

Ref<sup>a</sup>.: BA-8017A

Nº 427.185



1974

INT. CL. COFC/AOIN

MEMORIA DESCRIPTIVA

Correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY.

Residencia: WILMINGTON, Delaware 19898 Estados Unidos.

Enunciado: UN METODO DE PREPARACION DE BUTIRAMIDAS DE OXI-  
IMINOCARBAMOILAFICIDAS Y BUTIRATOS DE OXI-IMINO-  
CARBAMOILO.

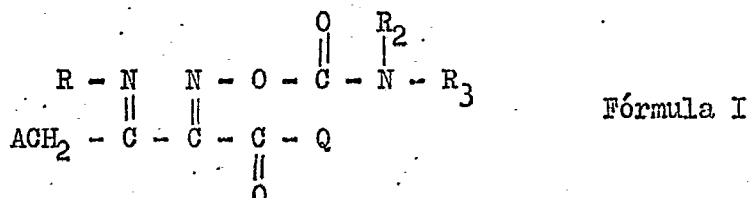
Prioridad: de las solicitudes de patente estadounidense  
369.606 del 13 de junio de 1.973; y  
463.987 del 25 de abril de 1.974.

POOR  
QUALITY



RESUMEN DE LA INVENCION

Las 2-(carbamoil)oxi-imino-3-iminobutiramidas y los 2-(carbamoil)oxi-imino-3-iminobutiratos sustituidos de fórmula



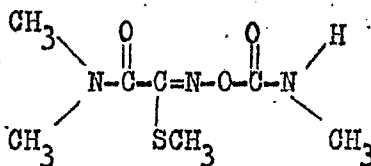
donde Q es -OR<sub>4</sub> o -NR<sub>5</sub>R<sub>6</sub> y A, R, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>, R<sub>5</sub> y R<sub>6</sub> son los definidos más adelante, son útiles como aficidas. Los compuestos se preparan haciendo reaccionar una amina con una 2-hidroxi-iminoacetoacetamida sustituida (ó 2-hidroxi-iminopropionilacetamida) o un 2-hidroxi-iminoacetato de alquilo (ó 2-hidroxi-iminopropionilacetato), después carbamiloando la 2-hidroxi-imino-3-iminobutiramida (ó 2-hidroxi-imino-3-iminovaleramida) ó 2-hidroxi-imino-3-iminobutirato (ó 2-hidroxi-imino-3-iminovalerato) sustituidos resultantes.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Buchanan, patente estadounidense 3.530.220, publicada el 22 de Septiembre de 1970, describe una clase de 1-carbamoil-N-(carbamoiloxi sustituido)tioformimidatos de alquilo como 1-(dimetilcarbamoil)-N-(metilcarbamoiloxi)tioformimidato de metilo (oxamilo) que pueden ser representados por la fórmula:



1

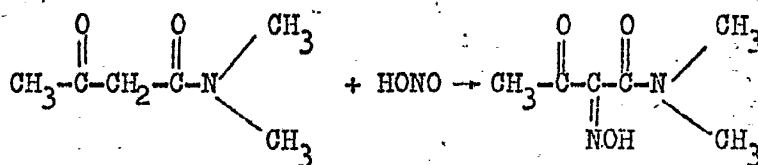


5

Los compuestos son útiles como nematocidas, acaricidas e insecticidas.

10

Fuchs y Loux, patente estadounidense 3.694.431, publicada el 26 de Septiembre de 1972, describen un método de preparación de los compuestos de la patente estadounidense 3.530.220 que implica la nitrosación de una acetoacetamida para producir una 2-hidroxi-iminoacetoacetamida, es decir:



15

después clorando, haciendo reaccionar con un mercaptano y carbamilo. Las 2-hidroxi-iminoacetoacetamidas son también materiales de partida para la preparación de las 2-hidroxi-imino-3-iminobutiramidas sustituidas de esta invención.

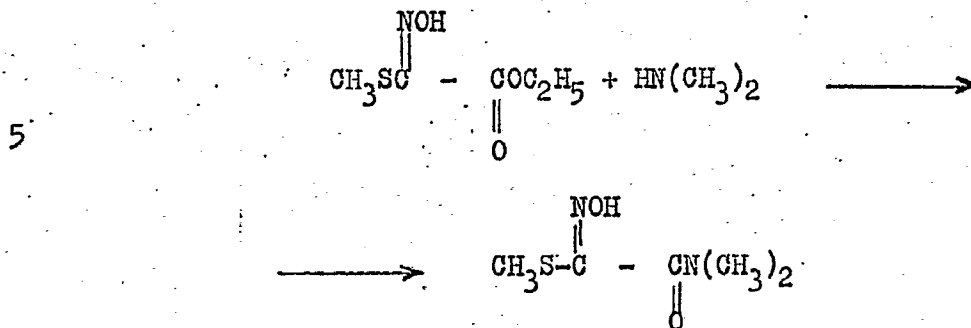
20

Buchanan, patente estadounidense 3.557.190, publicada el 19 de enero de 1971, describe un método de preparación de los compuestos de la patente estadounidense 3.530.220 que implica la reacción de un 2-hidroxi-iminoéster con 2 moles de una amina, en presencia de agua o un alcohol para dar la amida correspondiente. Después la ami-

25

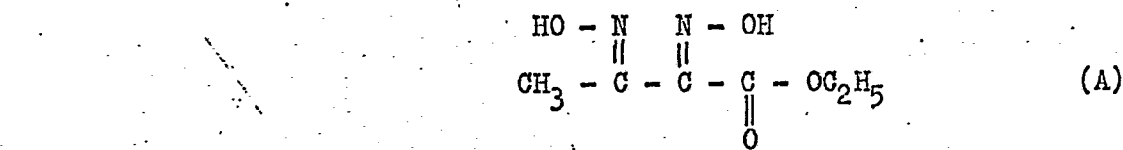


1 da se hace reaccionar de nuevo para dar los compuestos de-  
seados, a saber:



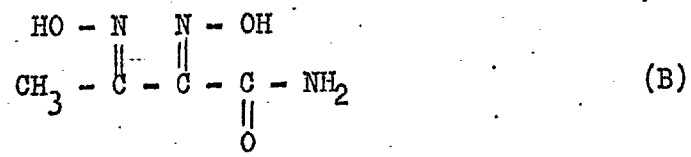
10 Este proceso de aminación también es útil para la  
conversión de los 3-imino-2-hidroxi-iminoacetoacetatos y  
propionilacetatos de esta invención en las correspondientes  
2-hidroxi-imino-3-iminobutiramidas y 2-hidroxi-imino-3-imino-  
valeramidas.

15 Beilstein, Organische Chemie, Vol. III, 4ª Edición,  
págs. 745, describe el éster etílico del ácido  $\alpha,\beta$ -dioximi-  
no-butírico (A), la amida de ácido  $\alpha,\beta$ -dioximino-butírico  
(B), la fenilhidrazona de  $\alpha$ -oximino-acetoacetato de etilo (C),  
el  $\alpha$ -acetoximino-acetoacetato de etilo (D) y la fenilhidra-  
20 zona de  $\alpha$ -acetoximino-acetoacetato de etilo (E), compuestos  
que pueden ser representados por las fórmulas:

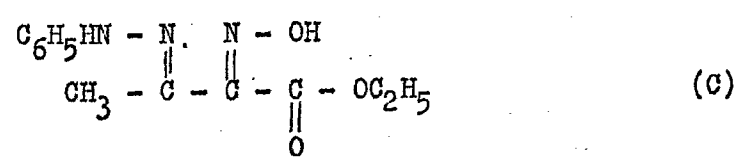




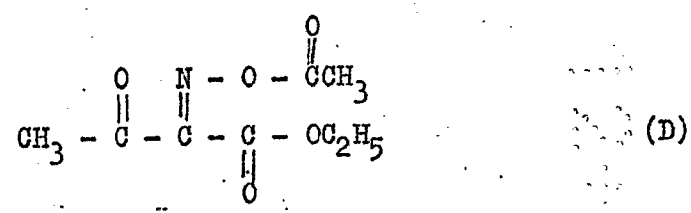
1



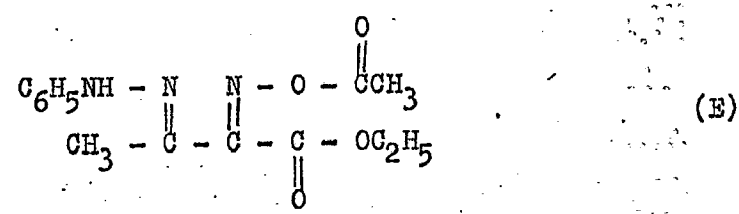
5



10



15



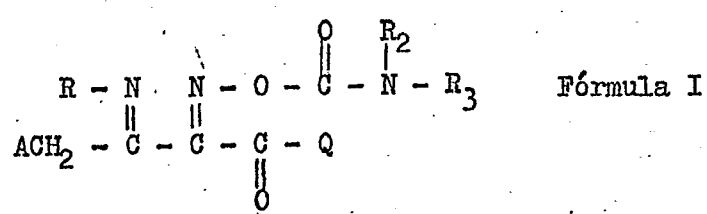
No se describe ninguna utilidad para los compuestos (A) - (E) en la referencia de Beilstein.

COMPENDIO DE LA INVENCIÓN

20

Esta invención se refiere a una clase de nuevas 2-(carbamoil)oxi-imino-3-iminobutiramidas y 2-(carbamoil)-oxi-imino-3-iminobutiratos de alquilo sustituidos aficidas, de fórmula:

25

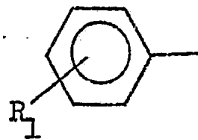
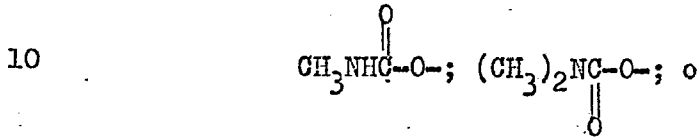




1 donde

A es hidrógeno o metilo;

5 R es alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>; alquenilo C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>; cicloalquilo C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub> opcionalmente sustituido con metoxi o con 1 ó 2 grupos metilo; cicloalquilalquilo C<sub>6</sub>-C<sub>8</sub>; alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>; alcoxialquilo con un total de 3 a 6 átomos de carbono; bencilo; fenetilo; (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N-; (CH<sub>3</sub>)C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>N-; (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>N-; 1-(4-metilpiperazinilo); N-morfolino;



15 donde

R<sub>1</sub> es hidrógeno, metilo, metoxi, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N-, CH<sub>3</sub>S- o flúor;

R<sub>2</sub> es hidrógeno, metilo o etilo;

R<sub>3</sub> es metilo, etilo o alilo;

20 Q es -OR<sub>4</sub> o -NR<sub>5</sub>R<sub>6</sub>

donde

R<sub>4</sub> es alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub>;

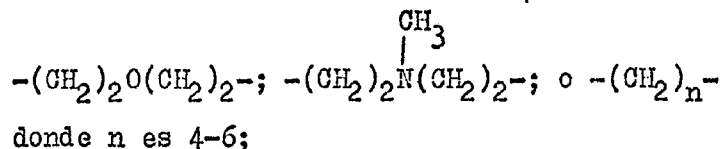
R<sub>5</sub> es metoxi, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o alilo;

25 R<sub>6</sub> es hidrógeno, metilo o etilo y

R<sub>5</sub> y R<sub>6</sub> pueden estar unidos formando un anillo y



1 son



5 con las condiciones de que:

- (i) el contenido total de carbono de Q, R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> no es mayor de 8C;
- (ii) cuando R es  $\text{CH}_3\text{NHC}(=\text{O})-$ , R<sub>2</sub> es hidrógeno y R<sub>3</sub> es CH<sub>3</sub> y
- 10 (iii) cuando R es  $(\text{CH}_3)_2\text{NCO}(=\text{O})-$ , R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> son ambos metilo.

Esta invención incluye un método de protección de las plantas de los áfidos por aplicación de un compuesto de Fórmula I y preparados para uso agrícola constituidos esencialmente por un diluyente inerte y/o un agente tensoactivo y medios para controlar los áfidos seleccionados entre los compuestos de Fórmula I.

La invención también incluye un nuevo procedimiento, descrito en lo que sigue, para la producción de los compuestos de Fórmula I.

Para cada uno de los compuestos de Fórmula I hay teóricamente cuatro isómeros geométricos.

DESCRIPCION DEL INVENTO

Por razones económicas, se prefieren los compuestos de Fórmula I donde:



1 A es hidrógeno;  
R es cicloalquilo C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub>, metilciclohexilo, alilo, metoxi,  
(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N, N-morfolino, CH<sub>3</sub>NHC(=O)-, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>NC(=O)-;

5 R<sub>2</sub> es hidrógeno, metilo o etilo;  
R<sub>3</sub> es metilo y  
Q es -NR<sub>5</sub>R<sub>6</sub>, donde  
R<sub>5</sub> es metilo o etilo y  
R<sub>6</sub> es hidrógeno, metilo o etilo.

10 Más preferidos debido a su mayor actividad aficida  
son los compuestos de Fórmula I donde

A es hidrógeno;  
R es metoxi o (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N-;  
R<sub>2</sub> es hidrógeno, metilo o etilo;  
15 R<sub>3</sub> es metilo y  
Q es -NR<sub>5</sub>R<sub>6</sub> donde  
R<sub>5</sub> es metilo o etilo y  
R<sub>6</sub> es hidrógeno, metilo o etilo.

