencialmente: hidrocarburos aromáticos, tales como xileno y benceno; hidrocarburos aromáticos clorados, tales como clorobencenos; parafinas, tales como fracciones de petróleo; alcoholes, tales como metanol y butanol; disolventes fuertemente polares, dimetilformamida y dimetilsulfóxido; así como agua; como sustancias sólidas de soporte: polvos minerales naturales, tales como caolines, arcilla, talco y creta, y polvos minerales sintéticos, tales como ácido silícico altamente disperso y silicatos; como emulsivos: emulsivos no iónicos y aniónicos, tales como ésteres de polioxietileno y ácidos grasos, éteres de polioxietileno y alcoholes grasos, por ejemplo alquilarilpoliglicoléter, sulfonatos alquílicos y arílicos; como agentes dispersantes: por ejemplo lignina, lejías de desecho de sulfito y metilcelulosa.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

Las sustancias activas pueden estar presentes en las composiciones en mezcla con otras sustancias activas conocidas.

30. Las composiciones contienen, por lo general, entre un 0,1 % y un 95 % en peso de sustancia activa,

34<sup>9</sup>1874



preferiblemente entre un 0,5 % y un 90 % en peso.

Las sustancias activas pueden ser aplicadas como tales, en forma de sus composiciones o de las formas de aplicación preparadas de las mismas, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados en condición lista para el uso. La aplicación es efectuada en forma usual, por ejemplo, por pulverización, rociado, riego, espolvoreo o distribución.

- 5.
10. Las concentraciones de la sustancia activa pueden variar dentro de límites amplios; por lo general, se emplean concentraciones de entre un 0,00001 % y un 20 % en peso, preferiblemente entre un 0,01 % y un 5 % en peso.

Ejemplo A

Ensayo con coleópteros Phaedon.

15. Disolvente: 3 partes en peso de acetona  
emulsivo: 1 parte en peso de alquilarilpoliglicoléter.

Para la obtención de una preparación apropiada de sustancia activa se mezcla una parte en peso de la sustancia activa con la cantidad indicada de disolvente que contiene la cantidad indicada de emulsivo, y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

20.

Esta preparación es rociada sobre hojas de rábano picante (*Cochlearia armoratia*) hasta que el líquido gotea de las mismas, y entonces se colocan sobre las hojas coleópteros que comen las hojas de rábano picante (*Phaedon cochlearae*).

25.

Al cabo del tiempo indicado, se determina el grado de destrucción en %, significando el 100 % que fueron matados todos los coleópteros, mientras que el 0 % significa que no fué matado ningún coleóptero.

30.

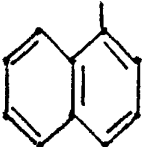
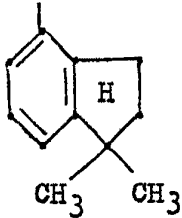
341874



Las sustancias activas, sus concentraciones, el tiempo de evaluación y los resultados aparecen en la siguiente tabla:

TABLA

(insectos nocivos para las plantas).

Substancias activas	concentración de la subs.act. en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días
<chem>CC(=O)Nc1ccc2ccccc12</chem>  (conocido)	0,1	100
	0,02	90
<chem>CC(=O)Nc1ccc2c(c1)C(C)C2</chem> 	0,1	100
	0,02	100
	0,004	100
	0,0008	70

Ejemplo B

5.

Ensayo con orugas Pieris.

Disolvente: 3 partes en peso de acetona

emulsivo: 1 parte en peso de alquilarilpoliglicoléter.

Para la obtención de una preparación apropiada de sustancia activa se mezcla 1.parte en peso de sustancia activa con la cantidad indicada del disolvente que contiene la cantidad indicada de emulsivo, y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

10.

341874



La preparación de sustancia activa es rociada sobre hojas de repollo (*Brassica oleracea*) hasta que éstas se encuentran en un estado mojado de rocío, y sobre las mismas se colocan orugas de la mariposa blanca grande (*pietris brassicae*).

5.

