

361,677

PATENTE DE INVENCION

Le A 11 127-Sp.

Memoria Descriptiva

28



sobre:

"Procedimiento para la preparaci3n de (amidas-)3steres de 3cidos (tiono-)fosf3-ricos(-nicos) de efectos insecticidas"

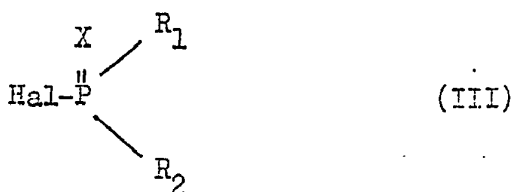
SECCION TECNICA	
CLASIFICACION I.P.S.	07
CLASE C	
CLASE C	

Solicitante

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

5.

La presente invenci3n se refiere a un procedimiento para preparar nuevos 3steres, o bien amidas de 3steres de 3cidos fosf3-ricos, fosf3-nicos, tionofosf3-ricos, o bien tionofosf3-nicos de 3-oxi-1, 2,5-tiadiazoles eventualmente sustituidos en la po-

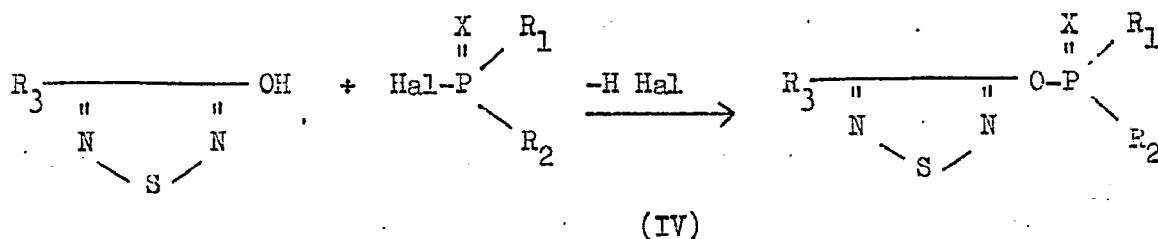


En las precitadas fórmulas representan los símbolos

- R₁ un radical alquilo, arilo, alcoxi, monoalquilamino o dialquilamino,
- 5. R₂ un radical alcoxi, monoalquilamino o dialquilamino,
- R₃ hidrógeno, un grupo alquilo o arilo,
- X un átomo de oxígeno o azufre y
- Hal un átomo de halógeno.

- 10. Además, se ha encontrado que los productos del procedimiento de la fórmula general (I) tienen fuertes propiedades insecticidas y acaricidas. Poseen una eficacia excelente contra insectos devoradores y chupadores. En este sentido, los compuestos preparables según la invención son ampliamente superiores a los productos de una constitución análoga y del mismo campo de acción descritos en la Patente alemana publicada N^o 1.193.953. Por consiguiente, los compuestos según la invención constituyen un verdadero enriquecimiento de la técnica.
- 15.

- 20. El procedimiento reivindicado se desarrolla en el sentido del siguiente esquema de fórmulas:



en el cual los símbolos R₁, R₂, R₃, X y Hal tienen los significados arriba indicados.

Sin embargo, representan preferiblemente

5. R₁ un grupo alquilo, alcoxi, mono o dialquilamino con 1 a 4 átomos de carbono, tal como el radical metilo, etilo, n-propilo o isopropilo, y además el radical fenilo,

10. R₂ un grupo alcoxi, mono o dialquilamino con 1 a 3 átomos de carbono, tal como el radical metilo, etilo, propilo, butilo u octilo.

R₃ hidrógeno, un grupo alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, tal como el resto metilo, isopropilo o isobutilo, además el radical fenilo eventualmente sustituido por cloro,

15. Hal un átomo de cloro.

20. Los 3-hidroxi-1,2,5-tiadiazoles eventualmente sustituidos en la posición 4, requeridos como material de partida para la realización del procedimiento según el esquema de fórmulas (IV), son en parte conocidos de la literatura. Los mismos pueden ser preparados, por ejemplo, por cierre de anillo, a partir de amidas de ácido α -aminocarboxílico mediante dicloruro mono o di-sulfúrico, según L.M. Weinstock, P.



Davis, B.Handelsman, R.Tull, Tetrahedron Letters
Nº 12, página 1263 (1963), respectivamente cloruro
de tionilo o anilina de tionilo (compárese: S.A.
Mizsak, M.Perelman, J.org. Chem. 31, página 1964
(1966).

5.

El procedimiento según la invención es
ejecutado preferiblemente con el empleo concomitante
de disolventes o diluyentes. Como tales entran en
consideración prácticamente todos los disolventes
orgánicos inertes o mezclas de los mismos, tales co-
mo hidrocarburos, por ejemplo, nafta, benceno, tolu-
eno, clorobenceno, xileno; éteres, por ejemplo, éter
dietílico y éter dibutílico, dioxano, además, cetonas,
por ejemplo, acetona, metiletilcetona, metilisopro-
pilcetona y metilisobutilcetona. Para el objeto indi-
cado, sin embargo, comprobaron ser particularmente
eficaces alcoholes alifáticos de bajo punto de ebulli-
ción, por ejemplo, metanol, etanol, así como sobre to-
do nitrilos, por ejemplo acetonitrilo y propionitrilo,
además dimetilformamida.

10.

15.

20.

Además, se lleva a cabo la reacción según
el procedimiento preferiblemente en presencia de acep-
tores de ácidos. Para ello pueden encontrar práctica-
mente todos los agentes ligadores usuales de ácidos.
Comprobaronse particularmente apropiados los alcoho-
latos y carbonatos alcalinos, tales como metilato
o etilato de potasio o sodio, carbonato de sodio o
potasio, además, aminas terciarias aromáticas o hete-
rocíclicas, por ejemplo, trietilamina, dimetilani-
lina o piridina.

25.

30.



28 FEB 1964

-6-

La temperatura de reacción puede variar dentro de un margen amplio. Por lo general, se trabaja entre 20° y 120°C (respectivamente el punto de ebullición de la mezcla), preferiblemente entre 40° y 80°C.

5.

Los materiales de partida que se hacen reaccionar según el procedimiento, así como las sustancias auxiliares (agentes ligadores de ácidos) por lo general, son aplicados en cantidades estequiométricas. Una vez reunidos los componentes de partida, para completar la reacción, es ventajoso calentar la mezcla todavía durante un tiempo prolongado (aproximadamente 30 minutos hasta 3 horas), eventualmente bajo agitación. Con este modo operativo, se obtienen los productos del procedimiento con rendimientos sobresalientes y de una pureza excelente.

10.

15.

Los ésteres, respectivamente las amidas de ésteres de ácidos fosfóricos, fosfónicos, tionofosfóricos y tionofosfónicos de 3-oxi-1,2,5-tiadiazoles que pueden obtenerse por el procedimiento, en la mayoría de los casos, se presentan en forma de aceites incoloros hasta amarillos viscosos insolubles en agua no destilables sin descomposición que, sin embargo, pueden ser liberados de los últimos componentes volátiles mediante la llamada "destilación empezante", vale decir, mediante un calentamiento prolongado bajo presión reducida a temperaturas moderadamente elevadas y de esta manera pueden ser purificadas. Para su caracterización más exacta puede recorrerse a la determinación del índice de refracción.

20.

25.

30.

**POOR
QUALITY**



23 MAR 1969

-7-

- Como ya se ha mencionado arriba, los productos del procedimiento se distinguen por una eficacia insecticida y acaricida sobresaliente. Al mismo tiempo son de baja toxicidad para animales de sangre caliente y de baja fitotoxicidad. El efecto comienza rápidamente y es de larga duración. Por esta razón, los compuestos preparables de acuerdo con la invención, pueden ser aplicados con éxito para la protección de plantas y de provisiones, así como en el campo de la higiene para combatir insectos nocivos chupadores y devoradores y dípteros, así como ácaros. (Acarina).
- 5.
- 10.

- A los insectos chupadores pertenecen esencialmente piojuelos o pulgones (Aphidae), tales como el pulgón verde de durazneros (*Myzus persicae*), el pulgón negro de habas (*Doralis fabae*), el pulgón de avena (*Rhopalosiphum padi.*), el pulgón de arvejas (guisantes) (*Macrosiphum pisi*) el pulgón de las papas (patatas) (*Macrosiphum solanifolii*); además, el pulgón de agalla de groselleros (*Cryptomyzus Korschelti*), el pulgón harinoso de manzanos (*Sappaphis mali*), el pulgón harinoso de ciruelos (*Hyalopterus arundinis*) y el pulgón negro de cerezos (*Myzus cerasi*); además, cochinillas y pulgones pegajosos (Coccina), por ejemplo la cochinilla de hiedra (*Aspidiotus hederæ*) y la cochinilla de escudilla (*Lecanium hesperidum*), así como el pulgón pegajoso (*Pseudococcus maritimus*); tisanópteros (Thysanoptera), tales como *Hemiothrips femoralis* y chinches, por ejemplo la chinche de remolacha (*Piesma quadrata*), la chinche de algodón (*Dysdercus*
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



intermedius), la chinche de cama (*Cimex lectularius*), la chinche feroz (*Rhodnius prolixus*) y la chinche de Chagas (*Triatoma infestans*); además, cigarras, tales como *Euscelis bilobatus* y *Nephotettix bipunctatus*.

5. En cuanto a los insectos mordedores, principalmente han de citarse orugas de mariposas (Lepidoptera), tales como, el arañuelo de las coles (*Plutella maculipennis*), la esfinge esponja (*Lymantria dispar*), la esfinge ano de oro (*Euproctis chrysorrhoea*) y la esfinge caracol (*Malacosoma neustria*); además, la noctuela de las coles (*Mamestra brassicae*) y la noctuela de la siembra (*Agrotis segetum*), la gran piéride de las coles (*Pieris brassicae*), la pequeña géometra (*Cheimatobia brumata*), y el bóbice arrollador de las hojas de encina (*Tortrix viridana*), el gusano de antiope (*Laphygma frugiperda*) y el gusano egipcio de algodón (*Prodenia litura*); además, la polilla de textiles (*Hyponomeuta padella*), la polilla de harina (*Ephestia Kühniella*) y la gran polilla de cera (*Galleria mellonella*).
- 10.
- 15.
- 20.

- Además, a los insectos mordedores pertenecen los coleópteros (Coleoptera), por ejemplo el gorgojo (*Sitophilus granarius* = *Calandra granaria*), la dorifora (*Leptinotarsa decemlineata*), el coleóptero de romaza (*Gastrophysa viridula*), la crisomela de hojas de rábanos picantes (*Phaedon cochleariae*), el coleóptero brillante de colza (*Meligethes aeneus*), el coleóptero de frambuesos (*Byturus tomentosus*), el coleóptero de porotos (*Bruchidius* = *Acanthoscelides obtectus*), el dermesto (*Dermestes frischii*), el coleóp-
- 25.
- 30.