20 Los más preferidos por su máxima actividad aficida  
son los siguientes compuestos de Fórmula I:

N,N-dimetil-2,3-bis[(dimetilcarbamil)oxi-imino]butiramida  
N,N-dimetil-2-[(metilcarbamil)oxi-imino]-3-(2-metilciclo-  
hexilimino)butiramida  
25 N,N-dimetil-2-[(dimetilcarbamil)oxi-imino]-3-dimetilhidra-  
zonebutiramida,



1 N,N-dimetil-2-[(metilcarbamil)oxi-imino]-3-(N-morfolin)-  
iminobutiramida

N,N-dimetil-2-[(dimetilcarbamil)oxi-imino]-3-(N-morfolin)imi-  
nobutiramida

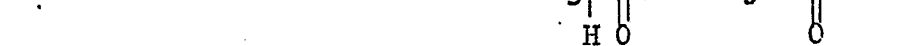
5 N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-[(metilcarbamil)oxi-imino]buti-  
ramida,

N,N-dimetil-2-[(dimetilcarbamil)oxi-imino]-3-metoxi-imino-  
butiramida,

Síntesis de los compuestos

10 Los compuestos de Fórmula I pueden ser preparados me-  
diante las siguientes etapas:

[R<sub>7</sub> es -OH, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>, alqueno C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>, cicloalquilo  
C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub> opcionalmente sustituido con metoxi o con uno o dos  
15 grupos metilo; cicloalquilalquilo C<sub>6</sub>-C<sub>8</sub>; alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>; alco-  
xialquilo con un total de 3-6 átomos de carbono; bencilo; fe-  
netilo; (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N-; (CH<sub>3</sub>)C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>N-; (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>N-; 1-(4-metilpiper-  
zinilo); N-morfolino; CH<sub>3</sub>N-C-O; (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>NC-O; o

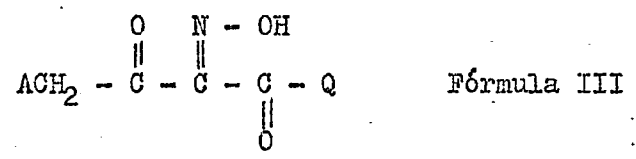


donde R<sub>1</sub> es hidrógeno, metilo, metoxi, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N-, CH<sub>3</sub>S- o  
flúor].

25 1.a. Reacción de una amina de fórmula R<sub>7</sub>NH<sub>2</sub> con una 2-hidro-  
xi-iminoacetoacetamida o un 2-hidroxi-iminoacetoacetato



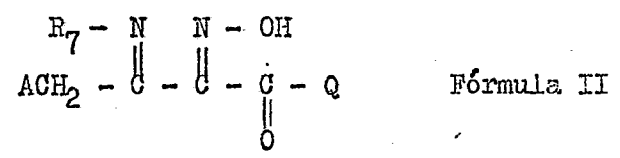
1 de fórmula:



5 donde A y Q son los definidos en la Fórmula I, con la condición adicional de que

(i) si Q es  $-\text{NR}_5\text{R}_6$ , A es hidrógeno, para producir una 2-hidroxi-imino-3-iminobutiramida sustituida o 2-hidroxi-imino-3-iminobutirato sustituido de fórmula:

10



15

1.b. Otra vía alternativa para la síntesis de 2-hidroxi-imino-3-iminobutiramidas de Fórmula II (donde A es hidrógeno y Q es  $-\text{NR}_5\text{R}_6$ ) y una vía preferida para la síntesis de 2-hidroxi-imino-3-iminovaleramidas de Fórmula II (donde A es metilo y Q es  $-\text{NR}_5\text{R}_6$ ) consiste en aminor los ésteres obtenidos en la Etapa 1.a., siguiendo el procedimiento de aminación de Buchanan, patente estadounidense 3.557.190, citado anteriormente.

20

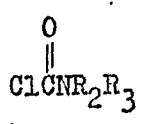
2. Carbamilación del compuesto de Fórmula II por reacción del mismo con un mol de un agente carbamilo seleccionado entre

25

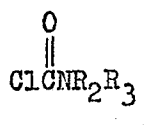
a. un isocianato de fórmula  $\text{R}_3\text{NCO}$  y



1 b. una base y un cloruro de dialquilcarbamilo de fórmula:

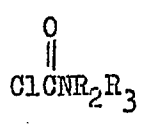


5 donde R<sub>2</sub> en



es metilo o etilo, con la condición de que cuando R<sub>7</sub> es -OH, R<sub>3</sub> en R<sub>3</sub>NGO es metilo, R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> en

10

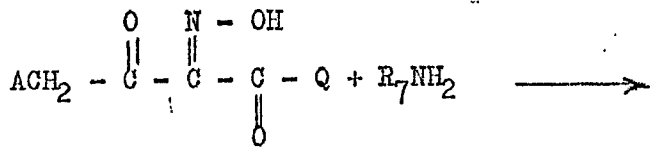


son ambos metilo y se hacen reaccionar dos moles del agente carbamilo.

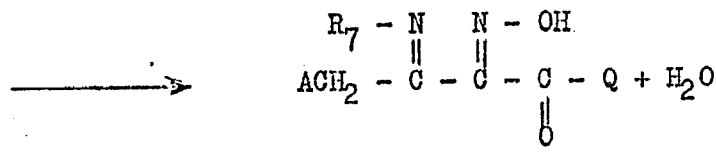
15

Los procedimientos pueden ser representados esquemáticamente como sigue:

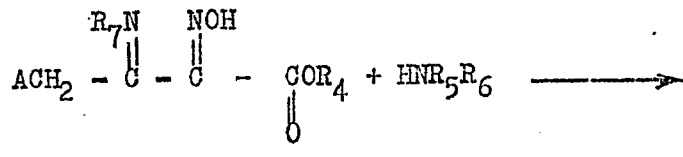
1.a.



20

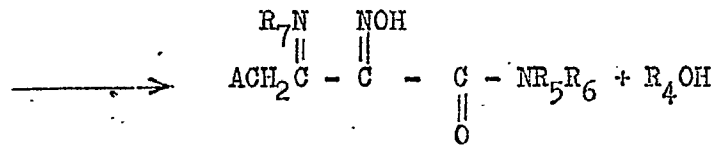


1.b.



25

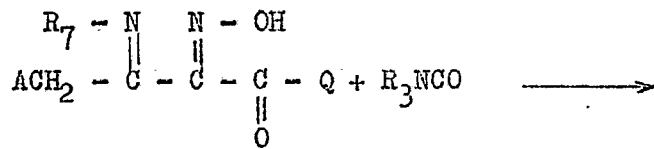
1



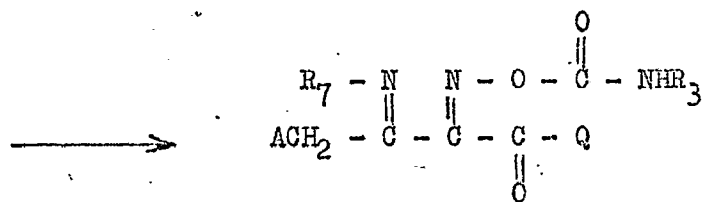
2. (cuando R<sub>7</sub> no es -OH)

5

a.

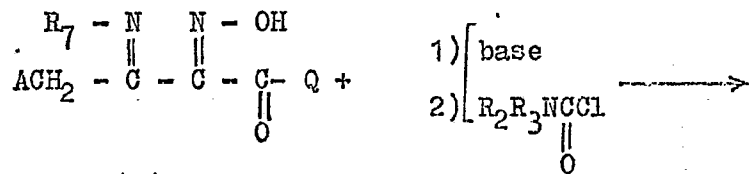


10

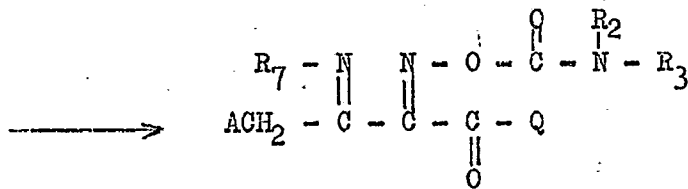


15

b.



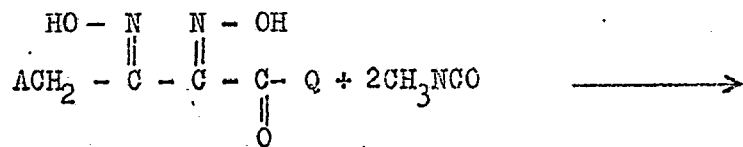
20



3. (cuando R<sub>7</sub> es -OH)

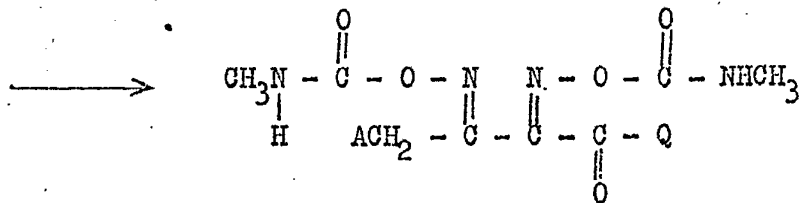
25

a.



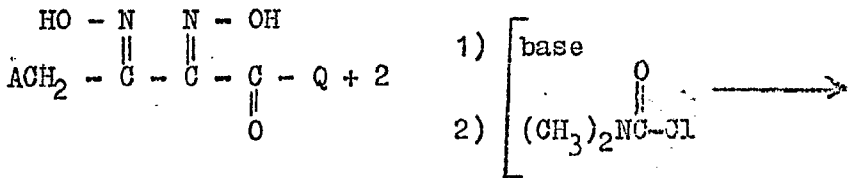


1

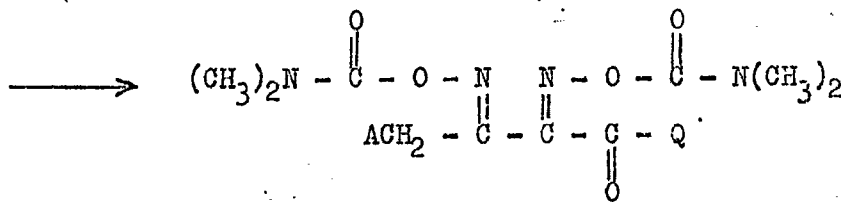


5

b.



10



15

Las 2-hidroxi-iminoacetoacetamidas de partida de Fórmula III (A = hidrógeno y Q = -NR<sub>5</sub>R<sub>6</sub>) pueden prepararse por el procedimiento descrito por Fuchs y Loux, patente estadounidense 3.694.431, publicada el 26 de Septiembre de 1972. El procedimiento implica la reacción de dicetena con una amina (NHR<sub>5</sub>R<sub>6</sub>) para producir una acetoacetamida sustituida, después nitrosación de la acetoacetamida por reacción con una fuente de ácido nitroso, v.g. nitrito sódico y HCl.

20

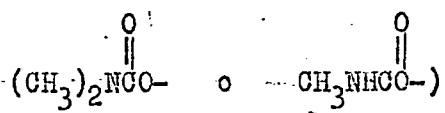
25

Los 2-hidroxi-iminoacetoacetatos de alquilo o 2-hidroxi-iminopropionilacetatos de alquilo de partida de Fórmu-



1 la III (Q = -OR<sub>4</sub>) pueden prepararse en la forma descrita por  
 Rodinov y colaboradores [J. Gen. Chem. URSS 18, 917 (1948)].  
 Se añade lentamente una solución acuosa de nitrito sódico a  
 5 una solución en ácido acético del acetoacetato o propionil-  
 acetato a baja temperatura. Se encuentran descritas unas mo-  
 dificaciones de esta síntesis en la patente alemana  
 1.137.434 y en la patente belga 610.194.

10 En la Etapa 1.a., la amina puede ser utilizada di-  
 rectamente como base libre o puede ser utilizada en forma de  
 sal en la que la base libre es liberada para la reacción utilizan-  
 do un carbonato de metal alcalino o una amina terciaria co-  
 mo piridina para este fin. Las aminas típicas empleadas en  
 esta etapa son metilamina, etilamina, sec-butilamina, octil-  
 15 amina, hidrocloreuro de metoxiamina, hidrocloreuro de etoxi-  
 amina, hidrocloreuro de hidroxilamina (un caso especial donde  
 el producto, un derivado de 2,3-dioxina se utiliza para pre-  
 parar productos donde R es



20 p-anisidina, anilina, N-aminomorfolina y 1,1-dimetilhidra-  
 zina. Cuando la amina es una anilina o una amina de alto  
 punto de ebullición, con frecuencia se proveen los medios  
 para separar el agua subproducto. Los detalles de estas  
 25 variaciones se mostrarán en los ejemplos específicos que  
 siguen. La reacción de la Etapa 1 puede llevarse a cabo ba-



1 jo las siguientes condiciones generales: tiempo, 1 a 72 ho-  
ras, preferiblemente 2 a 18 horas; temperatura, 5 a 140°C,  
preferiblemente 20 a 85°C; presión, 0,5 a 10 atmósferas,  
preferiblemente 1 atmósfera; medio, un disolvente orgánico  
5 inerte como etanol, metanol, benceno, tolueno o agua, en al-  
gunos casos, cuando el intermediario es soluble en agua.

Para la Etapa 1.b., las 2-hidroxi-iminoacetamidas  
y las 2-hidroxi-iminopropionilacetamidas de partida de Fórm-  
ula II (A = hidrógeno y metilo, respectivamente, y  
10 Q = -NR<sub>5</sub>R<sub>6</sub>) pueden prepararse por aminación de los correspon-  
dientes acetoacetatos y propionilacetatos obtenidos en la  
Etapa 1 de Fórmula III (Q = -OR<sub>4</sub>) esencialmente como se des-  
cribe en la patente estadounidense 3.557.190 de Buchanan,  
publicada el 19 de Enero de 1971. El procedimiento consiste  
15 en hacer reaccionar un éster 2-hidroxi-iminoacético susti-  
tuido con una amina, en presencia de agua y/o un alcohol in-  
ferior (C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>). Son necesarios dos moles de una amina prima-  
ria o secundaria porque un mol forma una sal con la función  
hidroxi-imino mientras que otro mol participa directamente  
20 en la reacción. En lugar de estas aminas puede emplearse  
una amina terciaria como la trietilamina, obteniéndose apro-  
ximadamente los mismos resultados. En algunos casos, no se  
utiliza ningún otro disolvente salvo un exceso de amina. Pue-  
de utilizarse una cantidad catalítica de metilato sódico pa-  
25 ra acelerar esta reacción.



1  
Los productos pueden ser aislados de forma conven-  
cional por filtración o evaporación del disolvente. Es con-  
veniente aislar estos productos o por lo menos separar cual-  
quier exceso de amina antes de realizar la etapa de carbami-  
5 lación (Etapa 2).