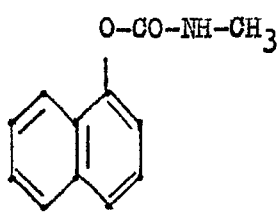
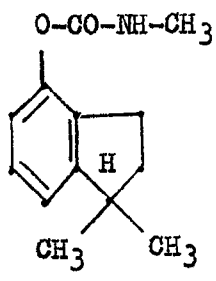
Al cabo del tiempo indicado se determina en % el grado de destrucción, significando el 100 % que todas las orugas fueron matadas, mientras que el 0 % indica que no fué matada ninguna oruga.

10.

Las sustancias activas, sus concentraciones, el tiempo de evaluación y los resultados aparecen en la siguiente tabla:

T A B L A

(insectos nocivos para las plantas)

Substancias activas	concentración de la subst. activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días
	0,1	100
	0,02	100
	0,004	55
(conocido)		
	0,1	100
	0,02	100
	0,004	100
	0,0008	100
	0,00016	90

341874

Ejemplo C



Ensayo con ácaros hiladores *Tetranychus* (efecto ovicida).

Disolvente: 3 partes en peso de acetona

5. emulsivo: 1 parte en peso de alquilarilpoliglicoléter.

Para la obtención de una preparación apropiada de sustancia activa se mezcla 1 parte en peso con la cantidad indicada de disolvente que contiene la cantidad indicada de emulsivo, y se diluye el concentrado con

10. agua hasta la concentración deseada.

La preparación de sustancia activa es rociada sobre chauchas arbustivas (*Phaseolus vulgaris*) hasta que el líquido gotea de las mismas, sobre las cuales fueron colocadas aproximadamente 100 huevos de ácaros hiladores de habas (*Tetranychus telarius*).

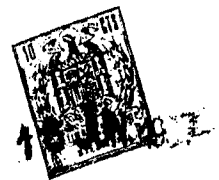
15.

Al cabo del tiempo indicado se verifica si salieron los ácaros hiladores, y se determina en % el grado de destrucción, significando el 100 % que no salió ninguno de los ácaros hiladores, mientras que el 0 % significa que ocurrió una salida de ácaros completamente normal.

20.

Las sustancias activas, sus concentraciones, el tiempo de evaluación y los resultados aparecen en la siguiente tabla:

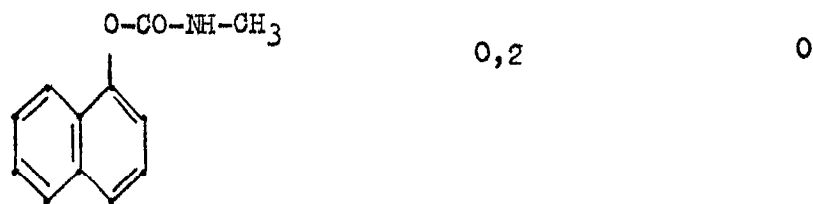
34<sup>13</sup>1874



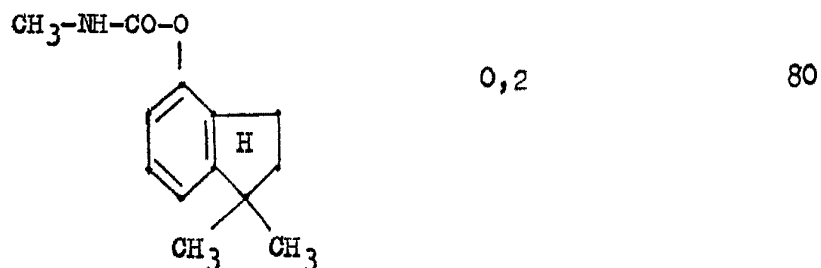
T A B L A

(Acaros nocivos para las plantas).

Substancia activa	concentración de la subst.act, en %	grado de destrucción en % al cabo de 48 horas
-------------------	-------------------------------------	---



(conocido)



Ejemplo D

Ensayo con Pseudococcus.