- tero de Khapra (*Trogoderma granarium*), el coleóptero pardo rojizo de harina de arroz (*Tribelium castaneum*), el gorgojo de maíz (*Calandra* o *Sitophilus zeamais*), el anobio de pan (*Stegobium paniceum*), el tenebrión común (*Tenebrio molitor*) y la crisomela de cereales (*Oxyzaepphilus surinamensis*), pero también especies que habitan en la tierra, por ejemplo larvas de elá-teros (*Agriotes spec.*) y larvas de abejorros (*Melolontha melolontha*); cucarachas, tales como la cucaracha alemana (*Blatella germanica*), la cucaracha americana (*Periplaneta americana*), la cucaracha de Madeira (*Leucophaea* o *Rhyparobia madeirae*), la cucaracha oriental (*Blatta orientalis*) la cucaracha gigante (*Blaberus giganteus*) y la cucaracha gigante negra (*Blaberus fuscus*), así como *Henschoutedenia flexivitta*;
10. además, ortópteros por ejemplo, el grillo (*Acheta domesticus*), comejenes, tales como los comejenes de tierra (*Reticulitermes flavipes*) e himenópteros, tales como las hormigas, por ejemplo la hormiga de pradera (*Lasius niger*).
15. 20.

- Los dípteros comprenden esencialmente las moscas, tales como la mosca de bagazo de manzanas (*Drosophila melanogaster*), la mosca de frutas del Mediterráneo (*Ceratitis capitata*), la mosca doméstica (*Musca domestica*), la pequeña mosca doméstica (*Fannia canicularis*), la mosca brillante (*Phormia aegina*), la moscarda (*Calliphora erythrocephala*), así como el tábano (*Stomoxys calcitrans*); además, mosquitos, por ejemplo cénzalos, tales como el mosquito de la fiebre amarilla (*Aedes aegypti*), el mosquito doméstico (*Culex*
25. 30.



28 FEB 1953

pipiens) y el mosquito de la malaria (*Anopheles stephensi*).

5. A los ácaros (Acarí) pertenecen particularmente los ácaros hiladores (*Tetranychidae*), tales como los ácaros hiladores de habas (*Tetranychus telarius* = *Tetranychis altaeae* o *Tetranychus urticae*) y los ácaros hiladores de frutales (*Paratetranychus pilosus* = *Panonychus ulmi*), ácaros de agallas por ejemplo, el ácaro de agalla de groselleros (*Eriophyes ribis*) y tarsonemidos, por ejemplo el ácaro de las puntas de brotes (*Hemitarsonemus latus*) y el ácaro de ciclamenes (*Tarsonemus pallidus*); finalmente, aradores, tales como el arador de cueros (*Ornithodoros moubata*).
- 10.

15. Según la finalidad de su aplicación, las nuevas sustancias activas pueden ser transformadas en las formulaciones usuales, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones polvos, pastas y granulados. Estas formulaciones son preparadas en forma conocida, por ejemplo, mezclándose las sustancias activas con
20. diluyentes, vale decir, con disolventes líquidos y/o sustancias sólidas de vehículo, eventualmente con el empleo de agentes superficialmente activos, vale decir, emulsivos y/o agentes dispersantes, pudiéndose, por ejemplo en el caso de la utilización de agua como diluyente emplear, eventualmente disolventes orgánicos
25. como disolventes auxiliares. Como disolventes líquidos entran en consideración esencialmente: hidrocarburos aromáticos (por ejemplo, xileno, benceno) hidrocarburos aromáticos clorados (por ejemplo, clorobencenos), parafinas (por ejemplo fracciones de petróleo),
- 30.

POOR QUALITY



- alcoholes (por ejemplo, metanol, butanol), disolventes fuertemente polares, tales como dimetilformamida y sulfóxido de dimetilo, así como agua; entrando en consideración: como sustancias sólidas de vehículo,
5. polvos minerales naturales (por ejemplo, caolines, arcillas, talco, creta) y polvos minerales sintéticos (por ejemplo ácido silícico altamente disperso, silicatos), como emulsivos, emulsivos no ionógenos y aniónicos, tales como ésteres de polioxietileno y ácidos grasos, éteres de polioxietileno y alcoholes grasos, por ejemplo, éteres alquilarilpoliglicólicos, sulfonatos alquílicos y arílicos, y como agentes dispersantes, por ejemplo, lignina, lejjas de desecho de sulfito y metilcelulosa.
- 10.
15. Las sustancias según el invento pueden estar presentes en las formulaciones en mezcla con otras sustancias activas conocidas.
- Las formulaciones contienen, por lo general, entre 0,1 % y 95 % en peso de sustancia activa,
20. preferiblemente 0,5 % a 90 % en peso.
- Las concentraciones de las sustancias activas pueden variar dentro de un margen amplio. Por lo general, se emplean concentraciones de 0,00001 % hasta 20 %, preferiblemente de 0,01 % hasta 5 %.
25. Las sustancias activas pueden ser aplicadas como tales, como formulaciones o formas de aplicación preparadas de las mismas, tales como soluciones, concentrados emulsionables, emulsiones, suspensiones, polvos rociables, pastas, polvos solubles, preparaciones para espolvorear y granulados. La aplicación
- 30.



28 ENE 1963

es efectuada en forma usual, por ejemplo, por riego, pulverización, vaporización, fumigación, distribución, espolvoreo, gasificación.

- 5. La eficacia insecticida y acaricida sobresaliente de los productos del procedimiento surge de los siguientes ejemplos de aplicación:

Ejemplo A -

Ensayo con Plutella

- 10. Disolvente : 3 partes en peso de acetona
- emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.

- 15. Para la obtención de una preparación apropiada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de 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. La preparación de sustancia activa es pulverizada sobre hojas de repollo (Brassica oleracea) hasta su condición mojada de rocío, y sobre las hojas se colocan orugas del arañuelo de las coles (Plutella maculipennis).

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

Las sustancias activas, las concentraciones de las sustancias activas, el tiempo de evaluación y los resultados surgen de la siguiente tabla 1.

POOR QUALITY



Ejemplo B -

Ensayo con *Drosophila*.

Disolvente: 3 partes en peso de acetona

emulsivo: 1 parte en peso de alquilarilpoliglicólico.

5. Para la obtención de una preparación apropiada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de 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.
- 10.

Con una pipeta, se aplica 1 cm³ de la preparación de sustancia activa sobre un disco de papel filtrante de 7 cm de diámetro. En estado mojado se coloca el disco de papel sobre un vaso, en el cual se encuentran 50 moscas de bagazo de manzanas (*Drosophila melanogaster*), y se lo cubre con una placa de vidrio.

15. Al cabo del tiempo indicado, se determina el grado de destrucción en %, significando 100 % que todas las moscas fueron matadas, y 0 % que no fue matada ninguna mosca.
- 20.

Las sustancias activas, las concentraciones de las sustancias activas, el tiempo de evaluación y el grado de destrucción surgen de la siguiente tabla 2.



Sustancia activa (constitución)	concentración de sust. act. en %	grado de destruc- ción en % al ca- bo de 24 horas
$ \begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{S} \\ \diagdown \quad \parallel \\ \text{P} - \text{O} \quad \text{---} \quad \text{CH}_3 \\ \diagup \quad \parallel \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{N} \quad \text{N} \\ \quad \quad \diagdown \quad \diagup \\ \quad \quad \text{S} \end{array} $	0,1	100
	0,01	100
	0,001	100
$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagdown \\ \text{P} - \text{O} \quad \text{---} \quad \text{CH}_3 \\ \diagup \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{N} \quad \text{N} \\ \quad \quad \diagdown \quad \diagup \\ \quad \quad \text{S} \end{array} $	0,1	100
	0,01	100
	0,001	100
	0,0001	100
$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{S} \\ \diagdown \quad \parallel \\ \text{P} - \text{O} \quad \text{---} \quad \text{CH}_3 \\ \diagup \quad \parallel \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{N} \quad \text{N} \\ \quad \quad \diagdown \quad \diagup \\ \quad \quad \text{S} \end{array} $	0,1	100
	0,01	100
	0,001	100
	0,0001	100

Ejemplo C -

Ensayo con Myzus (efecto por contacto)

Disolvente: 3 partes en peso de acetona

emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilarilpoli-
glicólico.

5.

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

**POOR
QUALITY**



se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

5. La preparación de sustancia activa es pulverizada sobre plantas de repollo (*Brassica oleracea*) fuertemente atacadas por pulgones de durazneros (*Myzus persicae*), hasta su estado de mojadura en que el líquido gotea de las mismas.

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

Las sustancias activas, las concentraciones de sustancias activas, el tiempo de evaluación y los resultados surgen de la siguiente tabla 3.



28 FEB 1959

T A B L A 3

Sustancia activa (constitución)	concentración de sust. act. en %	grado de destruc- ción en % al cabo de 24 horas
	0,1	0
(preparado conocido de comparación)		
	0,1	100
	0,01	100
	0,1	100
	0,01	99
	0,1	100
	0,01	45
	0,1	99
	0,01	85

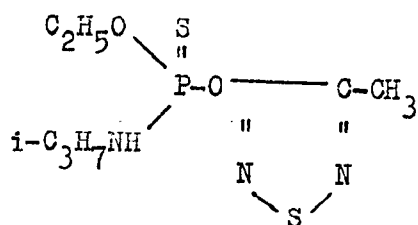


Sustancia activa (constitución)	concentración de sust. act. en %	grado de destruc- ción en % al cabo de 24 horas
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ (\text{n-C}_8\text{H}_{17}\text{O})_2\text{P-O} \text{---} \text{---} \\ \parallel \quad \parallel \\ \text{N} \quad \text{S} \quad \text{N} \end{array}$	0,1	100
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{S} \\ \diagdown \quad \parallel \\ \text{P-O} \text{---} \text{---} \\ \diagup \quad \parallel \\ \text{i-C}_3\text{H}_7\text{O} \quad \text{N} \quad \text{S} \quad \text{N} \end{array}$	0,1 0,01	100 80
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{S} \\ \diagdown \quad \parallel \\ \text{P-O} \text{---} \text{---} \\ \diagup \quad \parallel \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{N} \quad \text{S} \quad \text{N} \end{array}$	0,1 0,01	100 100
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \\ \diagdown \quad \parallel \\ \text{P-O} \text{---} \text{---} \text{CH}_3 \\ \diagup \quad \parallel \\ \text{C}_6\text{H}_5 \quad \text{N} \quad \text{S} \quad \text{N} \end{array}$	0,1	100
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{S} \\ \diagdown \quad \parallel \\ \text{P-O} \text{---} \text{---} \\ \diagup \quad \parallel \\ \text{i-C}_3\text{H}_7\text{NH} \quad \text{N} \quad \text{S} \quad \text{N} \end{array}$	0,1 0,01	100 95