En la Etapa 2.a., la reacción frecuentemente es ca-  
talizada con una amina terciaria como trietilamina, piridi-  
na o trietilendiamina y/o un catalizador de estaño como di-  
laurato de dibutilestaño. La relación de sustancias reaccio-  
10 nantes es generalmente estequiométrica, aunque algunas veces  
es conveniente un ligero exceso del isocianato. Pueden uti-  
lizarse las siguientes condiciones generales: tiempo, 0,5 a  
72 horas, preferiblemente 1 a 4 horas; temperatura, 5° a  
140°C, preferiblemente 20 a 110°C; presión, 0,5 a 10 atmós-  
15 feras, preferiblemente 1 atmósfera; medio de reacción, un di-  
solvente orgánico inerte como acetona, acetonitrilo, metil-  
etil-cetona, dimetilformamida o cloruro de metileno. Después  
de la reacción, por separación del disolvente se obtiene un  
producto residual que con frecuencia es de calidad satisfac-  
20 toria para su aplicación. Si el producto es un sólido, pue-  
de ser purificado por recristalización en un disolvente ade-  
cuado. Algunos de los residuos son aceites de cristalización  
muy lenta, especialmente en la serie de los ésteres, de ma-  
nera que deben utilizarse otros procedimientos de purifica-  
25 ción convencionales.



1                    En las reacciones de la Etapa 2.b. y 3.b., se forma  
primero una sal sódica por adición poco a poco de metóxido  
sódico o de una dispersión en aceite mineral de hidruro só-  
dico a una solución del intermediario en un disolvente orgá-  
5                    nico inerte, como tetrahidrofurano, dioxano, benceno o to-  
lucno. La temperatura se mantiene dentro de un intervalo de  
5 a 60°C aproximadamente, de preferencia de 15 a 35°C, hasta  
que, en el caso del hidruro, cesa el desprendimiento de hi-  
drógeno. También funcionan satisfactoriamente otras sales,  
10                    como las de trimetilamina y trietilamina. La reacción del  
cloruro de carbamoilo con la sal puede efectuarse bajo las  
siguientes condiciones generales: tiempo, 0,5 a 72 horas,  
preferiblemente 1-4 horas; temperatura, 5-140°C, preferi-  
blemente 20-65°C; presión, 0,5-10 atmósferas, preferiblemen-  
15                    te 1 atmósfera. Después de separarlo del medio de reacción,  
el producto se obtiene habitualmente en estado suficiente-  
mente puro para ser utilizado como alicida; sin embargo, si  
se desea pueden utilizarse los procedimientos normales de pu-  
rificación.

20                    Los procedimientos para la síntesis de los compues-  
tos de esta invención son ilustrados además en los siguien-  
tes ejemplos, donde las partes y porcentajes se dan en peso  
salvo indicación en contrario.

25



EJEMPLO 1

1  
2  
3  
4  
5  
6  
7  
8  
9  
10  
11  
12  
13  
14  
15  
16  
17  
18  
19  
20  
21  
22  
23  
24  
25

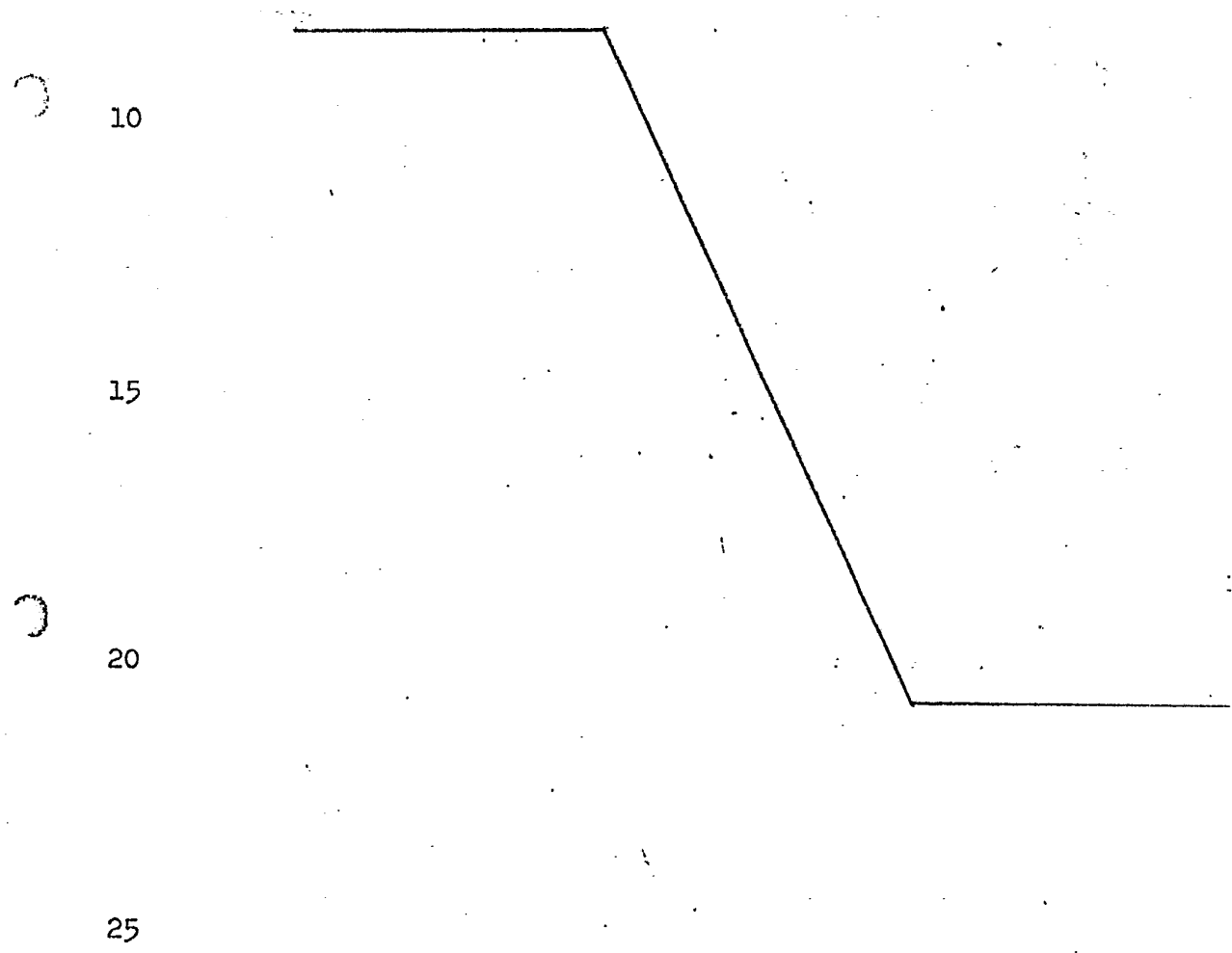
A una mezcla agitada de 336 partes de N,N-dimetil-2-hidroxi-iminoacetamida (compuesto de Fórmula III), 1500 partes de etanol y 203 partes de hidrocioruro de metoxiamina se añaden gota a gota 210 partes de piridina durante media hora mientras se mantiene la mezcla de reacción a 10°C por refrigeración externa. La mezcla se deja calentar lentamente hasta 25°C y se mantiene a esta temperatura durante 18 horas. Finalmente se agita y se calienta a reflujo durante media hora. El disolvente se separa a presión reducida (15 mm) y a una temperatura del baño de 40°C. Se añaden aproximadamente 2000 partes de agua de hielo, que producen la solidificación del residuo. Se filtra el sólido, se lava dos veces con agua de hielo, se filtra y seca. Se obtienen 340 partes de N,N-dimetil-2-hidroxi-imino-3-metoxi-iminobutiramida (compuesto de Fórmula II), p.f. 144-147°C, que es de calidad satisfactoria para uso como intermediario. Sin embargo, el producto se recrystaliza en acetato de etilo, después de lo cual funde a 146-148°C.

Este procedimiento puede ser repetido empleando cantidades molares comparables de los compuestos de Fórmula III indicados en la Tabla I dada a continuación y la amina (utilizada como amina libre o liberada mediante el uso de piridina o carbonato sódico) para producir el compuesto indicado de Fórmula II. Es conveniente emplear un exceso entre ligero



1 y moderado de amina para obtener los mejores rendimientos  
(uno a dos moles de amina por mol de compuesto de Fórmula  
III). No siempre es necesaria la calefacción externa, espe-  
cialmente cuando la reacción es exotérmica.

5



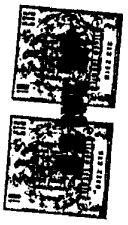
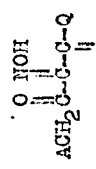
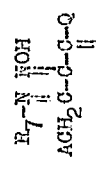
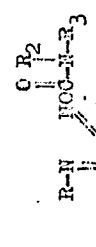


TABLA I



Compuesto de Fórmula III	Amina	Compuesto de Fórmula II	Isocianato	Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
				R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	87 - 89
H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> NCO	H	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> -	66 - 68
CH <sub>3</sub> -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	
H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O-	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	
H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O-	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	139,5 - 140,5
H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	
CH <sub>3</sub> -NHCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	169 - 173
H -NHCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	169 - 173
H -NHCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O-	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	
H -CO <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	

1

5

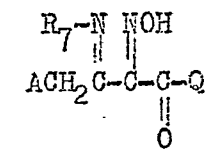
TABLA I

	$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{NOH} \\ \parallel \quad \parallel \\ \text{ACH}_2\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{Q} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$		$\begin{array}{c} \text{R}_7-\text{N} \quad \text{NOH} \\ \parallel \quad \parallel \\ \text{ACH}_2\text{C}-\text{C}-\text{C}-\text{Q} \\ \parallel \\ \text{O} \end{array}$		ACH	
	Compuesto de Fórmula III		Compuesto de Fórmula II		Com FÓ.	
10	<u>A</u>	<u>Q</u>	<u>Amina</u>	<u>R<sub>7</sub>, R de Form. I</u>	<u>Isocianato</u>	<u>R<sub>2</sub></u>
	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H
	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> NCO	H
	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H
	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O-	CH <sub>3</sub> NCO	H
15	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O-	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H
	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H
	CH <sub>3</sub>	-NHCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> NCO	H
	H	-NHCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> NCO	H
	H	-NHCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O-	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H
20	H	-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> NCO	H

25

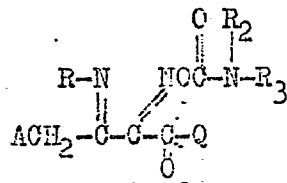


TABLA I



Compuesto de  
Fórmula II

R<sub>7</sub>, R de Form. I



Compuesto de  
Fórmula I

R<sub>2</sub>      R<sub>3</sub>

Punto de fusión  
(°C)

CH <sub>3</sub> O	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	87 - 89
CH <sub>3</sub> O	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> NCO	H	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> -	66 - 68
CH <sub>3</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O-	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	139,5 - 140,5
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O-	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	
C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	
CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	169 - 173
CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	169 - 173
CH <sub>3</sub> O-	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	
CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	



1  
25  
TABLA I (continuación)

Compuesto de Fórmula III	A	Q	Amina	Compuesto de Fórmula II		Isocianato	Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
				R <sub>1</sub> , R de Form. I	R <sub>2</sub> , R <sub>3</sub>				
5	H	-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O-	CH <sub>2</sub> =CHNH <sub>2</sub> NCO	H	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> -		
	H	-OCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -		
10	H	-CCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		
	H	-NHCO <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		
	CH <sub>3</sub>	-NHCO <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O-	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -		
	H	-NHCO <sub>2</sub> H <sub>7</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	C <sub>2</sub> -H <sub>5</sub> O-	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		
	H	-NHCO <sub>2</sub> H <sub>9</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	125 - 128	
15	H	-NHCO <sub>2</sub> H <sub>9</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O-	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	138 - 140	
	H	-NHCO <sub>2</sub> (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		
	H	-N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	118-120	
20	H	-N $\begin{matrix} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagdown \\ \text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2 \end{matrix}$	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		
	CH <sub>3</sub>	-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		

1

TABLA I (continuación)

5	Compuesto de Fórmula III		Compuesto de Fórmula II	
	A	Q	Amina	Isocianato
	H	-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O- CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> NCO
	H	-OCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O- C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO
10	H	-OCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O- CH <sub>3</sub> NCO
	H	-NHC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O- CH <sub>3</sub> NCO
	CH <sub>3</sub>	-NHC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O- C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO
	H	-NHC <sub>3</sub> H <sub>7</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O- CH <sub>3</sub> NCO
	H	-NHC <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O- CH <sub>3</sub> NCO
15	H	-NHC <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O- C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO
	H	-NHCH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O- CH <sub>3</sub> NCO
	H	-N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O- CH <sub>3</sub> NCO
20	H	-N $\begin{matrix} \diagup \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagdown \text{CH}_2\text{CH}=\text{CH}_2 \end{matrix}$	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O- CH <sub>3</sub> NCO
	CH <sub>3</sub>	-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> NCO

25



TABLA I (continuación)

Ia	Compuesto de Fórmula II		Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
	R <sub>7</sub>	R de Form. I	Isocianato	R <sub>2</sub> R <sub>3</sub>	
-HCl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O-		CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> NCO	H      CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> -	
-HCl	CH <sub>3</sub> O		C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H      C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	
-HCl	CH <sub>3</sub> O		CH <sub>3</sub> NCO	H      CH <sub>3</sub> -	
-HCl	CH <sub>3</sub> O-		CH <sub>3</sub> NCO	H      CH <sub>3</sub> -	
-HCl	CH <sub>3</sub> O-		C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H      C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	
-HCl	C <sub>2</sub> -H <sub>5</sub> O-		CH <sub>3</sub> NCO	H      CH <sub>3</sub> -	
-HCl	CH <sub>3</sub> O-		CH <sub>3</sub> NCO	H      CH <sub>3</sub> -	125 - 128
-HCl	CH <sub>3</sub> O-		C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H      C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	138 - 140
H <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O		CH <sub>3</sub> NCO	H      CH <sub>3</sub> -	
2-HCl	CH <sub>3</sub> O		CH <sub>3</sub> NCO	H      CH <sub>3</sub> -	118-120
ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O		CH <sub>3</sub> NCO	H      CH <sub>3</sub> -	
	CH <sub>3</sub> -		CH <sub>3</sub> NCO	H      CH <sub>3</sub> -	



TABLA I (continuación)

Compuesto de Fórmula III	Amina	Compuesto de Fórmula II		Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
		R <sub>7</sub> , R de Form. I	R <sub>2</sub> , R <sub>3</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
5	<chem>CN(C)C(=O)O</chem>	CH <sub>3</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	137 - 140
10	<chem>CN(C)C(=O)O</chem>	CH <sub>3</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	
15	<chem>CN(C)C(=O)O</chem>	CH <sub>3</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	99 - 103
20	<chem>CN(C)C(=O)O</chem>	CH <sub>3</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	97,5 - 101

1

TABLA I (continuación)