Disolvente: 3 partes en peso de acetona

emulsivo: 1 parte en peso de alquilarilpoliglicoléter.

5. Para la obtención de una preparación apropiada de substancia activa se mezcla 1 parte en peso de substancia activa con la cantidad indicada de disolvente que contiene la cantidad indicada de emulsivo, y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

10. La preparación de substancia activa es rociada



- 14 -  
341874

16 JUN

sobre tubérculos de papas fuertemente atacadas por pulgones, hasta que el líquido gotea de los tubérculos.

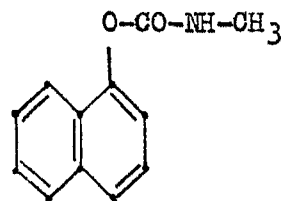
Al cabo del tiempo indicado se determina en % el grado de destrucción, significando el 100 % que todos los pulgones fueron matados, mientras que el 0 % significa que no fué matado ningún pulgón.

Las sustancias activas, sus concentraciones, el tiempo de evaluación y los resultados serán apreciados de la siguiente tabla:

T A B L A

(Insectos nocivos para las plantas).

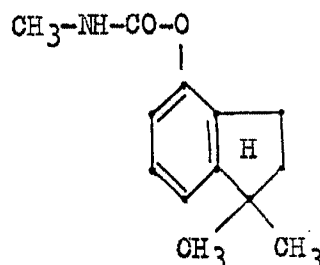
Substancias activas	concentración de la subst.acti.en %	grado de destrucción en % al cabo de 10 días.
---------------------	-------------------------------------	---



0,1

30

(conocido)



0,1

100

0,02

50

- 15 -  
341874

Ejemplo E



Ensayo IT 100 con dípteros.

insecto de ensayo: *Aedes aegypti*

disolvente. acetona.

5. Se recogen 2 partes en peso de substancia activa en 1000 partes en volúmen del disolvente. Se diluye la solución así obtenida con una cantidad ulterior de disolvente hasta las concentraciones bajas deseadas.

10. Con una pipeta se colocan 2,5 ml de la solución de substancia activa en una placa de Petri. Sobre el fondo de la placa de Petri se encuentra un papel filtrante de un diámetro de aproximadamente 9,5 cm. La placa de Petri permanece abierta hasta evaporarse totalmente el disolvente. Según la concentración de la

15. solución de substancia activa cambia la cantidad de substancia activa por m<sup>2</sup> del papel filtrante. Finalmente se colocan aproximadamente 25 insectos de ensayo en la placa de Petri y se la cubre con una tapa de vidrio.

20. Se verifica continuamente el estado de los insectos de ensayo. Se determina el tiempo necesario para un efecto abrumador al 100 %.

25. Los insectos de ensayo, las substancias activas, sus concentraciones y los tiempos dentro de los cuales se presenta el efecto abrumador al 100 %, aparecen en la siguiente tabla:

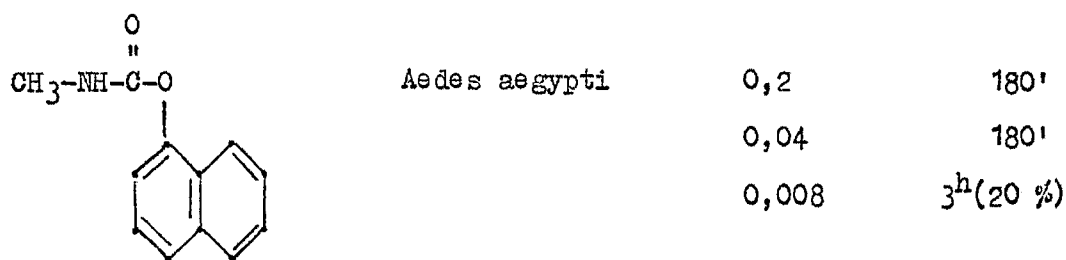
341874

T A B L A

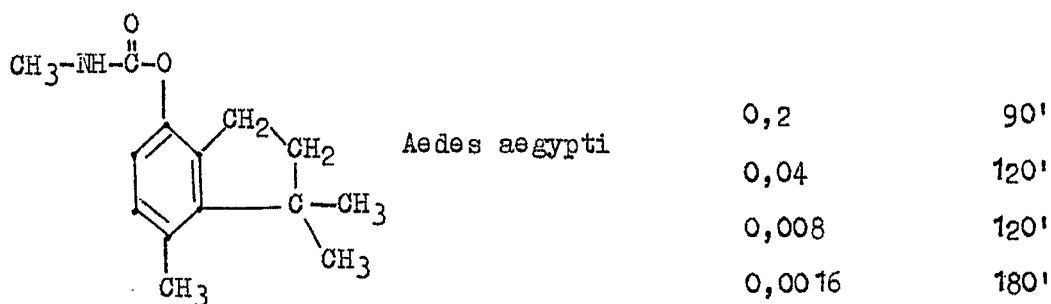


(Ensayo de LT<sub>100</sub> con dípteros)

Substancias activas	insectos de ensayo	concentración de la subst.act.de la solución en %	LT <sub>100</sub>
---------------------	--------------------	---	-------------------



(conocido)



341874

Ejemplo F



16 JUN 1951

Ensayo del DL 100

Insecto de ensayo: *Rhodnius prolixus*, *Sitophilus granarius*, *Blattella germanica*.

5. Disolvente: acetona.

Se recogen 2 partes en peso de sustancia activa en 1000 partes en volúmen del disolvente. Se diluye la solución así obtenida con una cantidad ulterior de disolvente hasta las concentraciones deseadas.

10. Mediante una pipeta se colocan 2,5 ml de la solución de sustancia activa en una placa de Petri. Sobre el fondo de la placa de Petri se encuentra un papel filtrante de un diámetro de aproximadamente 9,5 cm. La placa de Petri permanece abierta hasta evaporarse to-

15. talmente el disolvente. Según la concentración de la solución de sustancia activa cambia la cantidad de sustancia activa por m<sup>2</sup> del papel filtrante. Subsiguientemente se colocan unos 25 insectos de ensayo en placa de Petri y se la cubre con una tapa de vidrio.

20. Se controlorea el estado de los insectos de ensayo al cabo de 1 día y de 3 días a contar del comienzo del ensayo. Se determina en % el efecto abrumador.

Las sustancias activas, sus concentraciones, los insectos de ensayo y los resultados se encuentran indicados en la siguiente tabla:

25.

16 JUN. 196

341874  
T A B L A



(Ensayo de DL 100)

Substancias activas	insectos de ensayo	concentración de la subst.act.de la solución en %	efecto abru mador en %	
$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{CH}_3\text{-NH-C-O} \\   \\ \text{C}_6\text{H}_4\text{-C}_6\text{H}_4 \end{array}$	Rhodnius prolixus	0,2 0,04 0,008	100 100 0	
	Sitophilus granarius	0,2 0,04	80 0	
	Blattella germanica	0,2 0,04	80 40	
	(conocido)			
	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{CH}_3\text{-NH-C-O} \\   \\ \text{C}_6\text{H}_3\text{-C}_6\text{H}_3 \\   \quad   \\ \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3 \end{array}$	Rhodnius prolixus	0,2 0,04 0,08	100 100 80
		Sitophilus granarius	0,2 0,04 0,008	100 90 30
Blattella germanica		0,2 0,04 0,004	100 100 20	

Ejemplo G

Ensayo con capas residuales de sustancia activa.  
 Substancia de base de polvo húmedo consistente en:  
 3 % de diisobutilnaftalin-1-sulfonato de sodio,  
 6 % de lejía de desecho de sulfito, parcialmente  
 condensado con anilina.

5.

341874



40 % de ácido silícico altamente disperso, conteniendo CaO, y

51 % de caolín coloidal.