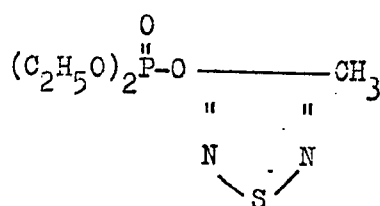
Sustancia activa
(constitución)

concentración grado de destruc-
de sust. act. ción en % al cabo
en % de 24 horas



0,1

98



0,1

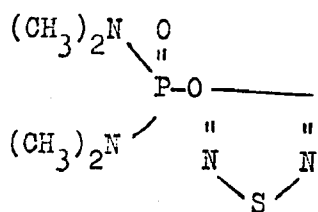
100

0,01

100

0,001

40

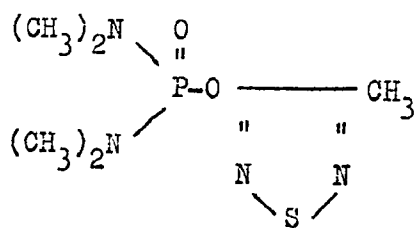


0,1

100

0,01

99

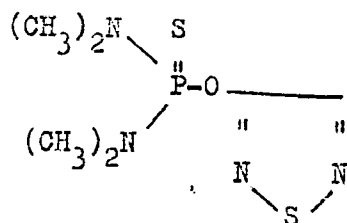


0,1

100

0,01

90



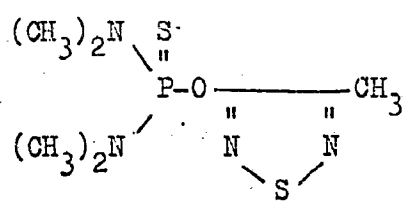
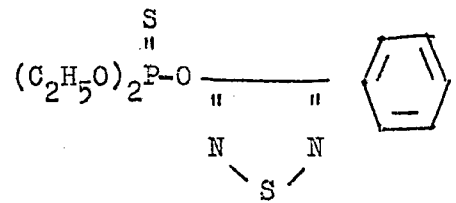
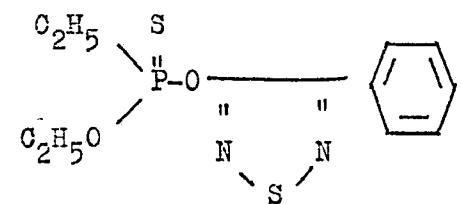
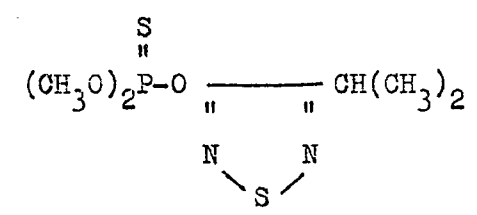
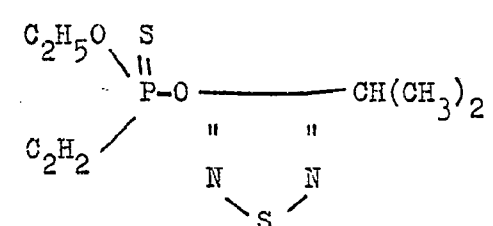
0,1

100



28

-22-

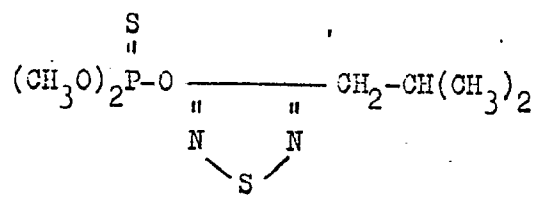
Sustancia activa (constitución)	concentración de sust. act. en %	grado de destruc- ción en % al cabo de 24 horas
	0,1	100
	0,1	99
	0,1 0,01	100 100
	0,1 0,01	100 65
	0,1 0,01	100 98



Sustancia activa
(constitución)

concentración
de sust. act.
en %

grado de destruc-
ción en % al cabo
de 24 horas

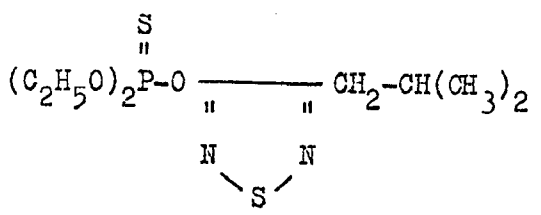


0,1

100

0,01

99

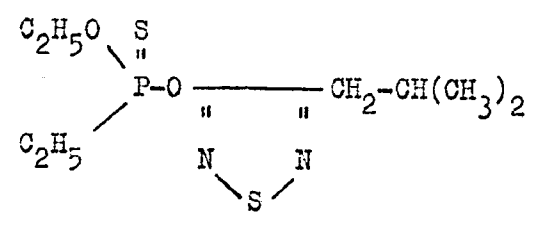


0,1

100

0,01

65



0,1

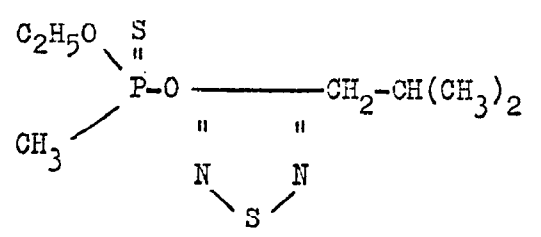
100

0,01

100

0,001

30

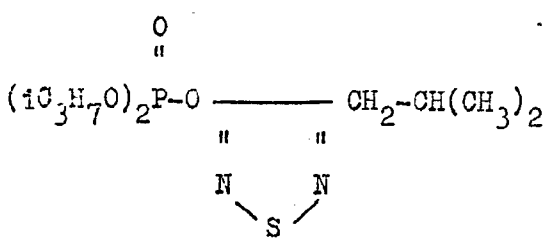


0,1

100

0,01

99



0,1

100

0,01

70



Ejemplo D -

Ensayo con Tetranychus

Disolvente: 3 partes en peso de acetona

emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglí-
cólico.

5.

Para la obtención de una preparación apropiada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de 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.

10.

La preparación de sustancia activa es pulverizada sobre plantas de chauchas (*Phaseolus vulgaris*) de una altura de aproximadamente 10 a 30 cm, hasta su estado de mojadura en que el líquido gotea de las mismas. Las plantas de chauchas están fuertemente atacadas por ácaros hiladores comunes (*Tetranychus urticae*) en todos sus estados de desarrollo.

15.

20.

Al cabo del tiempo indicado, se determina la eficacia de la preparación de sustancia activa, contándose los insectos muertos. El grado de destrucción así obtenido es indicado en %, significando 100% que todos los ácaros hiladores fueron matados, y 0 % que no fue matado ningún ácaro hilador.

25.

Las sustancias activas, las concentraciones de las sustancias activas, el tiempo de evaluación y los resultados surgen de la siguiente tabla 4:

**POOR
QUALITY**



T A B L A 4

Sustancia activa (constitución)	concentración de sust. act. en %	grado de destruc- ción en % al cabo de 48 horas
$ \begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{O} \quad \text{N} \text{---} \text{C} \text{---} \text{CH}_3 \\ \parallel \quad \parallel \\ \text{P} \text{---} \text{O} \text{---} \text{C} \quad \text{N} \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \end{array} $	0,1	98
	0,01	0
(preparado conocido de comparación)		
$ \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P} \text{---} \text{O} \text{---} \text{---} \text{---} \\ \parallel \quad \parallel \\ \text{N} \quad \text{S} \quad \text{N} \end{array} $	0,1	100
	0,01	90
$ \begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{O} \\ \diagdown \quad \parallel \\ \text{P} \text{---} \text{O} \text{---} \text{---} \text{---} \\ \diagup \quad \parallel \\ \text{i-C}_3\text{H}_7\text{O} \quad \text{N} \quad \text{S} \quad \text{N} \end{array} $	0,1	100
	0,01	98
	0,001	70
$ \begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P} \text{---} \text{O} \text{---} \text{---} \text{CH}_2 \text{---} \text{CH} (\text{CH}_3)_2 \\ \parallel \quad \parallel \\ \text{N} \quad \text{S} \quad \text{N} \end{array} $	0,1	100
	0,01	95



Ejemplo E -

Ensayo de tiempo letal TL_{100} con dípteros

Insectos de ensayo: *Musca domestica* y *Aedes aegypti*

Disolvente: acetona

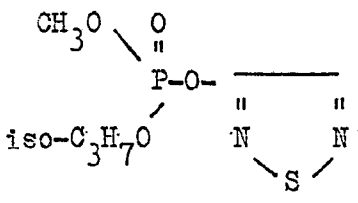
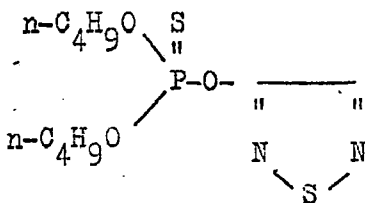
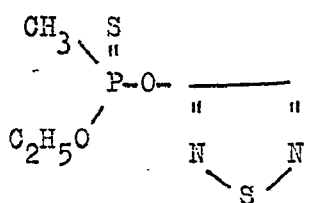
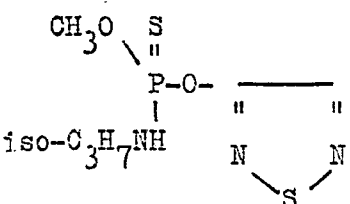
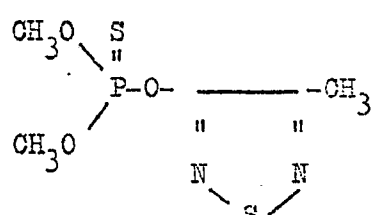
5. 2 partes en peso de sustancia activa son introducidas en 1000 partes en volumen de disolvente. La solución obtenida es diluida con una cantidad ulterior de disolvente hasta las concentraciones deseadas.
10. 2,5 ml de la solución de sustancia activa son transferidos con una pipeta a una placa de Petri, sobre cuyo fondo se encuentra un papel filtrante de un diámetro de aproximadamente 9,5 cm. La placa de Petri permanece abierta, hasta que se haya evaporado todo el disolvente. Según la concentración de la solución de sustancia activa, difiere la cantidad de sustancia activa por m^2 de papel filtrante. Subsiguientemente se colocan aproximadamente 25 insectos de ensayo en la placa de Petri y se tapa ésta con una tapa de vidrio.
15. El estado de los insectos de ensayo es controlado continuamente. Se determina aquel tiempo que es necesario para un efecto de abatimiento al 100%.
20. Los insectos de ensayo, las sustancias activas, las concentraciones de las sustancias activas y los tiempos, al cabo de los cuales se presenta un efecto de abatimiento al 100%, surgen de la siguiente tabla 5.
- 25.