5

10

15

20

25

Compuesto de Fórmula III		Amina	Compuesto de Fórmula II	Isocianato
A	Q		R, R de Form. I	
H		$\text{CH}_3\text{ONH}_2\text{-HCl}$	$\text{CH}_3\text{O}$	$\text{CH}_3\text{NCO}$
H		$\text{CH}_3\text{ONH}_2\text{-HCl}$	$\text{CH}_3\text{O}$	$\text{CH}_3\text{NCO}$
H		$\text{CH}_3\text{ONH}_2\text{-HCl}$	$\text{CH}_3\text{O}$	$\text{CH}_3\text{NCO}$
H		$\text{CH}_3\text{ONH}_2\text{-HCl}$	$\text{CH}_3\text{O}$	$\text{C}_2\text{H}_5\text{NCO}$
H		$\text{CH}_3\text{NH}_2$	$\text{CH}_3\text{-}$	$\text{CH}_3\text{NCO}$
H		$(\text{CH}_3)_2\text{CHONH}_2\text{-HCl}$	$(\text{CH}_3)_2\text{CHC-}$	$\text{CH}_3\text{NCO}$

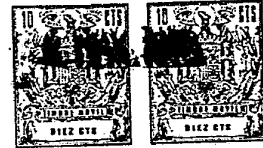


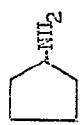
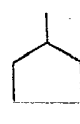
TABLA I (continuación)

	Compuesto de Fórmula II		Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
	R <sub>7</sub> , R de Form. I	Isocianato.	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
-HCl	CH <sub>3</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	137 - 140
-HCl	CH <sub>3</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	
-HCl	CH <sub>3</sub> O	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	99 - 103
-HCl	CH <sub>3</sub> O	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	97,5 - 101
	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	
(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CHONH <sub>2</sub> -HCl	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CHO-	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	



1

TABLA I (continuación)

Compuesto de Fórmula III	Aminas	Compuesto de Fórmula II		Isocianato	Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
		R <sub>1</sub> , R de Form. I	R <sub>2</sub> , R <sub>3</sub>		R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{CH}_2 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{H} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{CH}_2\text{CH}_2 \end{array}$	G <sub>4</sub> -9NH <sub>2</sub>	G <sub>4</sub> -9-	H C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -		
H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NNH <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-		CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub> -	146 - 148	
H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{CH}_2 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{O} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{CH}_2\text{CH}_2 \end{array}$ NH <sub>2</sub>	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{CH}_2 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{O} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{CH}_2\text{CH}_2 \end{array}$		CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub> -	141 - 142,5	
H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{CH}_2 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{O} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{CH}_2\text{CH}_2 \end{array}$ NH <sub>2</sub>	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{CH}_2 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{O} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{CH}_2\text{CH}_2 \end{array}$		C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	128 - 130	
CH <sub>3</sub> N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NNH <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-		CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub> -		
H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{CH}_2 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{O} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{CH}_2\text{CH}_2 \end{array}$ NH <sub>2</sub>	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{CH}_2 \\ \diagup \quad \diagdown \\ \text{O} \quad \text{N} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{CH}_2\text{CH}_2 \end{array}$		CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub> -	128 - 129 (desc.)	
H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> -		CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub> -		
H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>				CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub> -		

5

10

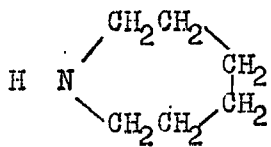
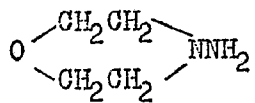
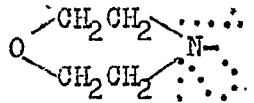
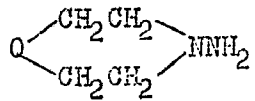
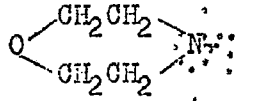
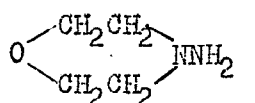
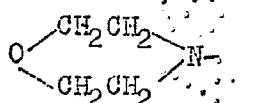
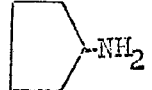
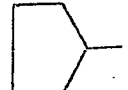
15

20

25

1

TABLA I (continuación)

5	Compuesto de Fórmula III		Amina	Compuesto de Fórmula II	
	A	Q		R <sub>7</sub> , R de Form. I	Isocianato
	H		C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO
10	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NNH <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-	CH <sub>3</sub> NCO
	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
15	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO
	CH <sub>3</sub>	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NNH <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-	CH <sub>3</sub> NCO
	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
20	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> -	CH <sub>3</sub> NCO
	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO

25

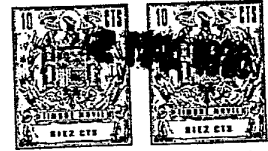


TABLA I (continuación)

a	Compuesto de Fórmula II	Isocianato	Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
	R <sub>1</sub> , R de Form. I		R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
NH <sub>2</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	
2 NNH <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	146 - 148
		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	141 - 142,5
		C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	128 - 130
NNH <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	
		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	128 - 129 (desc.)
CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> -	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	
-NH <sub>2</sub>		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	

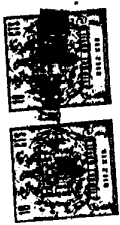


TABLA I (continuación)

1	Compuesto de Fórmula III		Amina	Compuesto de Fórmula II		Isocianato	Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
	A	Q		R <sub>1</sub> , R de Form. I	R <sub>2</sub>		R <sub>3</sub>	R <sub>2</sub>	
5	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		
10	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		
15	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		135 - 137
	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -		
	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		135 - 138
	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		130 - 132
	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CHNH <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CHNH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		158 - 159
	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> CHNH <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> CHNH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		139 - 141
20	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>13</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>13</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		91 - 93
	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		90 - 94
	CH <sub>3</sub>	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		
	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		
25	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> COCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> COCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		

1

TABLA I (continuación)

5

10

15

20

25

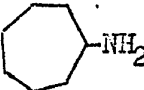
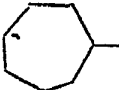



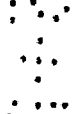

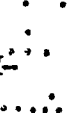
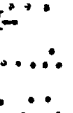
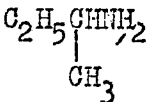
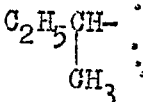
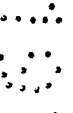

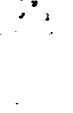
Compuesto de Fórmula III		Amina	Compuesto de Fórmula II		Isociana
A	Q		R <sub>1</sub>	R de Form. I	
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>				CH <sub>3</sub> NCO
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>				CH <sub>3</sub> NCO
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> -		CH <sub>3</sub> NCO
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> -		C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NC
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -		CH <sub>3</sub> NCO
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -		CH <sub>3</sub> NCO
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CHNH <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CH-		CH <sub>3</sub> NCO
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>				CH <sub>3</sub> NCO
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>13</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>13</sub> -		CH <sub>3</sub> NCO
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> -		CH <sub>3</sub> NCO
CH <sub>3</sub>	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub>		CH <sub>3</sub> NCO
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>		CH <sub>3</sub> NCO
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -		CH <sub>3</sub> NCO

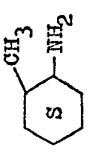
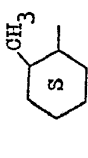
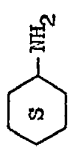



TABLA I (continuación)

Amina	Compuesto de Fórmula II		Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
	R <sub>7</sub> , R de Form. I	Isocianato	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	
		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	
	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	135 - 137
	CH <sub>3</sub> -	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	
	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	135 - 138
	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	130 - 132
INH <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> CH-	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	158 - 159
I <sub>2</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> CH-   CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	139 - 141
	C <sub>6</sub> H <sub>13</sub> -	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	91 - 93
	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> -	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	90 - 94
	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	
I <sub>2</sub>	C <sub>18</sub> H <sub>37</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	
CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	

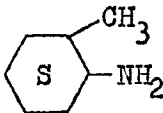
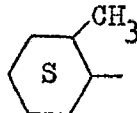
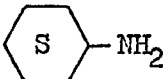
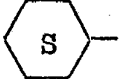
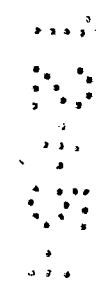


TABLA I (continuación)

1	Compuesto de Fórmula III		Amina		Compuesto de Fórmula II		Isocianato		Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
	A	Q	CH <sub>3</sub> OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	R <sub>7</sub> , R de Form. II	CH <sub>3</sub> OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>		
5	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	líquido viscoso IR: 3,0 (NH); 5,78 (CO)	
10	H	NHCH <sub>3</sub>					CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -		
15	CH <sub>3</sub>	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	159 - 164	

1

TABLA I (continuación)

5	Compuesto de Fórmula III		Amina	Compuesto de Fórmula II		Isocianato.
	A	Q		R <sub>7</sub> , R de Form. I		
	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> OCH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>		CH <sub>3</sub> NCO
10	H	NHCH <sub>3</sub>				CH <sub>3</sub> NCO
	H	NHC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>				CH <sub>3</sub> NCO
15	CH <sub>3</sub>	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> ONH <sub>2</sub> -HCl	CH <sub>3</sub> O-		CH <sub>3</sub> NCO

15

20

25



TABLA I (continuación)

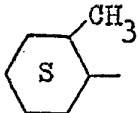
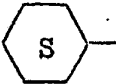
	Compuesto de Fórmula II		Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
	R <sub>7</sub> , R de Form. I	Isocianato.	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
$2NH_2$	$CH_3OCH_2CH_2CH_2$	$CH_3NCO$	H	$CH_3-$	líquido viscoso IR: 3,0 (NH); 5,78 (CO)
		$CH_3NCO$	H	$CH_3-$	
		$CH_3NCO$	H	$CH_3-$	
	$CH_3O-$	$CH_3NCO$	H	$CH_3-$	159 - 164



TABLA I.A

Compuesto de Fórmula III	Amina	Compuesto de Fórmula II	Isocianato	Compuesto de Fórmula I	R <sub>3</sub>	Punto de fu- sión (°C)
Q		R <sub>7</sub>		R <sub>2</sub> R		
H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	NH <sub>2</sub> OH-HCL	HO-	CH <sub>3</sub> NCO (2 equi- valentes molares)	H CH <sub>3</sub> NHCO-	CH <sub>3</sub> -	169,5-170,5
H OCH <sub>3</sub>	NH <sub>2</sub> OH-HCL	HO-	CH <sub>3</sub> NCO (2 equi- valentes molares)	H CH <sub>3</sub> NHCO-	CH <sub>3</sub> -	
H OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	NH <sub>2</sub> OH-HCL	HO-	CH <sub>3</sub> NCO (2 equiva- lentes molares)	H CH <sub>3</sub> NHCO-	CH <sub>3</sub> -	
H -NHCH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	NH <sub>2</sub> OH-HCL	HO-	CH <sub>3</sub> NCO (2 equiva- lentes molares)	H CH <sub>3</sub> NHCO-	CH <sub>3</sub> -	

1

5

10

15

20

25

1

TABLA I.A

5	Compuesto de fórmula III	Amina	Compuesto de fórmula II	Isocianato
A	Q		R <sub>7</sub>	
	H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	NH <sub>2</sub> OH-HCl	HO-	CH <sub>3</sub> NCO (2 equivalentes molares)
	H OCH <sub>3</sub>	NH <sub>2</sub> OH-HCl	HO-	CH <sub>3</sub> NCO (2 equivalentes molares)
10	H OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	NH <sub>2</sub> OH-HCl	HO-	CH <sub>3</sub> NCO (2 equivalentes molares)
	H -NHCH <sub>2</sub> CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	NH <sub>2</sub> OH-HCl	HO-	CH <sub>3</sub> NCO (2 equivalentes molares)

15

20

25



TABLA I.A

Compuesto de Fórmula II		Compuesto de Fórmula I		Punto de fu- sión (°C)
<u>R<sub>7</sub></u>	Isocianato	<u>R<sub>2</sub></u>	<u>R</u>	
HO-	CH <sub>3</sub> NCO (2 equi- valentes molares)	H	CH <sub>3</sub> NHCO- $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \end{array}$	CH <sub>3</sub> - 169,5-170,5
HO-	CH <sub>3</sub> NCO (2 equi- valentes molares)	H	CH <sub>3</sub> NHCO- $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \end{array}$	CH <sub>3</sub> -
HO-	CH <sub>3</sub> NCO (2 equiva- lentes molares)	H	CH <sub>3</sub> NHCO- $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \end{array}$	CH <sub>3</sub> -
Cl	HO- CH <sub>3</sub> NCO (2 equiva- lentes molares)	H	CH <sub>3</sub> NHCO- $\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \end{array}$	CH <sub>3</sub> -



1

EJEMPLO 2

5

10

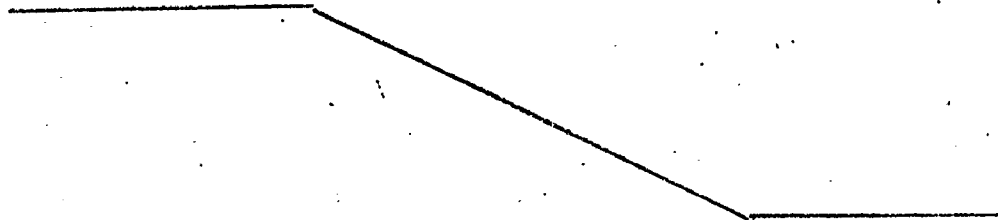
15

20

25

Una mezcla de 142 partes de N,N-dimetil-2-hidroxi-iminoacetoacetamida (un compuesto de Fórmula III), 1200 partes de tolueno, 123 partes de p-anisidina y 1 parte de ácido p-toluensulfónico se calienta a reflujo durante la noche en un matraz provisto de un separador de destilación Dean-Stark y un condensador de agua. De esta forma se separan 18 partes de agua. Al enfriar, precipita una densa papilla de producto sólido. Se filtra y se lava con cloruro de butilo obteniéndose así un producto que funde a 201,5-203°C. Por recristalización en acetonitrilo se obtienen 151 partes de N,N-dimetil-2-hidroxi-imino-3-(4-metoxifenilimino)butiramida (un compuesto de Fórmula II) en forma de sólido amarillo, p.f. 204-205,5°C.