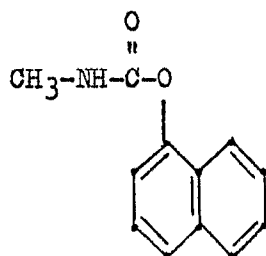
- Para la obtención de una preparación apropiada
5. de sustancia activa se mezcla íntimamente 1 parte en peso de la sustancia activa con 9 partes en peso de la sustancia de base de polvo húmedo. El producto pulverizable así obtenido es suspendido en 90 partes de agua.
10. La suspensión de sustancia activa es pulverizada sobre bases de distintos materiales en una cantidad de 1 g de sustancia activa por cada metro cuadrado.
- Las capas producidas por esta pulverización son examinadas a determinados intervalos con respecto a su
15. efecto biológico.
- A este objeto se colocan los insectos de ensayo sobre las bases tratadas. Sobre las bases con los insectos se coloca un cilindro chato que en su extremo superior está cerrado por un tejido de alambre para impedir
20. el escape de los insectos. Al cabo de 8 horas de permanencia de los insectos sobre la base, se determina en % el efecto abrumador.
- Las sustancias activas, la naturaleza de las bases de ensayo portadoras de las sustancias activas y
25. los resultados están resumidos en la siguiente tabla:



341874  
T A B L A I.

Ensayo con capas residuales de sustancia activa.

Substancias activas	bases de ensayo	insecto de ensayo	efecto abrumador en % tiempo de existencia de las capas residuales en semanas		
			1	2	4



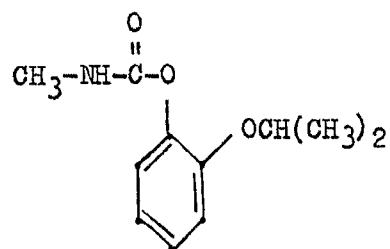
arcilla recién encalada

Aedes aegypti

90

0

(conocido)



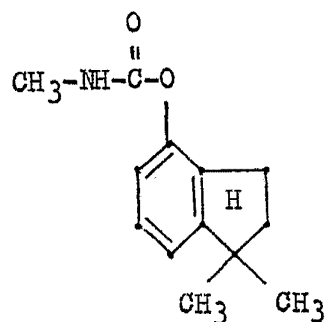
arcilla recién encalada

Aedes aegypti

100

0

(conocido)



arcilla recién encalada

Aedes aegypti

100

100

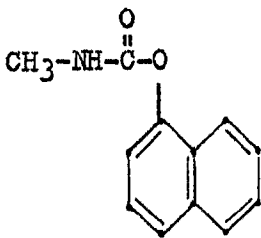
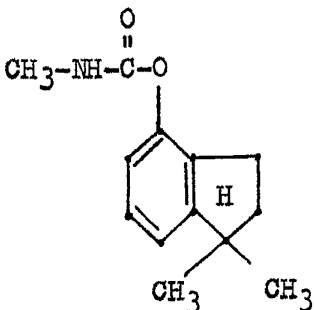
100

341874<sup>16 JUN 1961</sup>



T A B L A 2.

Ensayo con capas residuales de sustancia activa

Substancias activas	bases de ensayo	insectos de ensayo	efecto abrumador en % tiempo de existencia de las capas residuales en semanas		
			1	2	4
	arcilla	Aedes aegypti	100 (150')	100 (210')	100 (210')
	madera	Aedes aegypti	100 (180')	100 (180')	100 (480')
(conocido)					
	arcilla	Aedes aegypti	100 (15')	100 (30')	100 (30')
	madera	Aedes aegypti	100 (15')	100 (30')	100 (45')

Ejemplo H

Ensayo con larvas de coleópteros Phaedon

Disolvente: 3 partes en peso de acetona

emulsivo: 1 parte en peso de alquilarilpoliglicoléter.

5.

Para la obtención de una preparación apropiada de sustancia activa se mezcla 1 parte en peso de subs-

- 22 -  
341874



tancia con la cantidad indicada del disolvente que contiene la cantidad indicada del emulsivo, y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

La preparación de sustancia activa es rociada sobre hojas de repollo (*Brassica oleracea*) y sobre estas hojas se colocan larvas de coleópteros (*Phaedon cochleariae*) que comen las hojas de rabanito picante.