28 MAY 1969

T A B L A 5

Sustancia activa (constitución)	insectos de ensayo	concentración de sust. act. de la solución en %	TL ₁₀₀
a) <u>Compuestos según la invención</u>			
$ \begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{O}-\text{---} \\ \text{CH}_3\text{O} \quad \quad \quad \text{N} \quad \text{N} \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \backslash \quad / \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{S} \end{array} $	Musca domestica	0,2	18'
		0,02	30'
		0,002	6 ^h
$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{O}-\text{---} \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \quad \quad \text{N} \quad \text{N} \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \backslash \quad / \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{S} \end{array} $	Musca domestica	0,2	17'
		0,02	38'
		0,002	8 h
$ \begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{O}-\text{---} \\ \text{CH}_3\text{O} \quad \quad \quad \text{N} \quad \text{N} \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \backslash \quad / \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{S} \end{array} $	Musca doméstica	0,2	16'
		0,02	40'
		0,002	90'
$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{O}-\text{---} \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \quad \quad \text{N} \quad \text{N} \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \backslash \quad / \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{S} \end{array} $	Musca domestica	0,2	15'
		0,02	25'
		0,002	65'
		0,0002	4 ^h = 60 %
$ \begin{array}{c} \text{CH}_3\text{C} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{O}-\text{---} \\ \text{iso-C}_3\text{H}_7\text{O} \quad \quad \quad \text{N} \quad \text{N} \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \backslash \quad / \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{S} \end{array} $	Musca domestica	0,2	20'
		0,02	50'
		0,002	240'
		0,0002	8 ^h = 20 %



Sustancia activa (constitución)	insectos de ensayo	concentración de sust. act. de la solución en %	TL ₁₀₀
	Musca domestica	0,2	15'
		0,02	30'
		0,002	145'
		0,0002	8 ^h = 70 %
	Musca domestica	0,2	60'
		0,02	140'
		0,002	240'
		0,0002	8 ^h = 30 %
	Musca domestica	0,2	20'
		0,02	40'
		0,002	105'
	Musca domestica	0,2	35'
		0,02	75'
		0,002	105'
		0,0002	4 ^h = 80 %
	Musca domestica	0,2	15'
		0,02	50'
		0,002	100'
		0,0002	175'



28 FEB 1969

Sustancia activa (constitución)	insectos de ensayo	concentración de sust. act. de la solución en %	TL ₁₀₀
------------------------------------	-----------------------	--	-------------------

$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{O}-\text{---}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \parallel \quad \parallel \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{N} \quad \text{N} \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \backslash \quad / \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{S} \end{array} $	Musca domestica	0,2	35'
		0,02	50'
		0,002	140'
		0,0002	4 ^h = 30 %

$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{O}-\text{---}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \parallel \quad \parallel \\ \text{CH}_3 \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{N} \quad \text{N} \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \backslash \quad / \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{S} \end{array} $	Musca domestica	0,2	10'
		0,02	40'
		0,002	135'

$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{O}-\text{---}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \parallel \quad \parallel \\ \text{C}_2\text{H}_5 \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{N} \quad \text{N} \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \backslash \quad / \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{S} \end{array} $	Musca domestica	0,2	20'
		0,02	40'
		0,002	105'
		0,0002	4 ^h = 70 %

$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{O}-\text{---}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \parallel \quad \parallel \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{N} \quad \text{N} \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \backslash \quad / \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{S} \end{array} $	Musca domestica	0,2	5'
		0,02	20'
		0,002	180'
		0,0002	200'

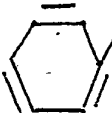
b) Preparados de comparación
conocidos de la Patente ale-
mana publicada nº 1.193.953

$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \quad \text{N} \quad \text{C} - \text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \parallel \quad \parallel \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{O}-\text{C} \quad \quad \quad \text{N} \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \backslash \quad / \\ \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{S} \end{array} $	Musca domestica	0,2	35'
		0,02	6 ^h



28. Ene 1960

-30-

Sustancia activa (constitución)	insectos de ensayo	concentración de sust. act. de la solución en %	TL ₁₀₀
$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \quad \text{N} \text{---} \text{C-CH}_3 \\ \parallel \quad \parallel \quad \parallel \\ \text{P-O-C} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{S} \quad \text{N} \end{array} $	Musca domestica	0,2	35'
		0,02	110'
$ \begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{S} \quad \text{N} \text{---} \text{C-CH}_3 \\ \parallel \quad \parallel \quad \parallel \\ \text{P-O-C} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{S} \quad \text{N} \end{array} $	Musca domestica	0,2	55'
		0,02	130'
$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \quad \text{N} \text{---} \text{C-CH}_3 \\ \parallel \quad \parallel \quad \parallel \\ \text{P-O-C} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{S} \quad \text{N} \end{array} $ 	Musca domestica	0,2	6 ^h
$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{O} \quad \text{N} \text{---} \text{C-CH}_3 \\ \parallel \quad \parallel \quad \parallel \\ \text{P-O-C} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{S} \quad \text{N} \end{array} $	Musca domestica	0,2	60'
		0,02	240'
$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{O} \quad \text{N} \text{---} \text{C-CH}_3 \\ \parallel \quad \parallel \quad \parallel \\ \text{P-O-C} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{S} \quad \text{N} \end{array} $	Musca domestica	0,2	180'
		0,02	8 ^h = 30 %

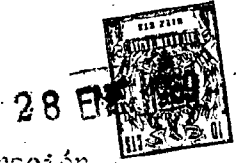


Sustancia activa (constitución)	insectos de ensayo	concentración de sust. act. de la solución en ‰	TL ₁₀₀
c) Compuestos según la invención			
<chem>COP(=S)(OC)1N=NS1</chem>	Aedes aegypti	0,2	60'
		0,02	60'
		0,002	120'
		0,0002	120'
<chem>COP(=S)(O)OC1=NS=N1</chem>	Aedes aegypti	0,2	60'
		0,02	60'
		0,002	120'
		0,0002	120'
<chem>CCOP(=S)(OC)1N=NS1</chem>	Aedes aegypti	0,2	60'
		0,02	120'
		0,002	120'
		0,0002	120'
<chem>CC(C)OP(=S)(OC)1N=NS1</chem>	Aedes aegypti	0,2	60'
		0,02	60'
		0,002	120'
		0,0002	120'
<chem>CCCCOP(=S)(OC)1N=NS1</chem>	Aedes aegypti	0,2	60'
		0,02	60'
		0,002	180'



28 ENE 1969

Sustancia activa (constitución)	insectos de ensayo	concentración de sust. activ. de la solución en ‰	TL ₁₀₀
<chem>CC(=S)OP(=O)(O)N1C=NC=S1</chem>	Aedes aegypti	0,2	60'
		0,02	60'
		0,002	120'
		0,0002	180'
<chem>COC(=S)OP(=O)(NC(C)C)N1C=NC=S1</chem>	Aedes aegypti	0,2	60'
		0,02	60'
		0,002	60'
		0,0002	120'
		0,00002	180'
<chem>CC(=S)OP(=O)(O)C1=CC=CC=C1</chem>	Aedes aegypti	0,2	60'
		0,02	60'
		0,002	120'
		0,0002	180'
		0,00002	3 ^h = 70 ‰
<chem>CCOP(=O)(O)OP(=O)(O)N1C=NC=S1</chem>	Aedes aegypti	0,2	60'
		0,02	60'
		0,002	60'
		0,0002	120'
		0,00002	180'

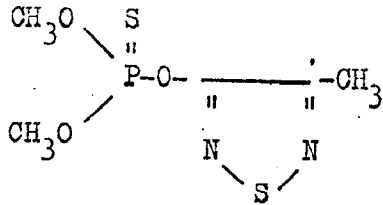


Sustancia activa
(constitución)

insectos
de ensayo

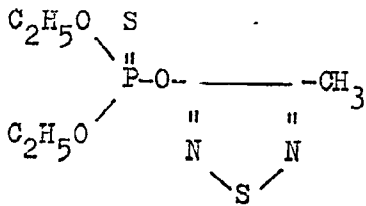
concentración
de sust. act.
de la solución
en %

TL₁₀₀



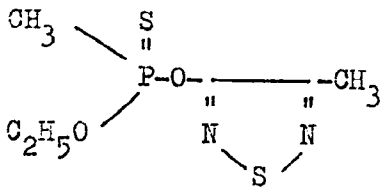
Aedes aegypti

0,2 60'
0,02 60'
0,002 60'
0,0002 120'



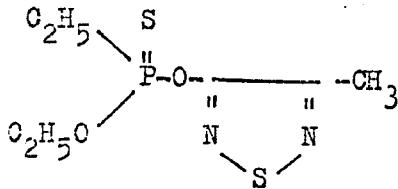
Aedes aegypti

0,2 60'
0,02 50'
0,002 120'



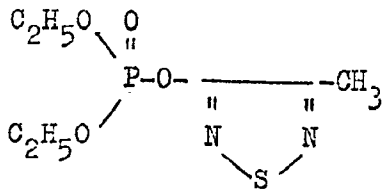
Aedes aegypti

0,2 60'
0,02 60'
0,002 120'
0,0002 120'



Aedes aegypti

0,2 60'
0,02 60'
0,002 60'
0,0002 120'



Aedes aegypti

0,2 60'
0,02 60'
0,002 60'
0,0002 120'
0,00002 180'



Sustancia activa (constitución)	insectos de ensayo	concentración de sust. act. de la solución en %	TL ₁₀₀
$(\text{CH}_3)_2\text{CH}-\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ \text{---} \\ \text{N} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{S} \end{array}-\text{O}-\overset{\text{S}}{\parallel}{\text{P}}(\text{OCH}_3)_2$	Musca domestica	0,2	15'
		0,02	35'
		0,002	100'
		0,0002	6 h
$(\text{CH}_3)_2\text{CH}-\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ \text{---} \\ \text{N} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{S} \end{array}-\text{O}-\overset{\text{S}}{\parallel}{\text{P}}\begin{array}{l} \diagup \text{OC}_2\text{H}_5 \\ \diagdown \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	Musca domestica	0,2	30'
		0,02	55'
		0,002	160'
		0,0002	8 h = 30 %
$(\text{CH}_3)_2\text{CH}-\text{CH}_2-\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ \text{---} \\ \text{N} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{S} \end{array}-\text{O}-\overset{\text{S}}{\parallel}{\text{P}}(\text{OCH}_3)_2$	Musca domestica	0,2	25'
		0,02	50'
		0,002	120'
		0,0002	8 h = 50 %
$(\text{CH}_3)_2-\text{CH}-\text{CH}_2-\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ \text{---} \\ \text{N} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{S} \end{array}-\text{O}-\overset{\text{S}}{\parallel}{\text{P}}\begin{array}{l} \diagup \text{OC}_2\text{H}_5 \\ \diagdown \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	Musca domestica	0,2	30'
		0,02	75'
		0,002	100'
		0,0002	200'
$(\text{CH}_3)_2\text{CH}-\text{CH}_2-\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{---} \\ \text{N} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{S} \end{array}-\text{O}-\overset{\text{S}}{\parallel}{\text{P}}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$	Musca domestica	0,2	40'
		0,02	90'
		0,002	215'
		0,0002	8 h = 90 %
$(\text{CH}_3)_2\text{CH}-\text{CH}_2-\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ \text{---} \\ \text{N} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{S} \end{array}-\text{O}-\overset{\text{S}}{\parallel}{\text{P}}\begin{array}{l} \diagup \text{CH}_3 \\ \diagdown \text{OC}_2\text{H}_5 \end{array}$	Musca domestica	0,2	30'
		0,02	55'
		0,002	120'
		0,0002	8 h = 30 %