De forma similar al Ejemplo 2, pueden prepararse los siguientes "Compuestos de Fórmula II" de la Tabla II, empleando relaciones esencialmente estequiométricas del "Compuesto de Fórmula III" y de la "amina" indicados. En algunos casos, el catalizador ácido toluensulfónico empleado en el ejemplo anterior es innecesario. En otros, el benceno es un disolvente satisfactorio.



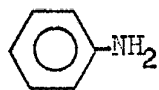
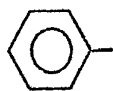
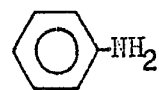
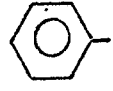
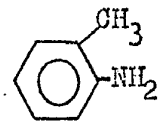
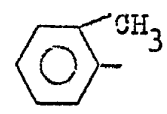
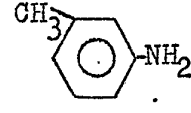
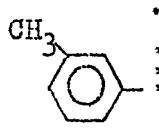
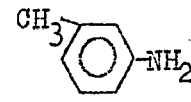
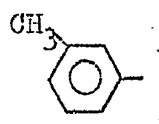
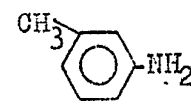
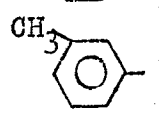
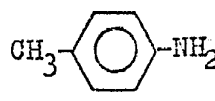
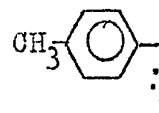


FABLA II

	Compuesto de Fórmula III A Q	Amina	Compuesto de Fórmula II K7, 8 de Forra. I	Isocianato	Compuesto de Fórmula I K2 K3	Punto de fusión (°C)
1	H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub>	155-157,5
5	H -NHCO <sub>2</sub> H <sub>5</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub>	
10	H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub>	121-124,5
15	H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub>	125-130
20	H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	
	CH <sub>3</sub> -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub>	
	H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub>	160,5-162

1

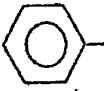
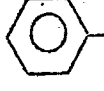
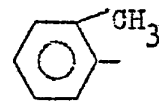

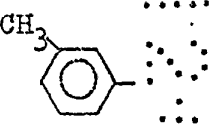

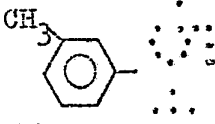

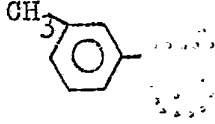

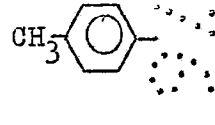
TABLA II

5	Compuesto de Fórmula III	Amina	Compuesto de Fórmula II	Isocianato
	<u>A</u> <u>Q</u>		<u>R</u> , <u>R</u> de Form. I	
	H    -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
	H    -NHC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
10	H    -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
	H    -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
15	H    -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO
	CH <sub>3</sub> -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
20	H    -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO

25



TABLA II

a	Compuesto de Fórmula II		Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
	R <sub>1</sub> , R de Form. I	Isocianato	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
H <sub>2</sub>		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	155-157,5
H <sub>2</sub>		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	
I <sub>3</sub> H <sub>2</sub>		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	121-124,5
		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	125-130
		C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	
		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	
		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	160,5-162

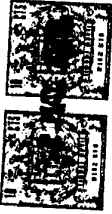


TABLA II (continuación)

Compuesto de Fórmula III	A	Q	Amina	Compuesto de Fórmula II	Isocianato	Compuesto de Fórmula I	Punto de fusión (°C)
			R <sub>1</sub> , R de Form. I				
H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub>	162 - 164
H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub>			C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	
H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub>	175 - 177
H -NHCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub>	
H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub>	169 - 170
H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub>	176 - 177,5
H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub>			C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	
H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub>	170 - 172
CH <sub>3</sub> -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H CH <sub>3</sub>	

1

TABLA II (continuación)


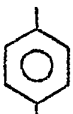

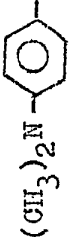

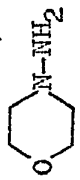

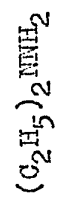
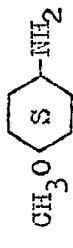

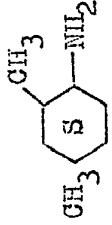
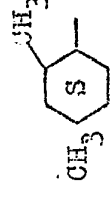


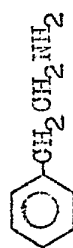
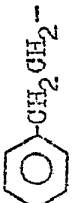
Compuesto de Fórmula III		Amina	Compuesto de Fórmula II	Isocianato
A	Q		R <sub>7</sub> , R de Form.I	
	H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
	H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO
5				
	H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
10				
	H -NHCH <sub>3</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
	H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>2</sub> NCO
15				
	H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
	H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO
20				
	H -N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
	CH <sub>3</sub> -N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
25				



TABLA II (continuación)

a	Compuesto de Fórmula II	Isocianato	Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
	R <sub>1</sub> , R de Form. I		R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
OCH <sub>3</sub> NH <sub>2</sub>		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	162 - 164
		C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	
		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	175 - 177
		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	
		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	169 - 170
		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	176 - 177,5
		C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	
		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	170 - 172
		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	

TABLA II (continuación)

1	Compuesto de Fórmula III		Amina	Compuesto de Fórmula II		Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
	A	Q		R <sub>1</sub> , R de Form. I	Isocianato	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
5	CH <sub>3</sub>	-N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>		F		H	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> -	
10	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>		(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-		H	CH <sub>3</sub>	156 - 157
	CH <sub>3</sub>			O		CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	
15	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>		(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> N-	(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> N-	H	CH <sub>3</sub>	
	H	-NHCH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>		CH <sub>3</sub> O		CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	
20	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>		CH <sub>3</sub>		H	CH <sub>3</sub>	
	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>				H	CH <sub>3</sub>	
	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>				H	CH <sub>3</sub>	

1

TABLA II (continuación)

5	Compuesto de Fórmula III		Amina	Compuesto de Fórmula II	
	A	Q		R <sub>7</sub> ; R de Form. I	Isocianato
	CH <sub>3</sub>	-N(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> NCO
10	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
	CH <sub>3</sub>	-N $\begin{cases} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \text{C}_4\text{H}_9 \end{cases}$			CH <sub>3</sub> NCO
15	H	-N $\begin{cases} \text{CH}_3 \\ \text{C}_4\text{H}_9 \end{cases}$	(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NNH <sub>2</sub>	(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> N-	CH <sub>3</sub> NCO
	H	-NHCH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
20	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO

25

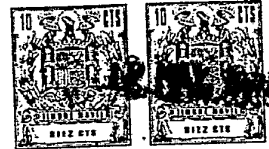

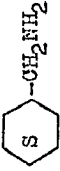


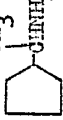
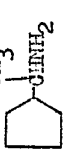
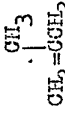
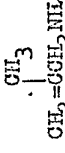


TABLA II (continuación)

	Compuesto de Fórmula II		Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
	R <sub>1</sub> , R de Fóm. I	Isocianato	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
		CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> NCO	H	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> -	
NH <sub>2</sub>		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	156 - 157
2		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	
		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	
>NH <sub>2</sub>		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	
I <sub>3</sub>		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	
H <sub>2</sub>		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	
NH <sub>2</sub>		CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub>	

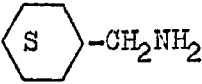
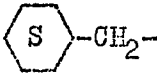
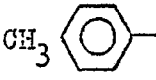
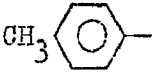
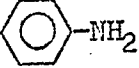

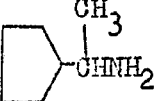
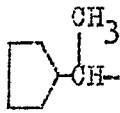
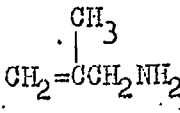
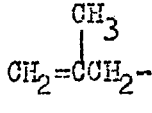
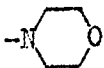
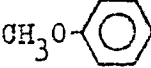
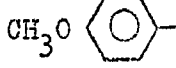
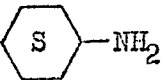
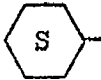
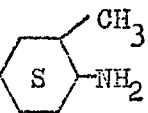
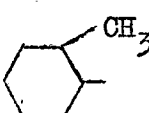


Tabla II (continuación)

1	Compuesto de Fórmula III		Amina		Compuesto de Fórmula II		Isocianato	Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
	A	Q	R <sub>1</sub> , R <sub>2</sub> , R <sub>3</sub>		R <sub>1</sub> , R <sub>2</sub> , R <sub>3</sub>			R <sub>1</sub>	R <sub>2</sub> , R <sub>3</sub>	
5	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> CHCH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> CHCH <sub>2</sub> - C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	161-162
10	H	-N(OH) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H	H	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	143-145
15	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	
20	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	
25	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO	H	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	

1

TABLA II (continuación)

Compuesto de Fórmula III		Compuesto de Fórmula II		Isocianato
A	Q	Amina	R <sub>7</sub> ; R de Form. I	
H	-NHCH <sub>3</sub>	$C_4H_9CHCH_2NH_2$   C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	$C_4H_9CHCH_2-$   C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> NCO
5				
H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
H	-OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>			C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO
10				
H	-OCH <sub>3</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
15				
H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
II	-N 			CH <sub>3</sub> NCO
20				
H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO
H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>			CH <sub>3</sub> NCO

25

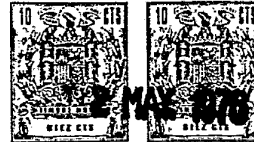
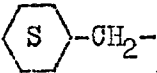


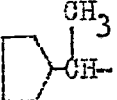

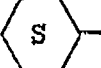
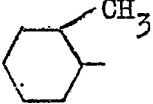


TABLA II (continuación)

Compuesto de Fórmula II		Isocianato	Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
R <sub>1</sub>	R de Form. I		R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
$C_4H_9$	$CHCH_2-$ $C_2H_5$	$CH_3NCO$	H	$CH_3$	
	$-CH_2-$	$CH_3NCO$	H	$CH_3$	
$CH_3$		$C_2H_5NCO$	H	$C_2H_5$	
		$CH_3NCO$	H	$CH_3$	
		$CH_3NCO$	H	$CH_3$	
	$CH_2=C(CH_3)-$	$CH_3NCO$	H	$CH_3$	
$CH_3O$		$CH_3NCO$	H	$CH_3$	
		$CH_3NCO$	H	$CH_3$	161-162
		$CH_3NCO$	H	$CH_3$	143-145



1

EJEMPLO 3

5

10

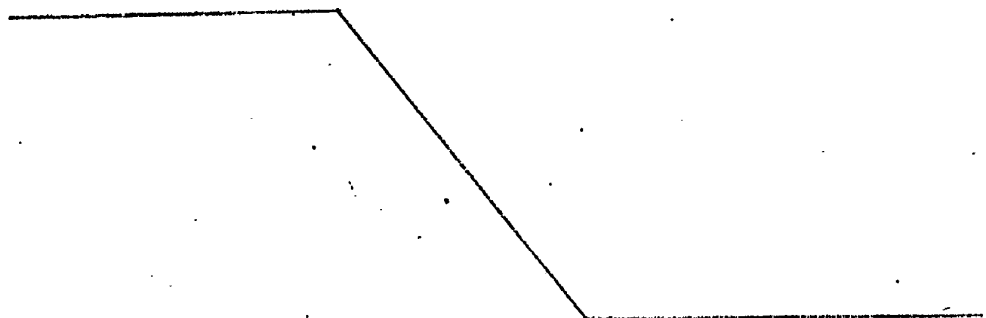
7,6 partes de 2-hidroxi-imino-3-metoxi-iminovalerato de etilo se mezclan con 7 partes de una solución acuosa al 40 % de metilamina a 25°C y se agita hasta que se vuelve homogénea (5 minutos). La mezcla se deja en reposo durante 18 horas y después se evapora a presión reducida (15 mm) a 50°C de temperatura del baño de agua hasta sequedad. Por recristalización del residuo en acetonitrilo se obtienen 4,3 partes de N-metil-2-hidroxi-imino-3-metoxi-iminovaleramida, p.f. 168-170°C.

15

Los compuestos tabulados en la Tabla III pueden ser preparados de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 3 empleando cantidades estequiométricamente comparables del "Compuesto de Fórmula II (Q = OR<sub>4</sub>)" y de la "Amina" indicados para producir el "Compuesto de Fórmula II (Q = NR<sub>5</sub>-R<sub>6</sub>)". Pueden introducirse algunas variaciones en los sistemas disolventes, en los tiempos de reacción y en el uso de catalizador como se ha indicado previamente.

20

25



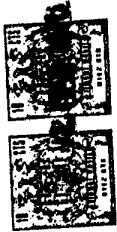


TABLE III

	Compuesto de Fórmula II (Q = CR <sub>4</sub> )			Compuesto de Fórmula II (Q = NR <sub>3</sub> R <sub>6</sub> )			Compuesto de Fórmula I		
	R <sub>4</sub>	R <sub>7</sub>	Amina	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	Isocianato	R <sub>2</sub>	R	R <sub>3</sub>
1	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> -
5	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> O-	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -
	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> =CHNCO	H	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> -
10	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NH	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -
	CH <sub>3</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> N(CH <sub>3</sub> )H	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> -	CH <sub>3</sub> -
	CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> -
15	H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> NH	CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> NCO (2 equivalentes molares)	H	CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> -

20

25

1

TABLA III



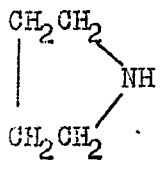

5

10

15

20

25

Compuesto de Fórmula II (Q = OR <sub>4</sub> )				Compuesto de Fórmula II (Q =NH)		
A	R <sub>4</sub>	R <sub>7</sub>	Amina	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	Isocianato
H	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub> NCO
H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> O-	CH <sub>3</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO
H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-	CH <sub>3</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> NCO
H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> -	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NH	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> NGC
CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> -	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> N(CH <sub>3</sub> )H	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	CH <sub>3</sub> ,...	CH <sub>3</sub> NCO
CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> O- 	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> NH <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> - 	H	CH <sub>3</sub> NCO
H	CH <sub>3</sub>	HO-		-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> - 		CH <sub>3</sub> NCO (2 eq lentes molar

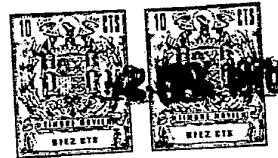

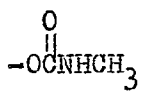


TABLA III

= OR <sub>4</sub> )	Compuesto de Fórmula II (Q = NR <sub>5</sub> R <sub>6</sub> )			Compuesto de Fórmula I		
	R <sub>5</sub>	R <sub>6</sub>	Isocianato	R <sub>2</sub>	R	R <sub>3</sub>
	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> O-	CH <sub>3</sub> -
	CH <sub>3</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> NCO	H	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> O-	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -
	CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> NCO	H	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> -
	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -
)H	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> NCO	H	C <sub>8</sub> H <sub>17</sub> -	CH <sub>3</sub> -
NH <sub>2</sub>	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> -	H	CH <sub>3</sub> NCO	H	CH <sub>3</sub> O-  -	CH <sub>3</sub> -
I	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -		CH <sub>3</sub> NCO (2 equivalentes molares)	H		CH <sub>3</sub> -



1

#### EJEMPLO 4

5

10

Una mezcla de 34 partes de N,N-dimetil-2-hidroxi-imino-3-metoxi-iminobutiramida, 350 partes de cloruro de metileno, 13 partes de isocianato de metilo y 0,1 partes de trietilendiamina se agita a 25°C durante 3 horas y después se calienta a reflujo durante 1 hora. El disolvente se separa por rectificación a presión reducida (15 mm) a una temperatura del baño de 50°, obteniendo así el producto crudo sólido. Por recristalización en una mezcla de benceno y acetonitrilo se obtienen 32 partes de N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-[(metilcarbamoil)oximino]butiramida, p.f. 172-173°C.