Al cabo del tiempo indicado se determina en % el grado de destrucción, significando el 100 % que fueron matados todos los coleópteros y el 0 % que no fue matado ningún coleóptero.

Las sustancias activas, sus concentraciones, el tiempo de la evaluación y los resultados se encuentran indicados en la siguiente tabla:

T A B L A

(insectos nocivos para plantas)

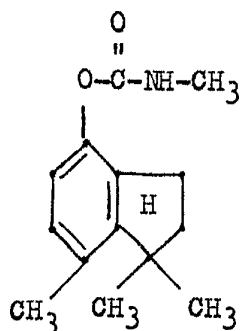
Substancia activa	concentración de la subst. act. en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3-\text{C}-\text{CH} \\  \parallel \quad \parallel \\  \text{N} \quad \text{C}-\text{O}-\text{C}-\text{N}(\text{CH}_3)_2 \\    \\  \text{N} \\    \\  \text{CH}(\text{CH}_3)_2  \end{array}  $	<p>0,1 0,02</p>	<p>95 0</p>
(conocido)		
$  \begin{array}{c}  \text{O} \\  \parallel \\  \text{O}-\text{C}-\text{NH}-\text{CH}_3 \\    \\  \text{C}_6\text{H}_4 \\    \\  \text{C} \\  / \quad \backslash \\  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3  \end{array}  $	<p>0,1 0,02 0,004 0,0008 0,00016 ..</p>	<p>100 100 100 100 40</p>

- 23 -  
341874



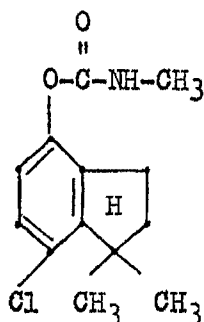
16 JUN. 1967

Continuación de la Tabla



0,1  
0,02  
0,004  
0,0008

100  
100  
98  
30

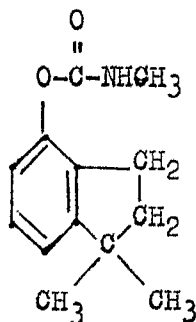


0,1  
0,02

100  
100

---

Ejemplo 1.



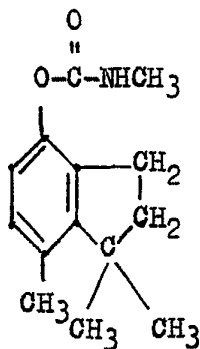
16,2 g (0,1 moles) de 1,1-dimetilindanol-(4) se disuelven en 100 ml de benceno anhidro y se mezcla la solución con 6,3 g (0,11 moles) de metilisocianato y 3

341874



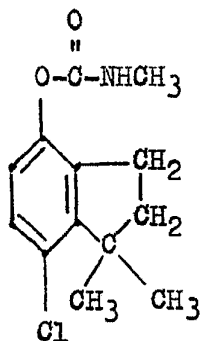
- gotas de trietilamina. Se calienta la mezcla de reacción durante una hora a 50°C y se la deja en reposo durante la noche. Después de eliminarse el disolvente por destilación en vacío, se obtiene el producto de reacción como un residuo sólido blanco. Recristalizado en alcohol y nafta, funde a 128°C.
- 5.

Ejemplo 2.



- De acuerdo con el mismo método del Ejemplo 1, por reacción de 2,2,7-trimetilindanol-(4) con metiliscianato se obtiene el 2,2,7-trimetilindanol-N-metil-carbamato. P.F. = 131-132°C.
- 10.

Ejemplo 3.



En la reacción de 1,1-dimetil-7-cloroindanol-(4)

34<sup>25</sup>1874



15 JUN. 1967

5. con metilisocianato, bajo las mismas condiciones indicadas en el Ejemplo 1, se obtiene el 1,1-dimetil-7-cloroindanil-N-metilcarbamato del P.f. = 115-116°C. Además se forman pequeñas cantidades de un compuesto isómero de constitución desconocida (P.f. = 65-66°C).