28.11.1939

Sustancia activa
(constitución)

insectos
de ensayo

concentración
de sust. act.
de la solución
en %

TL
100

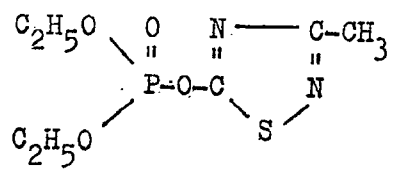
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{S} \\ \\ \text{P}-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)_2 \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \\ \text{N} \quad \text{N} \\ \backslash \quad / \\ \text{S} \end{array}$	Aedes aegypti	0,2	60'
		0,02	60'
		0,002	120'
		0,0002	3 ^h = 50 %
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)_2 \\ \quad \\ \text{N} \quad \text{N} \\ \backslash \quad / \\ \text{S} \end{array}$	Aedes aegypti	0,2	60'
		0,02	60'
		0,002	120'

d) Preparados de comparación
conocidos de la Patente ale-
mana publicada nº 1.193.953

$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \quad \text{N} \quad \text{C}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \\ \text{P}-\text{O}-\text{C} \\ \quad \backslash \quad / \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \quad \text{N} \end{array}$	Aedes aegypti	0,2	60'
		0,02	60'
		0,002	3 ^h = 30 %
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \quad \text{N} \quad \text{C}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \\ \text{P}-\text{O}-\text{C} \\ \quad \backslash \quad / \\ \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{S} \quad \text{N} \end{array}$	Aedes aegypti	0,2	60'
		0,02	60'
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{S} \quad \text{N} \quad \text{C}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \\ \text{P}-\text{O}-\text{C} \\ \quad \backslash \quad / \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \quad \text{N} \end{array}$	Aedes aegypti	0,2	60'
		0,02	180'
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \quad \text{N} \quad \text{C}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \\ \text{P}-\text{O}-\text{C} \\ \quad \backslash \quad / \\ \text{C}_6\text{H}_5 \quad \text{S} \quad \text{N} \end{array}$	Aedes aegypti	0,2	3 ^h = 0 %



Sustancia activa (constitución)	insectos de ensayo	concentración de sust. act. de la solución en %	TL ₁₀₀
------------------------------------	-----------------------	--	-------------------



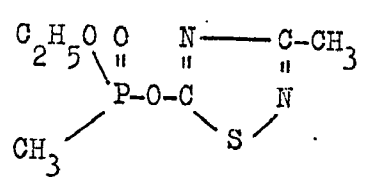
Aedes aegypti

0,2

60'

0,02

3h = 90 %



Aedes aegypti

0,2

60'

0,02

120'

Ejemplo F -

Ensayo de tiempo letal TL₁₀₀

Insectos de ensayo: Sitophilus granarius y Blatta orientalis

5.

Disolvente: acetona

2 partes en peso de sustancia activa son introducidas en 1000 partes en volumen de disolvente. La solución así obtenida es diluida con una cantidad ulterior de disolvente hasta las concentraciones deseadas.

10.

2,5 ml de la solución de sustancia activa son transferidos con una pipeta a una placa de Petri, sobre cuyo fondo se encuentra un papel filtro de un diámetro de aproximadamente 9,5 cm. La placa de Petri permanece abierta, hasta que se haya evaporado todo el disolvente. Según la concentración

15.



de la solución de sustancia activa, difiere la cantidad de sustancia activa por m² de papel filtrante.

Subsiguientemente se colocan aproximadamente 25 insectos de ensayo en la placa de Petri y se tapa ésta con una tapa de vidrio.

5.

El estado de los insectos de ensayo es controlado al cabo de 1 día y de 3 días a contar del comienzo de los ensayos. Se determina el efecto de abatimiento al 100%.

10.

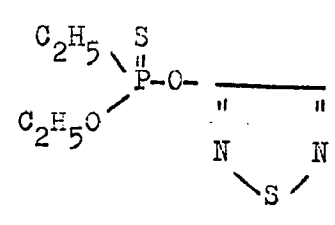
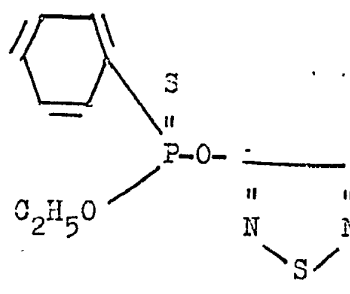
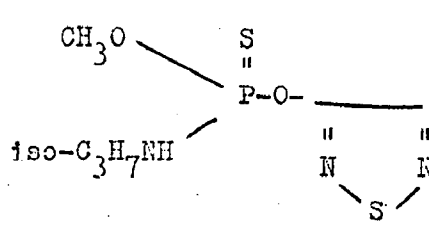
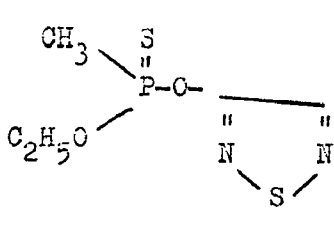
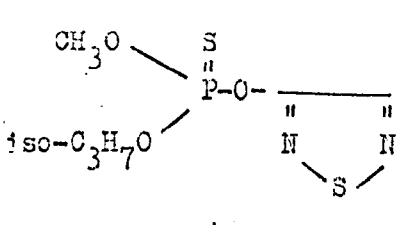
Las sustancias activas, las concentraciones de las sustancias activas, los insectos de ensayo y los resultados surgen de la siguiente tabla 6:

T A B L A 6

Substancia activa (constitución)	Ensayo de tiempo T_{100} Insectos de ensayo	Concentración de subst. act. de la solución en %	destrucción en %
a) Compuesto según la invención			
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P} - \text{O} - \text{---} \\ \quad \quad \quad \quad \quad \parallel \quad \quad \parallel \\ \text{CH}_3\text{O} \quad \quad \quad \text{N} \quad \text{S} \quad \text{N} \end{array}$	Blatta orientalis	0,2	100
	"	0,02	100
	"	0,002	30
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P} - \text{O} - \text{---} \\ \quad \quad \quad \quad \quad \parallel \quad \quad \parallel \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \quad \quad \text{N} \quad \text{S} \quad \text{N} \end{array}$	Blatta orientalis	0,2	100
	"	0,02	100
	"	0,002	60
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P} - \text{O} - \text{---} \\ \quad \quad \quad \quad \quad \parallel \quad \quad \parallel \\ \text{CH}_3\text{O} \quad \quad \quad \text{N} \quad \text{S} \quad \text{N} \end{array}$	Blatta orientalis	0,2	100
	"	0,02	100



28 FEB 1969

Sustancia activa (constitución)	insectos de ensayo	concentración de sust. act. de la solución en %	Destrucción en %
	Blatta orientalis	0,2	100
		0,02	100
		0,002	90
	Blatta orientalis	0,2	100
		0,02	100
		0,002	50
	Blatta orientalis	0,2	100
		0,02	100
		0,002	30
	Blatta orientalis	0,2	100
		0,02	100
	Blatta orientalis	0,2	100
		0,02	100
		0,002	60



28

Sustancia activa (constitución)	insectos de ensayo	concentración de sust. act. de la solución en %	Destrucción en %
------------------------------------	-----------------------	--	---------------------

$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{O} \\ \diagup \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array} \text{---} \begin{array}{c} \text{N} \\ \diagdown \\ \text{N} \\ \diagup \\ \text{S} \end{array}$	Blatta orientalis	0,2	100
			0,02
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{O} \\ \diagup \\ \text{iso-C}_3\text{H}_7\text{O} \end{array} \text{---} \begin{array}{c} \text{N} \\ \diagdown \\ \text{N} \\ \diagup \\ \text{S} \end{array}$	Blatta orientalis	0,2	100
		0,02	100
		0,002	100
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{O} \\ \diagup \\ \text{CH}_3\text{O} \end{array} \text{---} \begin{array}{c} \text{S} \\ \diagdown \\ \text{N} \\ \diagup \\ \text{S} \end{array} \text{---} \text{CH}_3$	Blatta orientalis	0,2	100
		0,02	100
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{O} \\ \diagup \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array} \text{---} \begin{array}{c} \text{S} \\ \diagdown \\ \text{N} \\ \diagup \\ \text{S} \end{array} \text{---} \text{CH}_3$	Blatta orientalis	0,2	100
		0,02	100
		0,002	30
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{O} \\ \diagup \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array} \text{---} \begin{array}{c} \text{S} \\ \diagdown \\ \text{N} \\ \diagup \\ \text{S} \end{array} \text{---} \text{CH}_3$	Blatta orientalis	0,2	100
		0,02	100
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{O} \\ \diagup \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array} \text{---} \begin{array}{c} \text{S} \\ \diagdown \\ \text{N} \\ \diagup \\ \text{S} \end{array} \text{---} \text{CH}_3$	Blatta orientalis	0,2	100
		0,02	100
		0,002	30



Sustancia activa (constitución)	insectos de ensayo	concentración de sust. act. de la solución en %	Destrucción en %
$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{O}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \parallel \quad \parallel \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \quad \text{N} \quad \text{N} \\ \quad \quad \quad \quad \quad \diagdown \quad \diagup \\ \quad \quad \quad \quad \quad \text{S} \end{array} $	Blatta orientalis	0,2	100
		0,02	100
b) <u>Preparados de comparación</u>			
<u>conocidos de la Patente ale-</u>			
<u>mana publicada Nº 1.193.953</u>			
$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \quad \text{N}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \parallel \quad \parallel \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{O}-\text{C} \quad \text{N} \\ \quad \quad \quad \diagdown \quad \diagup \\ \quad \quad \quad \quad \quad \text{S} \end{array} $	Blatta orientalis	0,2	100
		0,02	0
$ \begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{S} \quad \text{N}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \parallel \quad \parallel \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{O}-\text{C} \quad \text{N} \\ \quad \quad \quad \diagdown \quad \diagup \\ \quad \quad \quad \quad \quad \text{S} \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array} $	Blatta orientalis	0,2	100
$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \quad \text{N}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \parallel \quad \parallel \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{O}-\text{C} \quad \text{N} \\ \quad \quad \quad \diagdown \quad \diagup \\ \quad \quad \quad \quad \quad \text{S} \\ \text{C}_2\text{H}_5 \end{array} $	Blatta orientalis	0,2	100
$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \quad \text{N}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \parallel \quad \parallel \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{O}-\text{C} \quad \text{N} \\ \quad \quad \quad \diagdown \quad \diagup \\ \quad \quad \quad \quad \quad \text{S} \\ \text{C}_6\text{H}_5 \end{array} $	Blatta orientalis	0,2	0

28 EN 1953

Sustancia activa (constitución) insectos de ensayo concentración de sust. act. de la solución en % Destrucción en %