15

20

Puede repetirse el procedimiento del Ejemplo 4 empleando cantidades estequiométricas comparables del "Compuesto de Fórmula II" y "Isocianato" indicados para producir el "Compuesto de Fórmula I". Pueden introducirse diversas variaciones en los sistemas disolventes, en los tiempos de reacción y en el catalizador como se ha indicado anteriormente, (véanse las Tablas I, II y III).

25

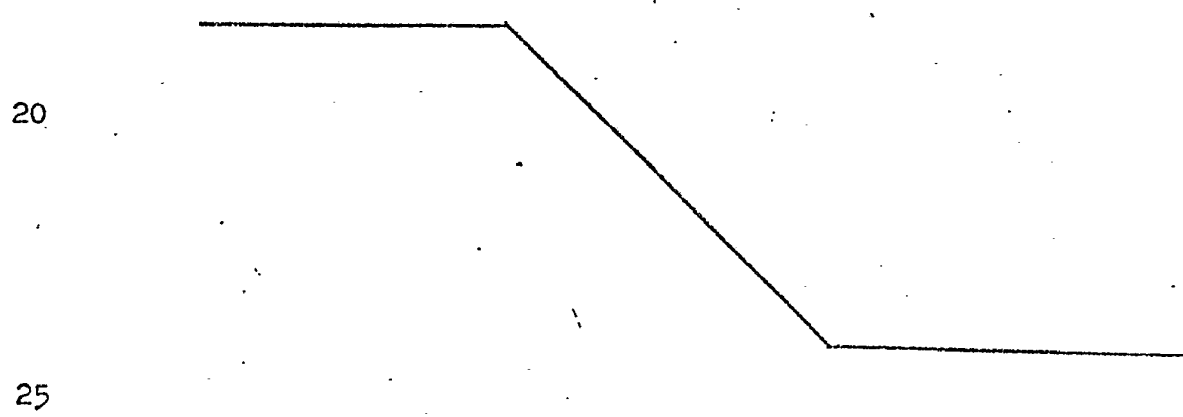
#### EJEMPLO 5

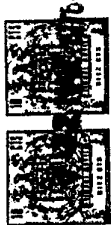
A una mezcla agitada de 75 partes de N,N-dimetil-2-hidroxi-imino-3-metoxi-iminobutiramida y 1500 partes de tetrahidrofurano se añaden poco a poco, a lo largo de un periodo de 15 minutos, 19 partes de hidruro sódico al 50% en dispersión en aceite mineral. La temperatura se mantie-



1 ne entre 20 y 30°C. Al cabo de media hora aproximadamente, ha  
cesado el desprendimiento de hidrógeno gaseoso y se inicia la  
rápida adición de 55 partes de cloruro de dietilcarbamoilo.  
La temperatura asciende espontáneamente a 33°C y se produce  
5 un rápido adelgazamiento de la suspensión de la sal de oxima.  
La mezcla se calienta a reflujo y se agita durante 3 horas.  
Los sólidos inorgánicos se separan después por filtración y  
el producto se recupera por separación del disolvente a pre-  
sión reducida. El residuo se tritura dos veces con hexano y  
10 el líquido se decanta para separar el aceite mineral. Después  
de secar, se obtienen 90 partes de N,N-dimetil-2-[(dietil-  
carbamoil)oxi-imino]-3-metoxi-iminobutiramida, p.f. 59-61°.

Los compuestos tabulados en la Tabla IV pueden pre-  
pararse de acuerdo con el procedimiento del Ejemplo 5, em-  
15 pleyando el "Compuesto de Fórmula II" y el "Cloruro de carba-  
moilo" indicados para producir el correspondiente "Compues-  
to de Fórmula I".





1

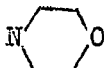
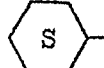
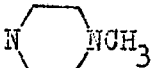
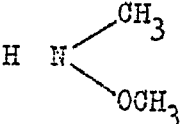

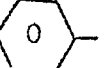

TABLA IV

	Compuesto de Fórmula II		Cloruro de carbonilo	Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
A	Q	R		R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
5	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> O-	(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NC(=O)Cl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> - C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	59 - 61
	H			(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NC(=O)Cl	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> -	
10	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> O-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NC(=O)Cl	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> -	p.e. 193° a 0,5 mm
	H		CH <sub>3</sub> O-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NC(=O)Cl	CH <sub>3</sub> -... CH <sub>3</sub> -	87 - 89
15	H	N-(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>		(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NC(=O)Cl	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> -	108 - 110
	CH <sub>3</sub>	NECH <sub>3</sub>		(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NC(=O)Cl	CH <sub>3</sub> -... CH <sub>3</sub> -	
20	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>		(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NC(=O)Cl	CH <sub>3</sub> -... CH <sub>3</sub> -	122 - 124

25

1

TABLA IV

Compuesto de Fórmula II		R <sub>7</sub> de Fórm. I	Cloruro de carbanilo
A	Q		
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> O-	(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NCO
H			(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCO
H		CH <sub>3</sub> O-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCO
H		CH <sub>3</sub> O-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCO
H	N-(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> O- 	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCO
CH <sub>3</sub>	NHCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub> - 	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCO
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> S- 	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCO

25



TABLA IV


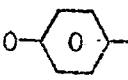

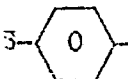
Fórmula II de Fórm. I	Cloruro de carbamoilo	Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
		R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
CH <sub>3</sub> O-	$(C_2H_5)_2N\overset{O}{\parallel}Cl$	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	59 - 61
	$(CH_3)_2N\overset{O}{\parallel}Cl$	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	
CH <sub>3</sub> O-	$(CH_3)_2N\overset{O}{\parallel}Cl$	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	p.e. 193° a 0,5 mm
CH <sub>3</sub> O-	$(CH_3)_2N\overset{O}{\parallel}Cl$	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	87 - 89
	$(CH_3)_2N\overset{O}{\parallel}Cl$	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	108 - 110
	$(CH_3)_2N\overset{O}{\parallel}Cl$	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	
	$(CH_3)_2N\overset{O}{\parallel}Cl$	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	122 - 124



TABLA IV (continuación)

Compuesto de Fórmula II		Cloruro de amonio		Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
A	Q	R <sub>7</sub>	R <sub>8</sub>	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
H	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCOCl	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>		(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCOCl	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	107 - 109
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>		(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCOCl	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>		(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCOCl	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	138-141,5
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCOCl	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	Líquido, IR: 3,0 (NH); 5,8 (CO)
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>		(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCOCl	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	142 - 144 (desc.)
H	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> O-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCOCl	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	Líquido, IR: 3,1 (NH); 5,78 (CO, carbonato); 5,82 (CO, éster)
H	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> O-	(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NCOCl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	

TABLA IV (continuació)

1

5

10

15

20

25

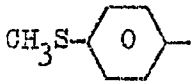
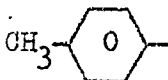
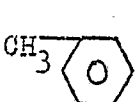
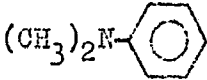

Compuesto de Fórmula II		R <sub>7</sub> de Fórm. I	Cloruro de carboxilo	Comp. Fórm. R <sub>2</sub>
A	Q			
H	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		$(\text{CH}_3)_2\overset{\text{O}}{\parallel}\text{NCOCl}$	CH <sub>3</sub> -
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>		$(\text{CH}_3)_2\overset{\text{O}}{\parallel}\text{NCOCl}$	CH <sub>3</sub> -
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>		$(\text{CH}_3)_2\overset{\text{O}}{\parallel}\text{NCOCl}$	CH <sub>3</sub> -
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>		$(\text{CH}_3)_2\overset{\text{O}}{\parallel}\text{NCOCl}$	CH <sub>3</sub> -
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-	$(\text{CH}_3)_2\overset{\text{O}}{\parallel}\text{NCOCl}$	CH <sub>3</sub> -
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>		$(\text{CH}_3)_2\overset{\text{O}}{\parallel}\text{NCOCl}$	CH <sub>3</sub> -
H	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> O-	$(\text{CH}_3)_2\overset{\text{O}}{\parallel}\text{NCOCl}$	CH <sub>3</sub> -
H	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub> O-	$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\overset{\text{O}}{\parallel}\text{NCOCl}$	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -



TABLA IV (continuació)

Fórmula II	Cloruro de carbamoilo	Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
		R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
	$(\text{CH}_3)_2\text{NCOCl}$	$\text{CH}_3-$	$\text{CH}_3-$	
	$(\text{CH}_3)_2\text{NCOCl}$	$\text{CH}_3-$	$\text{CH}_3-$	107 - 109
	$(\text{CH}_3)_2\text{NCOCl}$	$\text{CH}_3-$	$\text{CH}_3-$	
	$(\text{CH}_3)_2\text{NCOCl}$	$\text{CH}_3-$	$\text{CH}_3-$	138-141,5
-	$(\text{CH}_3)_2\text{NCOCl}$	$\text{CH}_3-$	$\text{CH}_3-$	líquido, IR:3,0 (NH); 5,8(CO)
-	$(\text{CH}_3)_2\text{NCOCl}$	$\text{CH}_3-$	$\text{CH}_3-$	142 - 144 (desc.)
-	$(\text{CH}_3)_2\text{NCOCl}$	$\text{CH}_3-$	$\text{CH}_3-$	líquido, IR:3,1 (NH); 5,78 (CO, carbonato); 5,82 (CO, éster)
-	$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NCOCl}$	$\text{C}_2\text{H}_5-$	$\text{C}_2\text{H}_5-$	

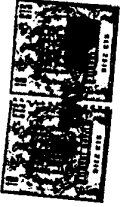



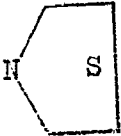
TABLA IV (continuación)

	Compuesto de Fórmula II	Cloruro de carbamilo	Compuesto de Fórmula I	Punto de fusión
	A	R <sub>7</sub> de Form. I	R <sub>2</sub> , R <sub>3</sub>	(°C)
5	CH <sub>3</sub> OCH <sub>3</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCCL	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> -
	H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> -	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCCL	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> -
10	CH <sub>3</sub> N(CH <sub>3</sub> )(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> )	tert-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NCCL	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>
	H N-(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> O-	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> CH <sub>3</sub>
15	H N(CH <sub>3</sub> )(C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> )	CH <sub>3</sub> O-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCCL	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> -
	H N(CH <sub>3</sub> )(C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> )	CH <sub>3</sub> O-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCCL	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> -
20	H N(CH <sub>3</sub> )(C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> )	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> O-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCCL	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> -

25

1

TABLA IV (continuación)

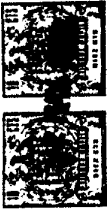
5	Compuesto de Fórmula II			Cloruro de carbamilo	Compuesto	
	A	Q	R <sub>7</sub> de Form. I		R <sub>2</sub>	R
	CH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCOCl	CH <sub>3</sub> -	OH
	H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> -	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCOCl	CH <sub>3</sub> -	OH
10	CH <sub>3</sub>	N $\begin{matrix} \diagup \text{CH}_3 \\ \diagdown \text{C}_2\text{H}_5 \end{matrix}$	terc-C <sub>4</sub> H <sub>9</sub>	(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub> NCOCl	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub>
	H	N-(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> O-	$\begin{matrix} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagdown \\ \text{NCOCl} \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{matrix}$	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	OH
15	H	N $\begin{matrix} \diagup \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagdown \text{C}_4\text{H}_9 \end{matrix}$	CH <sub>3</sub> O-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCOCl	CH <sub>3</sub> -	OH
	H		CH <sub>3</sub> O-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCOCl	CH <sub>3</sub> -	OH
20	H		C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> O-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NCOCl	CH <sub>3</sub> -	OH

25



TABLA IV (continuación)

<u>I</u> <u>m. I</u>	Cloruro de carbamoilo	Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
		<u>R<sub>2</sub></u>	<u>R<sub>3</sub></u>	
	$(\text{CH}_3)_2\overset{\text{O}}{\parallel}\text{NCCL}$	$\text{CH}_3-$	$\text{CH}_3-$	
	$(\text{CH}_3)_2\overset{\text{O}}{\parallel}\text{NCCL}$	$\text{CH}_3-$	$\text{CH}_3-$	
	$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\overset{\text{O}}{\parallel}\text{CCL}$	$\text{C}_2\text{H}_5$	$\text{C}_2\text{H}_5$	
	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \vdots \\ \text{C}_2\text{H}_5 \text{---} \text{N} \text{---} \text{C} \text{---} \text{C} \text{---} \text{C} \text{---} \text{C} \\ \vdots \quad \vdots \quad \vdots \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\text{C}_2\text{H}_5$	$\text{CH}_3$	
	$(\text{CH}_3)_2\overset{\text{O}}{\parallel}\text{NCCL}$	$\text{CH}_3-$	$\text{CH}_3-$	
	$(\text{CH}_3)_2\overset{\text{O}}{\parallel}\text{NCCL}$	$\text{CH}_3-$	$\text{CH}_3-$	
	$(\text{CH}_3)_2\overset{\text{O}}{\parallel}\text{NCCL}$	$\text{CH}_3-$	$\text{CH}_3-$	