Ejemplo 4.

10. En una solución de 30 g de fosgeno en 300 ml de benceno, bajo agitación a una temperatura de 5 a 10°C, simultáneamente se introducen gota a gota una solución bencénica de 1,1-dimetil-indanol-(4) y 20 g de trietilamina, debiendo estar presente el indanol siempre en un pequeño exceso. Después de haberse introducido todo, se agita todavía durante 10 minutos y entonces se aspira por vacío el fosgeno en exceso. La sal precipitada es
15. aislada por filtración y el filtrado es introducido a 5 - 10°C bajo agitación en 12,4 g de metilamina. Después del aislamiento por filtración del cloruro de metilammonio, por aspiración se elimina el disolvente, obteniéndose se el 1,1-dimetil-indanil-(4)-N-metilcarbamato en forma
20. pura.

Ejemplo 5.

25. En una mezcla de 162 g de 1,1-dimetil-indanol-(4), de 175 ml de agua y de 100 ml de bencol se introducen 55 g de fosgeno. Por agregarse simultáneamente gota a gota 98 g de lejía de sosa al 45 %, se mantiene la solución de reacción en condición alcalina. Durante la reacción la temperatura sube hasta aproximadamente 40°C. Una vez terminada la reacción, se introduce todavía una pequeña cantidad de fosgeno, de modo que la solución reacciona en forma debilmente ácida. La capa bencénica es
- 30.

- 26 -  
341874



16 JUN 1967

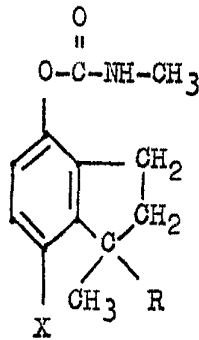
5. separada de la capa acuosa y es diluida con 150 ml de benceno y entonces 107 ml de una solución al 29,2 % de metilamina son agregados gota a gota a una temperatura de 5-10°C. Se agita todavía durante 4 horas, se extrae con 500 ml de NaOH 2N y se lava la capa bencénica varias veces con agua. Después de la eliminación del benceno por aspiración, se obtiene el carbamato en forma pura.

N O T A

10. 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
15. una Solicitud de Patente presentada en Alemania, con fecha 18 de junio de 1966, nº F 49 503 IVb/12; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita
20. patente de invención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE INDANIL-N-METILCARBAMATOS DE EFECTOS INSECTICIDAS"; caracterizándose por lo siguiente:

25. 1ª.- "Procedimiento para la obtención de indanil-N-metilcarbamatos de efectos insecticidas", caracterizado porque los indanil-N-metilcarbamatos de fórmula

341874



5. en la que R significa un miembro del grupo consistente en hidrógeno y metilo, y X un miembro del grupo consistente en hidrógeno, metilo y cloro, se mezclan con materiales de carga y en caso dado con materiales tensioactivos en una cantidad de 0,1 a 95 partes en peso de material activo por 99,9 a 5 partes en peso de materiales auxiliares.

10. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque como materiales auxiliares se emplean disolventes líquidos, materiales de carga sólidos, agentes de emulsión y agentes de dispersión, tales como disolventes aromáticos, aromáticos clorados, parafinas, alcoholes, aminas o derivados aminicos, como materiales de carga sólidos, las molturaciones de minerales naturales o sintéticos, como materiales tensioactivos, emulsionadores no ionógenos o aniónicos y como agentes dispersantes, lignina, las deslixiviaciones sulfíticas o metilcelulosa.



341874

3ª.- "Procedimiento para la obtención de indanil-N-metilcarbamatos de efectos insecticidas", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

5. Esta Memoria consta de 281 hojas escritas a máquina por una sola cara.

16 JUN. 1967.

Madrid.

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

Dr. GOMEZ ACEBO Y MODEI  
Dr. Firmado: F. Hernández Rutz