$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{-P-O-} \end{array} \begin{array}{c} \text{---} \\ \quad \\ \text{N} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad / \\ \text{S} \end{array} \text{-CH}_2\text{-CH-(CH}_3)_2$	<p><i>Blatta orientalis</i></p>	<p>0,2 0,02</p>	<p>100 100</p>
--	---------------------------------	---------------------	--------------------

$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ (\text{CH}_3\text{O})_2\text{-P-O-} \end{array} \begin{array}{c} \text{---} \\ \quad \\ \text{N} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad / \\ \text{S} \end{array} \text{-CH(CH}_3)_2$	<p><i>Sitophilus granarius</i></p>	<p>0,2 0,02 0,002</p>	<p>100 100 80</p>
--	------------------------------------	-------------------------------	---------------------------

$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \\ \diagdown \quad \\ \text{P-O-} \end{array} \begin{array}{c} \text{---} \\ \quad \\ \text{N} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad / \\ \text{S} \end{array} \text{-CH(CH}_3)_2$	<p><i>Sitophilus granarius</i></p>	<p>0,2 0,02 0,002</p>	<p>100 100 100</p>
---	------------------------------------	-------------------------------	----------------------------

$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ (\text{CH}_3\text{O})_2\text{-P-O-} \end{array} \begin{array}{c} \text{---} \\ \quad \\ \text{N} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad / \\ \text{S} \end{array} \text{-CH}_2\text{-CH(CH}_3)_2$	<p><i>Sitophilus granarius</i></p>	<p>0,2 0,02 0,002</p>	<p>100 100 90</p>
--	------------------------------------	-------------------------------	---------------------------

$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{-P-O-} \end{array} \begin{array}{c} \text{---} \\ \quad \\ \text{N} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad / \\ \text{S} \end{array} \text{-CH}_2\text{-CH(CH}_3)_2$	<p><i>Sitophilus granarius</i></p>	<p>0,2 0,02 0,002</p>	<p>100 100 100</p>
---	------------------------------------	-------------------------------	----------------------------

d) Preparados de comparación
conocidos de la Patente ale-
mana publicada nº 1.193.953



Ejemplos:

En lo siguiente, se dan ejemplos explicativos del procedimiento reivindicativo. Los respectivos compuestos pueden ser preparados según el modo operativo general indicado a continuación:

Modo operativo general:

5. 0,3 moles de un 3-hidroxi-1,2,5-tiadiazol de la estructura (II) son agitados en 500 ml de acetonitrilo o un disolvente, tal como acetona, metiletilcetona o dimetilformamida, conjuntamente con 42 g de carbonato de potasio seco finamente tamizado durante 30 minutos a la temperatura de ebullición; entonces se agregan gota a gota 0,3 moles del respectivo éster o
10. de la respectiva amida de éster de ácido fosfórico, fosfónico, tionofosfórico o tionofosfónico de la fórmula (III) a la mezcla de reacción y se agita la última todavía durante algunas horas con reflujo. Subsiguientemente se enfría la preparación, se la vierte en agua, se la recoge con un disolvente, tal como cloruro de metileno, cloroformo, éter o benceno, se lava la solución con agua, subsiguientemente con lejía de potasa cáustica 1-normal y después otra vez con agua para eliminar los componentes hidrosolubles. Finalmente se seca la fase orgánica sobre sulfato de sodio calcinado,
15. se elimina el disolvente bajo presión reducida, al final, a aproximadamente 0,01 Torr, y 70-80°C. El éster $\left[1,2,5\text{-tiadiazolílico-(3)}\right]$, respectivamente la amida de éster $\left[1,2,5\text{-tiadiazolílico-(3)}\right]$ de ácido fosfórico, fosfónico, tionofosfórico, respectivamente tionofosfónico se presenta, en la mayoría de los casos, en
- 20.
- 25.
- 30.



forma de un aceite debilmente amarillo con un rendimiento de entre 80% y 95% de la teoria, como sustancia cromatograficamente homogenea.

-48- Bis



28 ENE 1969

	S (%)		fórmula de suma	peso molecular
	calo.	enc.		
28	25,18	25,05	$C_6H_{11}N_2O_3PS_2$	254,3
68	13,43	12,95	$C_6H_{11}NO_4PS$	238,2
62	22,35	22,70	$C_{10}H_{11}N_2O_2PS$	286,3
87	30,48	28,59	$C_4H_7N_2O_2PS_2$	210,2
72	28,35	27,42	$C_4H_7N_2O_3PS$	226,2

POOR
QUALITY

**POOR
QUALITY**

-49-

-49- Aij

28

28

peso molecular

fórmula de suma

S (%) calc. enc.

Analisis P (%) calc. enc.

N (%) calc. enc.

Índice de refracción (20)

rendimiento (%) de la teoría

Constitución

Nº de orden

6	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$	94	1,5353	(22)	11,75	11,42	26,97	26,75	$\text{C}_6\text{H}_{11}\text{N}_2\text{O}_2\text{PS}_2$	238,3
7	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{C}_3\text{H}_7\text{O} \end{array}$	86	1,5124	(22)	11,02	10,37	25,18	24,81	$\text{C}_6\text{H}_{11}\text{N}_2\text{O}_3\text{PS}_2$	254,3
8	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{C}_3\text{H}_7\text{O} \end{array}$	89	1,4711	(22,3)	11,75	11,31	13,43	13,00	$\text{C}_6\text{H}_{11}\text{N}_2\text{O}_4\text{PS}$	233,2
9	$\begin{array}{c} \text{nC}_4\text{H}_9 \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{nC}_4\text{H}_9\text{O} \end{array}$	94	1,4688	(22)	9,53	9,43	10,88	10,77	$\text{C}_{10}\text{H}_{19}\text{N}_2\text{O}_4\text{PS}$	294,3
10	$\begin{array}{c} \text{nC}_4\text{H}_9 \quad \text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{nC}_4\text{H}_9\text{O} \end{array}$	73	1,4973	(22)	9,02	8,59	20,63	20,14	$\text{C}_{10}\text{H}_{19}\text{N}_2\text{O}_3\text{PS}_2$	310,4
11	$\begin{array}{c} \text{nC}_8\text{H}_{17} \quad \text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{nC}_8\text{H}_{17}\text{O} \end{array}$	88	1,4852	(23,5)	6,63	5,60	15,17	14,35	$\text{C}_{18}\text{H}_{35}\text{N}_2\text{O}_3\text{PS}_2$	422,5
12	$\begin{array}{c} \text{nC}_8\text{H}_{17} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{nC}_8\text{H}_{17}\text{O} \end{array}$	89	1,4667	(23,5)	6,90	6,65	7,88	7,51	$\text{C}_{18}\text{H}_{35}\text{N}_2\text{O}_4\text{PS}$	406,5

Nº de orden	Constitución	rendimiento (%) de la teoría	índice de refracción n_D	(20)	N (%) calc. enc.	Análisis F cal.
6	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$	94	1,5353	(22)	11,75 11,42	13
7	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{iC}_3\text{H}_7\text{O} \end{array}$	86	1,5124	(22)	11,02 10,37	12
8	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{iC}_3\text{H}_7\text{O} \end{array}$	89	1,4711	(22,3)	11,75 11,31	13
9	$\begin{array}{c} \text{nC}_4\text{H}_9\text{O} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{nC}_4\text{H}_9\text{O} \end{array}$	94	1,4688	(22)	9,53 9,43	10
10	$\begin{array}{c} \text{nC}_4\text{H}_9\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{nC}_4\text{H}_9\text{O} \end{array}$	73	1,4973	(22)	9,02 8,59	9
11	$\begin{array}{c} \text{nC}_8\text{H}_{17}\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{nC}_8\text{H}_{17}\text{O} \end{array}$	88	1,4852	(23,5)	6,63 5,80	7
12	$\begin{array}{c} \text{nC}_8\text{H}_{17}\text{O} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{nC}_8\text{H}_{17}\text{O} \end{array}$	89	1,4667	(23,5)	6,90 6,55	7

**POOR
QUALITY**

-49- Bis

28



28

28

Análisis F (%) calc. enc.	S (%) calc. enc.	fórmula de suma	peso molecular
---------------------------------	---------------------	--------------------	-------------------

13,02 13,34	26,97 26,75	$C_6H_{11}N_2O_2PS_2$	238,3
-------------	-------------	-----------------------	-------

12,18 11,97	25,18 24,81	$C_6H_{11}N_2O_3PS_2$	254,3
-------------	-------------	-----------------------	-------

13,00 12,95	13,43 13,00	$C_6H_{11}N_2O_4PS$	238,2
-------------	-------------	---------------------	-------

10,54 10,58	10,88 10,77	$C_{10}H_{19}N_2O_4PS$	294,3
-------------	-------------	------------------------	-------

9,99 10,41	20,63 20,14	$C_{10}H_{19}N_2O_3PS_2$	310,4
------------	-------------	--------------------------	-------

7,34 7,78	15,17 14,35	$C_{18}H_{35}N_2O_3PS_2$	422,5
-----------	-------------	--------------------------	-------

7,64 8,10	7,88 7,61	$C_{18}H_{35}N_2O_4PS$	406,5
-----------	-----------	------------------------	-------

**POOR
QUALITY**



28

20

Nº de orden	Constitución	rendimiento (% de la teoría)	índice de refracción n_D	N (%)	enc. calc.	enc. P (%)	enc. S (%)	calo. enc.	fórmula de surs	peso molecular
-------------	--------------	------------------------------	----------------------------	-------	------------	------------	------------	------------	-----------------	----------------

13	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{S} \\ \\ \text{P-OA} \\ / \quad \backslash \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$	92	1,5333 (25,5)	12,48	11,90	13,83	13,30	28,55	27,48	224,
----	---	----	---------------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	------

14	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \\ \\ \text{S} \\ \\ \text{P-OA} \\ / \quad \backslash \\ \text{C}_3\text{H}_7\text{NH} \end{array}$	84	1,5330 (25)	16,63	16,04	12,27	12,68	25,30	24,95	253,3
----	--	----	-------------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

15	$\begin{array}{c} (\text{CH}_3)_2\text{N} \\ \\ \text{O} \\ \\ \text{P-OA} \\ / \quad \backslash \\ (\text{CH}_3)_2 \end{array}$	93	1,4998 (25,5)	23,73	23,44	13,13	13,35	13,55	13,13	236,2
----	--	----	---------------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

16	$\begin{array}{c} (\text{CH}_3)_2\text{N} \\ \\ \text{S} \\ \\ \text{P-OA} \\ / \quad \backslash \\ (\text{CH}_3)_2\text{N} \end{array}$	83	1,5458 (23,5)	22,20	21,14	12,27	13,10	25,43	24,37	252,3
----	--	----	---------------	-------	-------	-------	-------	-------	-------	-------