FABLA IV (continuación)




Compuesto de Fórmula II		Cloruro de carbencilo	Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
A	F7 de For. I		R2	R3	
5	H N(CH <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH}_2=\text{CHCH}_2 \\ \diagup \\ \text{NCOCl} \end{array}$	CH <sub>3</sub> - CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> -	
	H NHCH <sub>3</sub>		$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCOCl} \end{array}$	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> -	
10	H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>		$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCOCl} \end{array}$	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> -	
	H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>		$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCOCl} \end{array}$	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> -	
15	H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCOCl} \end{array}$	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> -	<sup>25</sup> <sub>D</sub> = 1,4842
	H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCOCl} \end{array}$	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> -	<sup>25</sup> <sub>D</sub> = 1,4842
	H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> -	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCOCl} \end{array}$	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> -	<sup>25</sup> <sub>D</sub> = 1,4842
20	H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> -	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCOCl} \end{array}$	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> -	130 - 132°
	H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> O-	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCOCl} \end{array}$	CH <sub>3</sub> - CH <sub>3</sub> -	102 - 103,5°

TABLA IV (continuación)

1

Compuesto de Fórmula III			Cloruro de carbamoilo	Compuest Fórmula	
A	Q	R <sub>7</sub> de Form. I		R <sub>2</sub>	—
5	H NHC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> -	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-		CH <sub>3</sub> -	CH
	H NHCOCH <sub>3</sub>		(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NC(=O)Cl	CH <sub>2</sub> -	
10	H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> N-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NC(=O)Cl	CH <sub>3</sub> -	
	H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	F-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NC(=O)Cl	CH <sub>3</sub> -	
	H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> -	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NC(=O)Cl	CH <sub>3</sub> -	
15	H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>5</sub> -	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NC(=O)Cl	CH <sub>3</sub> -	
	H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> -	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NC(=O)Cl	CH <sub>3</sub> -	Cl
20	H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> -	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NC(=O)Cl	CH <sub>3</sub> -	Cl
	H N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub> O-	(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> NC(=O)Cl	CH <sub>3</sub> -	Cl

25



TABLA IV (continuación)

No. I	Cloruro de carbencilo	Compuesto de Fórmula I		Punto de fusión (°C)
		R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	
	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{C} \\ \diagup \\ \text{CH}_2 = \text{CHCH}_2 \end{array} \begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{NCCL} \end{array}$	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>2</sub> =CHCH <sub>2</sub> -	
	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCCL} \end{array}$	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	
	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCCL} \end{array}$	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	
	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCCL} \end{array}$	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	
	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCCL} \end{array}$	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	N <sub>D</sub> <sup>25</sup> = 1,4842
	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCCL} \end{array}$	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	N <sub>D</sub> <sup>25</sup> = 1,4842
	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCCL} \end{array}$	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	N <sub>D</sub> <sup>25</sup> = 1,4842
	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCCL} \end{array}$	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	130 - 132°
	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCCL} \end{array}$	CH <sub>3</sub> -	CH <sub>3</sub> -	102 - 103,5°



TABLA IV, A

A	Compuesto de Fórmula II		Cloruro de carbamilo	Compuesto de Fórmula I			Punto de fusión (°C)
	Q	R7		R2	R	R3	
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	HO	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCOCl} \end{array}$ (2 equivalentes molares)	CH <sub>3</sub> -	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCO} \end{array}$	CH <sub>3</sub> -	117 - 120
H	OCH <sub>3</sub>	HO	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCOCl} \end{array}$ (2 equivalentes molares)	CH <sub>3</sub> -	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCO} \end{array}$	CH <sub>3</sub> -	

1

5

10

15

20

25

1

TABLA IV, A

5

10

15

20

25

Compuesto de Fórmula II			Cloruro de carbamilo	Compuesto
A	Q	R <sub>7</sub>		R <sub>2</sub>
H	N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	HO	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCCL} \end{array}$ (2 equivalentes molares)	CH <sub>3</sub> - (CH
H	OCH <sub>3</sub>	HO	$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCCL} \end{array}$ (2 equivalentes molares)	CH <sub>3</sub> - (CH



TABLA IV, A

<u>a II</u> <u>R<sub>7</sub></u>	<u>Cloruro de carbamilo</u>	<u>Compuesto de Fórmula I</u>			<u>Punto de fusión (°C)</u>
		<u>R<sub>2</sub></u>	<u>R</u>	<u>R<sub>3</sub></u>	
HO	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCCL} \end{array}$ (2 equivalentes molares)	CH <sub>3</sub> <sup>-</sup>	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3)_2\text{NC-O} \end{array}$	CH <sub>3</sub> <sup>-</sup>	117 - 120
HO	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCCL} \end{array}$ (2 equivalentes molares)	CH <sub>3</sub> <sup>-</sup>	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ (\text{CH}_3)_2\text{NCO-} \end{array}$	CH <sub>3</sub> <sup>-</sup>	



1 Formulación y uso

Las formulaciones útiles de los compuestos de Fórmula I para el control de los áfidos pueden ser preparadas por métodos convencionales. Comprenden polvos finos, gránulos esféricos y cilíndricos, soluciones, suspensiones, emulsiones, polvos mojables, concentrados emulsionables y similares. Muchos de éstos pueden ser aplicados directamente. Las formulaciones pulverizables pueden ser diluidas en medios adecuados y utilizadas a volúmenes de pulverización de algunos litros a varios cientos de galones por acre (litros/Ha). Las composiciones de gran concentración se usan experimentalmente como intermediarios para nuevas formulaciones. Las formulaciones pueden ser descritas en términos amplios como constituidas esencialmente por alrededor de 1 a 99 % en peso de ingrediente o ingredientes activos y por lo menos uno de los compuestos siguientes: (a) alrededor de 0,1 % a 20 % de agentes tensoactivos y (b) alrededor de 5 % a 99 % de diluyentes sólidos o líquidos. (La expresión "constituida esencialmente por" se utiliza para indicar que, además de los ingredientes esenciales, es decir los citados específicamente, las formulaciones pueden contener otros ingredientes siempre que no destruyan la utilidad aficida de los preparados). Más específicamente, las formulaciones contienen estos ingredientes en las siguientes proporciones aproximadas:

5

10

15

20

25



	Porcentaje en peso			
	<u>Ingrediente activo</u>	<u>Diluyente</u>	<u>Agente tenso-activo</u>	
1	Polvos mojables	20-90	0-74	1-10
5	Suspensiones oleosas, emulsiones, soluciones (incluidos los concentrados emulsio- nables)	5-50	40-95	0-15
	Suspensiones acuosas	10-50	40-84	1-20
	Polvos finos	1-25	70-99	0-5
10	Gránulos esféricos y cilíndricos	1-95	5-99	0-15
	Composiciones de gran concentración	90-99	0-10	0-2

15 Naturalmente, puede haber presentes unas concentra- ciones inferiores o superiores de ingrediente activo, según el uso a que se destine el producto y las propiedades físi- cas del compuesto. Algunas veces son interesantes unas pro- porciones mayores de agente tensoactivo a ingrediente activo y se consigue por incorporación a la formulación o mezclando en un tanque.

20 Los diluyentes sólidos típicos están descritos en la obra de Watkins y colaboradores, "Handbook of Insectici- de Dust Diluents and Carriers", 2ª edición, Dorland Books, Caldwell, N.J. Los diluyentes más absorbentes son los prefe- ridos para los polvos mojables y los más densos para los polvos finos. Los diluyentes líquidos y disolventes típicos

25



1           están descritos en la obra de Marsden, "Solvents Guide",  
2ª edición, Interscience, New York, 1950. Se prefiere una  
solubilidad inferior a 0,1 % para los concentrados en sus-  
pensión; los concentrados en solución son preferiblemente  
5           estables contra la separación de fases a 0°C. En la obra  
"McCutcheon's Detergents and Emulsifiers Annual", Allured  
Publ. Corp., Ridgewood, New Jersey, así como en la de  
Sisely y Wood, "Encyclopedia of Surface Active Agents",  
Chemical Publ. Co., Inc., New York, 1964, se dan listas de  
10           agentes tensoactivos y sus aplicaciones recomendadas. Todos  
los preparados pueden contener cantidades pequeñas de adi-  
tivos para reducir la espuma, el apelmazamiento, la corro-  
sión, el desarrollo microbiológico, etc. Preferiblemente,  
los ingredientes deben estar aprobados por la Agencia Esta-  
15           dounidense de Protección Ambiental para el uso destinado.

Los métodos de preparación de estas composiciones  
son muy conocidos. Las soluciones se preparan simplemente  
mezclando los ingredientes. Las composiciones de sólidos  
finos se preparan mezclando y habitualmente moliendo, por  
20           ejemplo en un molino de martillos o fluído. Las suspensiones  
se preparan moliendo en mojado (véase, por ejemplo, la pa-  
tente estadounidense 3.060.084 de Littler). Los gránulos  
esféricos y cilíndricos pueden prepararse pulverizando el  
material activo sobre vehículos granulados previamente for-  
25           mados o por técnicas de aglomeración. Véase J.E. Browning,



1 "Agglomeration", Chemical Engineering, 4 de Diciembre de  
 1967, págs. 147ff y "Perry's Chemical Engineer's Handbook",  
 4ª edición, McGraw-Hill, N.Y., 1963, págs. 8-59ff.

5 Para más información referente a la técnica de for-  
 mación de preparados, véase, por ejemplo:

J.B. Buchanan, patente estadounidense 3.576.834,  
 27 de Abril de 1971, columna 5, línea 36 a columna 7,  
 línea 70 y Ejemplos 1-4, 17, 106, 123-140.

10 R.R. Schaffer, patente estadounidense 3.560.616,  
 2 de Febrero de 1971, columna 3, línea 48 a columna 7,  
 línea 26 y Ejemplos 3-9 y 11-18.

E. Somers, "Formulation", Capítulo 6 en Torgeson,  
 "Fungicides", Volumen I, Academic Press, New York,  
 1967.

15 EJEMPLO 6

<u>Polvo mojable</u>	<u>%</u>
Compuesto de Fórmula I donde $A = H$ , $Q = N(CH_3)_2$ , $R = OCH_3$ , $R_2 = H$ y $R_3 = CH_3$	40
Diocilsulfosuccinato sódico	1,5
20 Ligninsulfonato sódico	3
Metilcelulosa de baja viscosidad	1,5
Atapulgita	54

25 Los ingredientes se mezclan íntimamente, se pasan a  
 través de un molino de aire para producir un tamaño de par-  
 tícula medio inferior a 15 micras; se vuelven a mezclar y



1 se tamizan a través de un tamiz del nº 50 de las normas es-  
tadounidenses (apertura de 0,3 mm) antes de embasarlos.

Todos los compuestos de Fórmula I pueden ser for-  
mulados de la misma manera.

5 EJEMPLO 7

	<u>%</u>
<u>Polvo soluble en agua</u>	
Compuesto de Fórmula I donde A = H, Q = N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> , R = OCH <sub>3</sub> , R <sub>2</sub> y R <sub>3</sub> = CH <sub>3</sub>	95
Dioctilsulfosuccinato sódico	0,5
10 Ligninsulfonato sódico	1,0
Sílice fina sintética	3,5

Los ingredientes se mezclan y se muelen groseramente  
en un molino de martillos de manera que sólo un pequeño por-  
centaje del ingrediente activo pasa de un tamaño de 250 mi-  
15 cras (tamiz nº 60 de las normas estadounidenses). Cuando se  
añaden al agua con agitación, el polvo grosero inicialmente  
se dispersa y después el ingrediente activo se disuelve de  
manera que ya no es necesario agitar durante la aplicación.

20 EJEMPLO 8

	<u>%</u>
<u>Concentrado líquido</u>	
Compuesto de Fórmula I donde A = H, Q = N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> , R = OCH <sub>3</sub> , R <sub>2</sub> = CH <sub>3</sub> y R <sub>3</sub> = CH <sub>3</sub>	31
Disolvente de metanol/agua en una relación pon- deral de 24:76	68,5
25 H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> al 35 %	0,5



1 El compuesto de Fórmula I y el  $H_3PO_4$  se agregan al sistema disolvente. La mezcla se agita hasta que se obtiene una solución. La solución se clarifica por filtración si es necesario.

5 EJEMPLO 9

<u>Gránulos</u>	<u>%</u>
Compuesto de Fórmula I donde $A = H$ , $Q = N(CH_3)_2$ , $R = N(CH_3)_2$ , $R_2 = H$ y $R_3 = CH_3$	5
Celatom MP78 (tierra de diatomeas) en gránulos	95

10 El compuesto de Fórmula I se disuelve en metanol suficiente para mojar por completo los gránulos cuando se mezclan con ellos. Se disuelve suficiente compuesto de Fórmula I en el metanol. Esta solución se agrega a los gránulos y la mezcla se agita para mojar uniformemente los gránulos. El disolvente metanólico se separa por evaporación.

15 EJEMPLO 10

<u>Polvo fino</u>	<u>%</u>
Compuesto de Fórmula I donde $A = H$ , $Q = N(CH_3)_2$ , $R = N(CH_3)_2$ , $R_2 = CH_3$ y $R_3 = CH_3$	10
Atapulgita	10
Talco	80

20 El ingrediente activo se mezcla con atapulgita y después se pasa por un molino de martillos para producir partículas prácticamente todas ellas de un tamaño inferior a 200 micras. El concentrado molido se mezcla después con tal-



1 co pulverizado hasta alcanzar la homogeneidad.

Los compuestos de esta invención son útiles para el control de los áfidos que atacan a las plantas. Cuando se aplican a los áfidos o al lugar de la infestación por áfi-  
5 dos, estas pestes son matadas o expulsadas de las plantas. Los compuestos preferidos de esta invención son especialmente útiles en la protección de las plantas contra los áfidos. Los compuestos son altamente sistémicos y son trasladados hacia arriba desde el terreno y desde las aplicaciones fo-  
10 liares. Presentan un orden muy bajo de fitotoxicidad y buenos márgenes de seguridad ya se apliquen al follaje o al terreno. Aunque se degradan en la biosfera en un periodo de tiempo razonable, no son de vida tan corta que pierdan su eficacia inmediatamente después de su aplicación. Por con-  
15 siguiente, el coste del control de los áfidos no es excesivo. Los compuestos preferidos son solubles en agua y pueden ser económicamente formulados en sistemas acuosos. Una vez que se ha preparado la solución de pulverización, no es necesario agitar para mantener una concentración uniforme. Des-  
20 pués del tratamiento, los áfidos caen de la planta dejando limpio el tejido foliar. Esto es importante en los vegetales de hoja verde donde las hojas son consumidas como alimen-  
tos por los seres humanos. Algunos insecticidas matan tan rápidamente que los áfidos no tienen tiempo de marcharse y,  
25 por lo tanto, permanecen unidos a la hoja. Estos áfidos



1 muertos no son fácilmente lavados o separados de las hojas  
y reducen la calidad y la conveniencia del producto como  
alimento.