POOR QUALITY

Nº de orden	Constitución	rendimiento (% de la teoría)	índice de refracción n_D (20)	N (%) calc.	enc.
13	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{S} \\ \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad / \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$	92	1,5333 (25,5)	12,48	11,90
14	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad / \\ \text{C}_3\text{H}_7\text{NH} \end{array}$	84	1,5330 (25)	16,63	16,04
15	$\begin{array}{c} (\text{CH}_3)_2\text{N} \quad \text{O} \\ \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad / \\ (\text{CH}_3)_2 \end{array}$	93	1,4998 (25,5)	23,73	23,44
16	$\begin{array}{c} (\text{CH}_3)_2\text{N} \quad \text{S} \\ \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \text{P-OA} \\ \quad \quad / \\ (\text{CH}_3)_2\text{N} \end{array}$	83	1,5458 (23,5)	22,28	21,14

POOR
QUALITY

-50-127

28

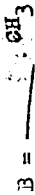
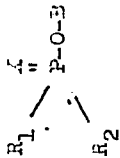


20

enc.	Análisis		S (%)		fórmula de suma	peso molecular
	P (%) calc.	enc.	calc.	enc.		
11,90	13,83	13,30	28,55	27,48	$C_5H_9N_2O_2PS_2$	224,
16,04	12,27	12,88	25,30	24,95	$C_6H_{12}N_3O_2PS_2$	253,3
23,44	13,13	13,35	13,55	13,13	$C_6H_{13}N_4O_2PS$	236,2
21,14	12,27	13,10	25,43	24,37	$C_6H_{13}N_4OPS_2$	252,3

POOR
QUALITY

TABLA II



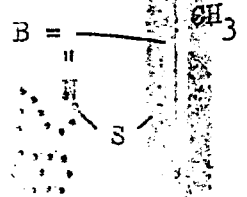
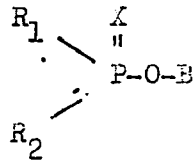
28 Ene 1969

-51- 123

Nº de orden	Constitución	rendimiento (% de la teoría)	índice de refracción n_D (20)	N (%) calc. enc.	Análisis P. (%) calc. enc.	S (%) calc. enc.	fórmula de suma	peso molecular	
1	$ \begin{array}{c} CH_3O \\ \quad \quad \\ \quad \quad P-O-E \\ \quad \quad / \quad \backslash \\ CH_3O \quad \quad \quad S \end{array} $	54	1,5205 (25)	11,66	11,14	12,90	26,70	$C_5H_9N_2O_3PS_2$	240,2
2	$ \begin{array}{c} C_2H_5O \\ \quad \quad \\ \quad \quad P-O-E \\ \quad \quad / \quad \backslash \\ C_2H_5O \quad \quad \quad S \end{array} $	41	1,4722 (26)	11,11	10,30	12,29	13,08	$C_7H_{13}N_2O_4PS$	252,2
3	$ \begin{array}{c} C_2H_5O \\ \quad \quad \\ \quad \quad P-O-E \\ \quad \quad / \quad \backslash \\ C_2H_5O \quad \quad \quad S \end{array} $	91	1,5052 (26)	10,44	10,34	11,57	23,90	$C_7H_{13}N_2O_3PS_2$	266,3
4	$ \begin{array}{c} C_3H_7O \\ \quad \quad \\ \quad \quad P-O-E \\ \quad \quad / \quad \backslash \\ C_3H_7O \quad \quad \quad S \end{array} $	79	1,4919 (26)	9,45	9,36	10,45	21,64	$C_9H_{17}N_2O_3PS_2$	286,

POOR QUALITY

T A B L A II



Nº de orden	Constitución	rendimiento (% de la teoría)	índice de refracción n_D (20)	N (%) calc. enc.		Anál. P. calc.
1	$ \begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \\ \quad \diagdown \\ \quad \quad \text{P-O-B} \\ \quad \diagup \\ \text{CH}_3\text{O} \end{array} $	54	1,5205 (26)	11,66	11,14	12,90
2	$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{O} \\ \quad \diagdown \quad \quad \quad \diagup \\ \quad \quad \quad \text{P-O-B} \\ \quad \diagup \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array} $	41	1,4722 (26)	11,11	10,30	12,20
3	$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \diagdown \quad \quad \quad \diagup \\ \quad \quad \quad \text{P-O-B} \\ \quad \diagup \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array} $	91	1,5052 (26)	10,44	10,34	11,57
4	$ \begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \diagdown \quad \quad \quad \diagup \\ \quad \quad \quad \text{P-OB} \\ \quad \diagup \\ \text{C}_3\text{H}_7\text{O} \end{array} $	79	1,4919 (26)	9,45	9,36	10,45

POOR QUALITY

-51-132



CH₃



Análisis P. (%)		S (%)		fórmula de suma	peso molecular
calc.	enc.	calc.	enc.		
12,90	11,89	26,70	26,29	C ₅ H ₉ N ₂ O ₃ PS ₂	240,2
12,29	12,24	12,71	13,08	C ₇ H ₁₃ N ₂ O ₄ PS	252,2
11,57	11,78	23,90	23,40	C ₇ H ₁₃ N ₂ O ₃ PS ₂	268,3
10,45	10,79	21,64	21,43	C ₉ H ₁₇ N ₂ O ₃ PS ₂	296,

POOR
QUALITY



-52- Bis

-52-

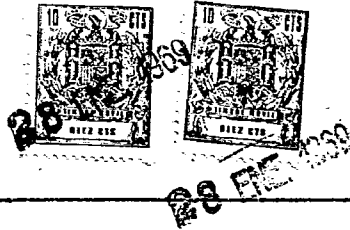
Nº de orden	Constitución	rendi- miento (% de la teoría) H ₂	índice de refracción (20)	N (%) calc. enc.	Análisis P (%) calc.	enc.	S (%) calc. enc.	fórmula de suma	peso molecular		
5	$\begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7\text{O} \\ \\ \text{P}-\text{OB} \\ \\ \text{C}_3\text{H}_7\text{O} \end{array}$	82	1,4943 (26)	9,45	8,45	10,45	11,35	21,64	20,82	$\text{C}_9\text{H}_{17}\text{O}_3\text{PS}_2$	296,3
6	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \\ \text{P}-\text{OB} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	62	1,5208 (26)	11,11	11,93	12,25	12,58	25,42	25,52	$\text{C}_7\text{H}_{13}\text{N}_2\text{O}_2\text{PS}_2$	252,2
7	$\begin{array}{c} (\text{CH}_3)_2\text{N} \\ \\ \text{P}-\text{OB} \\ \\ (\text{CH}_3)_2\text{N} \end{array}$	40	1,4966 (26)	22,38	22,06	12,38	12,93	12,81	13,50	$\text{C}_7\text{H}_{15}\text{N}_4\text{O}_2\text{PS}$	250,3
8	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \\ \text{P}-\text{OB} \\ \\ \text{C}_6\text{H}_5 \end{array}$	60	1,5752 (26)	9,33	8,78	10,31	10,91	21,36	21,01	$\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{N}_2\text{O}_2\text{PS}_2$	300,
9	$\begin{array}{c} (\text{CH}_3)_2\text{N} \\ \\ \text{P}-\text{OB} \\ \\ (\text{CH}_3)_2\text{N} \end{array}$	48	1,5380	21,04	20,53	11,6	12,43	24,08	23,97	$\text{C}_7\text{H}_{15}\text{N}_4\text{O}_2\text{PS}_2$	266,3

POOR QUALITY

Nº de orden	Constitución	rendimiento (% de la teoría)	índice de refracción n_D (26)	N (%)		Análisis P (%)	
				calc.	enc.	calc.	enc.
5	$\begin{array}{c} nC_3H_7O \\ \diagdown \\ S \\ \diagup \\ P-OB \\ \diagup \\ nC_3H_7O \end{array}$	82	1,4943 (26)	9,45	8,45	10,45	11,35
6	$\begin{array}{c} C_2H_5O \\ \diagdown \\ S \\ \diagup \\ P-OB \\ \diagup \\ C_2H_5 \end{array}$	62	1,5208 (26)	11,11	11,93	12,29	12,58
7	$\begin{array}{c} (CH_3)_2N \\ \diagdown \\ O \\ \diagup \\ P-OB \\ \diagup \\ (CH_3)_2N \end{array}$	40	1,4966 (26)	22,38	22,06	12,38	12,93
8	$\begin{array}{c} C_2H_5O \\ \diagdown \\ S \\ \diagup \\ P-OB \\ \diagup \\ C_6H_5 \end{array}$	60	1,5752 (26)	9,33	8,78	10,31	10,91
9	$\begin{array}{c} (CH_3)_2N \\ \diagdown \\ S \\ \diagup \\ P-OB \\ \diagup \\ (CH_3)_2N \end{array}$	48	1,5380	21,04	20,53	11,60	12,43

POOR QUALITY

-52- Bis



enc.	S (%)		fórmula de suma	peso molecular
	calc.	enc.		
11,35	21,64	20,82	$C_{9-17}H_{17-23}N_2O_3PS_2$	296,3
12,58	25,42	25,52	$C_{7-13}H_{11-20}N_2O_2PS_2$	252,2
12,93	12,81	13,50	$C_{7-15}H_{15-4}N_2O_2PS$	250,3
10,91	21,36	21,01	$C_{11-13}H_{13}N_2O_2PS_2$	300,
12,43	24,08	23,97	$C_{7-15}H_{15}N_2OPS_2$	266,3

POOR
QUALITY

13- 173 28
 28

-53-

Nº de orden	Constitución	rendimiento (% de la teoría)	índice de refracción n_D	N (%) calc. end.	Análisis:		fórmula de suma	peso molecular
					P (%) calc. enc.	S (%) calc. enc.		
10	$\begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7\text{NH}_2 \\ \\ \text{P}-\text{OB} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$	48	P.f. 40°C	14,94	11,02	11,40	$\text{C}_8\text{H}_{16}\text{N}_3\text{O}_2\text{PS}_2$	331,4
11	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \\ \\ \text{P}-\text{OB} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	67	1,5291 (26)	11,76	12,99	13,19	$\text{C}_6\text{H}_{11}\text{N}_2\text{O}_2\text{PS}_2$	339,3
12	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \\ \\ \text{P}-\text{OB} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	25	1,5345 (26)	12,50	13,81	13,74	$\text{C}_5\text{H}_9\text{N}_2\text{O}_2\text{PS}_2$	224,2
13	$\begin{array}{c} \text{ClCH}_2 \\ \\ \text{P}-\text{OB} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$	25	1,5361 (26)	10,27	11,36	11,46	$\text{C}_6\text{H}_{10}\text{ClN}_2\text{O}_2\text{PS}_2$	272,7
14	$\begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7\text{O} \\ \\ \text{P}-\text{OB} \\ \\ \text{C}_3\text{H}_7\text{O} \end{array}$	60	1,4619 (26)	10,00	11,05	11,03	$\text{C}_9\text{H}_{17}\text{N}_2\text{O}_4\text{PS}_2$	290,3

POOR QUALITY

Nº de orden	Constitución	rendimiento (% de la teoría)	índice de refracción		N (%)		Anál P (calc)	
			n_D	(20)	calc.	enc.		
10	$ \begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7\text{NH} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \quad \text{P-OB} \\ \quad \quad \quad \quad / \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array} $	48	P.f. 40°C			14,94	14,62	11,02
11	$ \begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OB} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{C}_2\text{H}_5 \end{array} $	67	1,5291	(26)	11,76	-	12,99	
12	$ \begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OB} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{CH}_3 \end{array} $	25	1,5345	(26)	12,50	-	13,81	
13	$ \begin{array}{c} \text{ClCH}_2 \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OB} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array} $	25	1,5361	(26)	10,27	-	11,36	
14	$ \begin{array}{c} \text{C}_3\text{H}_7\text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-OB} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{C}_3\text{H}_7\text{O} \end{array} $	60	1,4619	(26)	10,00	9,81	11,05	

POOR QUALITY

-73- Mis



Análisis:		S (%)		Fórmula de suma	peso molecular
P (%) calc. enc.	calc. enc.	calc. enc.	calc. enc.		
11,02	11,40	22,79	23,06	$C_8H_{16}N_3O_2PS_2$	281,4
12,99	13,19	26,91	26,29	$C_6H_{11}N_2O_2PS_2$	235,3
13,81	13,74	28,60	27,87	$C_5H_9N_2O_2PS_2$	224,2
11,36	11,46	23,52	22,68	$C_6H_{10}ClN_2O_2PS_2$	272,7
11,05	11,03	11,44	11,41	$C_2H_{17}N_2O_2PS$	260,3

POOR
QUALITY

-54- B²

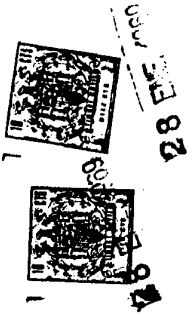


Análisis:		S (%)		fórmula de suma	peso molecular
P (%)		calc.	enc.		
calc.	enc.				
9,37	9,36	19,41	19,60	$C_{12}H_{15}O_3N_2PS_2$	330,4
9,85	9,95	20,40	20,10	$C_{12}H_{15}N_2O_2PS_2$	

POOR
QUALITY

T A B L A IV

-55- 72



Nº de orden	Constitución	rendimiento (% de la teoría)	índice de refracción n _D	ANÁLISIS:		S (%) calc. enc.	fórmula de suma	peso molecular
				C (%) calc. enc.	H (%) calc. enc.			
1	$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ \text{CH}_3\text{O}-\text{P}-\text{O}-\text{D} \\ \\ \text{CH}_3\text{O} \end{array}$	38	1,5121	(24)	10,44 10,88	23,90 23,15	C ₇ H ₁₃ N ₂ O ₃ PS ₂	268,3
2	$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O}-\text{P}-\text{O}-\text{D} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$	89	1,4996	(23)	9,45 10,10	21,64 21,65	C ₉ H ₁₇ N ₂ O ₃ PS ₂	296,4
3	$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O}-\text{P}-\text{O}-\text{D} \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$	83	1,5119	(23)	10,00 10,03	22,87 22,39	C ₉ H ₁₇ N ₂ O ₂ PS ₂	280,4

POOR QUALITY

T A B L A IV

Nº de orden	Constitución	rendimiento (% de la teoría)	índice de refracción		n _D (%)		cal
			(°C)		calc.	enc.	
1	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-O-D} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{CH}_3\text{O} \end{array}$	38	1,5121	(24)	10,44	10,83	11,51
2	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-O-D} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$	89	1,4996	(23)	9,45	10,10	10,45
3	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-O-D} \\ \quad \quad \quad / \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$	83	1,5119	(23)	10,00	10,03	11,05

**POOR
QUALITY**

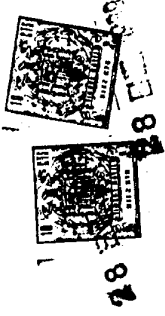
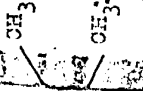
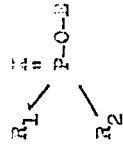


-50- 674

Análisis:		S (%)		fórmula de suma	peso molecular
calc.	enc.	calc.	enc.		
11,55	10,58	23,90	23,15	$C_7H_{13}N_2O_3PS_2$	268,3
10,45	10,81	21,64	21,65	$C_9H_{17}N_2O_3PS_2$	296,4
11,05	11,29	22,87	22,39	$C_9H_{17}N_2O_2PS_2$	280,4

POOR QUALITY

T A B L A V

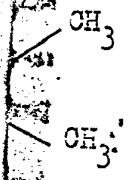
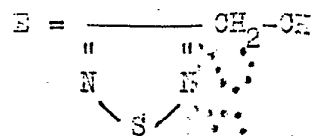
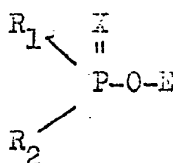


-56- *Am*

Nº de orden	Constitución	Rendimiento (% de la teoría)	Índice de refracción n_D		Análisis:		fórmula de suma	Pesc molecular		
			(20°C)	(20°C)	P (%) calc. enc.	S (%) calc. enc.				
1	$ \begin{array}{c} CH_3O \\ \\ S \\ \\ P-O-E \\ \\ CH_3O \end{array} $	53	1,5117	(23)	8,52	10,32	22,72	22,98	$C_8H_{15}N_2O_3PS_2$	282,3
2	$ \begin{array}{c} C_2H_5O \\ \\ O \\ \\ P-O-E \\ \\ C_2H_5O \end{array} $	78	1,4721	(23)	8,52	10,53	10,90	10,52	$C_{10}H_{19}N_2O_4PS$	294,3
3	$ \begin{array}{c} 1-C_3H_7O \\ \\ O \\ \\ P-O-E \\ \\ 1-C_3H_7O \end{array} $	82	1,4644	(23)	8,63	9,61	9,73	10,26	$C_{12}H_{23}N_2O_4PS$	322,4

POOR QUALITY

T A B L A V

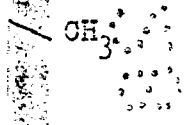
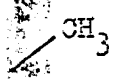


Nº de orden	Constitución	rendimiento (% de la teoría)	índice de refracción n_D (20)	N (°C) calc. enc.	ca	
1	$ \begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \text{P-O-E} \\ \text{CH}_3\text{O} \end{array} $	53	1,5117	(23) 8,92	10,5	10,
2	$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \text{P-O-E} \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array} $	78	1,4721	(23) 9,52	10,	10,5
3	$ \begin{array}{c} i\text{-C}_3\text{H}_7\text{O} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \text{P-O-E} \\ i\text{-C}_3\text{H}_7\text{O} \end{array} $	82	1,4644	(23) 8,69	8,	9,6

POOR QUALITY



-56- Pri



Análisis:		S (%)		fórmula de suma	peso molecular
P (%) calc.	enc.	calc.	enc.		
10,97	10,32	22,72	22,98	C ₈ H ₁₅ N ₂ O ₃ PS ₂	282,3
10,53	10,22	10,90	10,52	C ₁₀ H ₁₉ N ₂ O ₄ PS	294,3
9,61	9,73	9,95	10,26	C ₁₂ H ₂₃ N ₂ O ₄ PS	322,4

**POOR
QUALITY**

-57-120



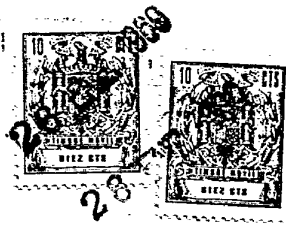
Nº de orden	Constitución	rendimiento (% de la teoría)	índice de refracción n_D	N (%) calc. enc.	Análisis: F (%) calc. enc.	S (%) calc. enc.	fórmula de suza	peso molecular
4	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \\ \text{S} \\ \\ \text{P-O-E} \\ / \quad \backslash \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$	88	1,4995	(23) 9,03 6,89	9,98 10,05	20,66 20,84	$\text{C}_{10}\text{H}_{19}\text{N}_2\text{O}_3\text{PS}_2$	310,4
5	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \\ \text{S} \\ \\ \text{P-O-E} \\ / \quad \backslash \\ \text{OH}_3 \end{array}$	56	1,5129	(23) 10,00 10,24	11,05 11,31	22,87 22,94	$\text{C}_9\text{H}_{17}\text{N}_2\text{O}_2\text{PS}_2$	280,4
6	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \\ \text{S} \\ \\ \text{P-O-E} \\ / \quad \backslash \\ \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	75	1,5109	(23) 9,52 9,17	10,54 11,11	21,78 22,16	$\text{C}_{10}\text{H}_{19}\text{N}_2\text{O}_2\text{PS}_2$	294,4

POOR QUALITY

Nº de orden	Constitución	rendimiento (% de la teoría)	índice de refracción		N (%)		Anál
			n_D	(°C)	calo.	enc.	F. calo.
4	$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-O-E} \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad / \end{array} $	38	1,4995	(23)	9,03	8,89	9,98
5	$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-O-E} \\ \text{CH}_3 \quad / \end{array} $	56	1,5129	(23)	10,00	10,24	11,05
6	$ \begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-O-E} \\ \text{C}_2\text{H}_5 \quad / \end{array} $	75	1,5109	(23)	9,52	9,17	10,54

POOR QUALITY

-57-120



Análisis:		S (%)		fórmula	peso
P (%)				de suma	molecular
calc.	enc.	calc.	enc.		
9,98	10,05	20,66	20,94	$C_{10}H_{19}N_2O_3PS_2$	310,4
11,05	11,31	22,87	22,94	$C_9H_{17}N_2O_2PS_2$	280,4
10,54	11,11	21,78	22,16	$C_{10}H_{19}N_2O_2PS_2$	294,4

POOR
QUALITY



28 ENE 1969

-58-

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

5.

corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Alemania nº P 16 70 964.1 de 20 de diciembre de 1967

10.

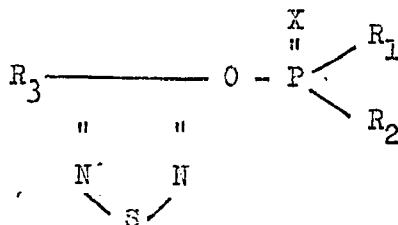
acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION

15.

DE (AMIDAS-)ESTERES DE ACIDOS (TICNO-)FOSFO-RICOS (-NICOS) DE EFECTOS INSECTICIDAS"; caracterizándose por lo siguiente:

20.

1ª - Procedimiento para la preparación de (amidas-)ésteres de ácidos (tíono-)fosfó-rícos(-nicos) de efectos insecticidas, de fórmula general:



en la que R₁ representa un grupo alquilo, arilo, alcoxi, monoalquilamino o dialquilamino, R₂ representa un grupo alcoxi, monoalquilamino o dialquilamino, R₃ representa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo o

**POOR
QUALITY**



5ª - Procedimiento para la preparación de (amidas-)ésteres de ácidos (tioano-)fosfó-rícos(-nícos) de efectos insecticidas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

5.

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

Madrid, **28 ENE 1969**

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,

J. GOMEZ ABEJO Y MODEY
a. p. Firmado: E. Hernández Ruiz