5 Cuando se aplica como pulverización foliar, los  
compuestos penetran rápidamente en las hojas de las plan-  
tas y se mueven libremente dentro del tejido. Una vez den-  
tro de la planta, no pueden ser lavados por la lluvia. No  
es necesario que la pulverización se distribuya uniformemen-  
te sobre toda la superficie para ser efectiva ni tampoco es  
10 necesario que entre en contacto con los áfidos propiamente  
dichos. Cuando se aplican al terreno, los compuestos son  
absorbidos a través de las raíces de las plantas y son  
transportados hacia el tejido foliar sobre el cual se están  
alimentando los áfidos. El suelo actúa como un depósito que  
15 pone los compuestos a disposición de las plantas durante un  
periodo prolongado de tiempo. La cantidad aplicada al terre-  
no debe ser calculada para suministrar a las plantas mate-  
rial suficiente para durar durante la parte fría de la tem-  
porada durante la cual los áfidos son más destructores. Se  
necesitarán cantidades mayores cuando la temporada de los  
20 áfidos sea más larga o cuando unas especies superpuestas  
prolongan la temporada. Las aplicaciones al terreno reducen  
al mínimo los daños causados a los parásitos y a los preda-  
dores naturales y se adaptan bien a un programa integrado  
25 de control de pestes. El término "aplicación a la planta"



1 incluye la aplicación al follaje de la planta o a través del terreno..

5 Las cantidades de los compuestos necesarias para controlar los áfidos dependen de muchos factores tales como la intensidad de la infestación, la época del año, la especie de áfido, las especies de planta, el tipo de aplicación, la frecuencia y la cantidad de las lluvias, la temperatura y otros. Solamente 1 ppm en una pulverización foliar aplicada hasta chorrear o 200 g por hectárea aplicados en el surco  
10 pueden permitir controlar las infestaciones suaves bajo condiciones favorables para el compuesto. Se requieren cantidades mayores, de hasta unas 10.000 ppm en una pulverización foliar o 25 kg/Ha cuando las condiciones son adversas para el compuesto. Bajo las condiciones prácticas se prefieren unas  
15 concentraciones de 20-1000 ppm y unas proporciones en el terreno de 0,5-12,5 kg/Ha. Más preferidas son las concentraciones de 40-250 ppm y unas proporciones en el terreno de 1,5-2,5 kg/Ha.

20 Los áfidos controlados por los compuestos de esta invención son, aunque no exhaustivamente, el áfido negro de la judía, Aphis fabae; el áfido verde del durazno, Myzus persicae; el áfido del manzano, Aphis pomi; el áfido de la patata, Macrosiphum euphorbiae; el chinche verde, Toxoptera graminum; el áfido de las raíces del maíz, Anuraphis maidiradicis;  
25 el áfido de la remolacha, Brevicoryne



1 brassicarum; y el áfido verde de los cítricos, Aphis spiraeicola.

5 Los compuestos de esta invención pueden mezclarse con otros productos químicos agrícolas para su aplicación al follaje o al terreno. Estas mezclas amplían el espectro de las pestes controladas, ahorran el coste de múltiples aplicaciones y pueden producir efectos desusadamente beneficiosos. Las aplicaciones al terreno con bajas proporciones de oxamilo permiten un control mejorado de los áfidos junto con el control de los nematodos, trips y otros insectos de la estación temprana. Las aplicaciones foliares en combinación con benomilo proporcionan un buen control de hongos tales como la roña de la manzana y el mildiu pulverulento junto con un buen control de los áfidos en los manzanos. Otras muchas mezclas proporcionan resultados útiles.

15 La actividad aficida de los compuestos de Fórmula I es demostrada por los resultados de los siguientes ensayos:

Ensayo 1 - Control de los áfidos negros de la judía por pulverización foliar

20 Las unidades experimentales utilizadas para mostrar la eficacia aficida por aplicación foliar están constituidas por dos hojas de berros excisadas contenidas en una botella de boca estrecha de 2 onzas (59 cm<sup>3</sup>). La botella contiene agua para el tejido de la planta y se rellena de algodón alrededor de los tallos en el cuello de la botella para evitar que la solución pulverizada entre en contacto con el

25



1 agua. Las dos hojas soportan aproximadamente 80 áfidos en  
diversas fases de crecimiento. Las unidades experimentales  
se pulverizan hasta chorrear con diversas concentraciones  
de los compuestos preparadas en solución acuosa conteniendo  
5 1:3000 partes de laurilsulfato sódico como agente tensoacti-  
vo. Se observan los resultados 1 día después de la aplica-  
ción, estando expresados a continuación.

	<u>Compuesto</u>	<u>Concentraciones de rociada (%)</u>	<u>Control %</u>
10	N, N-dimetil-3-metoxi-imino- 2-[(dimetilcarbamoil)oxi-imino] butiramida	0,002	100
		0,001	98
		0,0005	100
		0,00025	100
		0,0001	96
	N, N-dimetil-3-metoxi-imino- 2-[(metilcarbamoil)oxi-imino] butiramida	0,001	100
		0,0005	100
		0,00025	97
		0,0001	76
	15	N, N-dimetil-2-[(etilcarbamoil)- oxi-imino]-3-metoxi-aminobutira mida	0,005
0,002			98
0,001			95
N, N-dimetil-2-[(metilcarbamoil)- oxi-imino]-3-dimetilhidrazonobu- tiramida		0,0005	88
		0,001	100
		0,0005	99
20	N, N-dimetil-3-(4-metoxifenilimino)- 2-[(metilcarbamoil)oxi-imino]buti- ramida	0,00025	96
		0,0001	64
		0,01	100
	N, N-dimetil-3-dimetilhidrazono-2- [(dimetilcarbamoil)oxi-imino]bu- tiramida	0,005	96
		0,001	64
		0,0005	100
		0,00025	100
25	Ninguno	0,0001	99
		-	92
		-	0



1 Ensayo 2 -- Control sistémico de los áfidos negros de la judía

La naturaleza sistémica de los compuestos es demostrada preparando unidades experimentales como se ha descrito en el Ensayo 1, pero sustituyendo el agua en la que se colocan las hojas de berro excisadas por soluciones de los compuestos a las concentraciones indicadas. Los resultados se observan 1 día más tarde y están registrados a continuación.

	<u>Compuesto</u>	<u>Concentraciones de la solución, (%)</u>	<u>Control %</u>
10	N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-[(dimetilcarbamoil)oxi-imino]-butiramida	0,01	99
		0,005	98
		0,002	0
15	N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-[(metilcarbamoil)oxi-imino]-butiramida	0,005	100
		0,002	99
		0,0005	99
		0,00025	99
		0,0001	79
20	N,N-dimetil-2-[(etilcarbamoil)oxi-imino]-3-metoxi-iminobutiramida	0,01	99
		0,005	99
		0,001	94
		0,0005	80
25	N,N-dimetil-2-[(metilcarbamoil)oxi-imino]-3-dimetilhidrazonebutiramida	0,001	100
		0,0005	99
		0,00025	96
		0,0001	54
25	N,N-dimetil-3-(4-metoxifenilimino)-2-[(metilcarbamoil)oxi-imino]butiramida	0,01	100
		0,005	96
		0,002	64
25	N,N-dimetil-3-dimetilhidrazone-2-[(dimetilcarbamoil)oxi-imino]butiramida	0,005	100
		0,001	100
		0,0005	97
		0,00025	99
		0,0001	95
	Ninguno	-	0



1            Ensayo 3 - Penetración en las hojas de la N,N-dimetil-3-me-  
                  toxi-imino-2-[(dimetilcarbamoil)oxi-imino]butira-  
                  mida

5            Se prepara una solución de reserva de N,N-dimetil-  
                  3-metoxi-imino-2-[(dimetilcarbamoil)oxi-imino]butiramida di-  
                  solviendo 20 mg del compuesto en 10 ml de acetona, añadien-  
                  do 1 ml de una suspensión al 1 % de Methocel y diluyendo has-  
                  ta 50 ml con agua que contiene seis gotas del agente tenso-  
 10            activo Laurilsulfato sódico por cada 500 ml. Se preparan di-  
                  luciones subsiguientes con la mezcla de agua y agente tenso-  
                  activo. Se extienden tres gotas de cada una de las dispersio-  
                  nes experimentales indicadas a continuación sobre el lado  
                  superior de cada hoja de b e r r e . Los áfidos se dejan sin pertur-  
                  bar sobre la superficie inferior. Los datos indicados a con-  
 15            tinuación demuestran el control de los áfidos negros de la  
                  judía 1 día después del tratamiento.

<u>Compuesto</u>	<u>Concentraciones</u> <u>(%)</u>	<u>Control</u> <u>%</u>
N,N-dimetil-3-metoxi-imino-	0,04	100
2-[(dimetilcarbamoil)oxi-	0,02	98
imino]butiramida	0,01	98
Ninguno	-	0

20            Estos resultados indican una penetración efectiva de  
                  la superficie de las hojas por el compuesto y un transporte  
                  suficiente dentro de la hoja para controlar los áfidos que  
 25            se alimentan en la superficie inferior.



1      Ensayo 4 - Control de los áfidos del manzano con pulveriza-  
           ciones foliares de N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-  
           [(dimetilcarbamoil)oxi-imino]butiramida

5      Unas ramas pequeñas de manzanos, infestadas cada  
           una de ellas con aproximadamente 300 áfidos del manzano, se  
           colocan en pequeños vasos de agua y el follaje se pulveriza  
           hasta chorrear con soluciones acuosas de N,N-dimetil-3-meto-  
           xi-imino-2-[(dimetilcarbamoil)oxi-imino]-butiramida a diver-  
           sas concentraciones. Una rama de control se pulveriza con.  
 10      agua sólo. Los resultados se observan 1 día más tarde y es-  
           tán registrados a continuación.

<u>Compuesto</u>	<u>Concentraciones de las pulverizaciones (%)</u>	<u>Control %</u>
N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-[(dimetilcarbamoil)oxi-imino]butiramida	0,001	100
	0,0005	79
	0,0001	42
Ninguno	-	8

15      Ensayo 5 - Control de los áfidos negros de la judía por apli-  
           caciones al terreno de N,N-dimetil-3-metoxi-imino-  
           2-[(dimetilcarbamoil)oxi-imino]butiramida

20      Unas semillas de **b e r r o s** se plantan en macetas de  
           7,5 cm de diámetro conteniendo una tierra que ha sido trata-  
           da a proporciones de 1 y 5 kg/Ha en el surco. Diez días más  
           tarde, las plantas jóvenes son artificialmente infestadas  
           con áfidos negros de la judía. El porcentaje de control de  
 25      los áfidos sobre las plantas experimentales se observa y se



1 registra una semana más tarde. El mismo terreno se siembra de nuevo con berros un mes después del tratamiento inicial. Diez días más tarde, estas plantas son infestadas con áfidos como antes y los resultados se observan una semana más tarde.

5 Las observaciones están registradas a continuación.

<u>Compuesto</u>	<u>Cantidad aplicada al terreno (kg/Ha) en el surco</u>	<u>% de áfidos matados, tiempo después del tratamiento</u>	
		<u>17 días</u>	<u>48 días</u>
N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-[(dimetilcarbamoil)oxi-imino]butiramida	1	100	100
	5	100	100
Ninguno	-	0	0

Los resultados de este experimento demuestran tanto el excelente transporte hacia arriba como las buenas propiedades residuales que posee el compuesto.

15 Ensayo 6 - Control de tres especies de áfidos con aplicaciones al terreno de N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-[(dimetilcarbamoil)oxi-imino]butiramida

20 Unas plantas de berro, col y col china de aproximadamente 8-10 cm de altura se infestan con áfidos negros de la judía, áfidos de la col y áfidos verdes del durazno, respectivamente. Una semana después de la infestación, el terreno se trató con una solución de N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-[(dimetilcarbamoil)oxi-imino]butiramida en las proporciones de 1 y 5 kg/Ha. Siete días más tarde, todas las plantas

25 tratadas estaban completamente libres de áfidos mientras



1

que todas las plantas de control habían sido gravemente dañadas por la alimentación continuamente creciente de los áfidos.

5

Ensayo 7 -- Control del áfido negro de la judía por tratamiento de las semillas con N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-[(dimetilcarbamoil)oxi-imino]butiramida

10

Se trataron 10 g de semilla de *b e r r e* con 0,05 g de N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-[(dimetilcarbamoil)oxi-imino]-butiramida disueltos en 5 ml de agua. Se trataron otros 10 g más de semilla con el mismo compuesto en una proporción cinco veces menor. Las semillas tratadas se dejaron secar y después se sembraron. Dos semanas después de sembrar, las plantas en crecimiento fueron infestadas con áfidos negros de la judía. Los resultados se determinaron dos semanas más tarde, en cuyo momento las plantas se infestaron de nuevo. Los resultados se determinaron de nuevo dos semanas más tarde y están registrados a continuación.

15

20

25



1	<u>Tratamiento</u>	<u>Cantidad aplica da basada en el peso de semilla</u>	<u>Cronología del ensayo Días</u>	<u>Control de los áfidos %</u>
	N,N-dimetil-3-meto xi-imino-2-[(dime- tilcarbamoil)oxi- imino]butiramida	0,5 %	0 siembra	
			13 infesta ción	
5			28 determi nación	100 %
			28 infesta ción	
			41 determi nación	100 %
10		0,1 %	0 siembra	
			13 infesta ción	
			28 determi nación	100 %
			28 infesta ción	
15			41 determi nación	30 %

Ensayo 8 - Efectos de la N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-[(dime-  
tilcarbamoil)oxi-imino]butiramida sobre los escara-  
bajos Lady convergentes

20 Unos escarabajos Lady fueron clasificados en grupos de 25 escarabajos por jaula y después se pulverizaron con una solución acuosa al 0,1 % de N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-[(di-  
metilcarbamoil)oxi-imino]butiramida. Las observaciones reali-  
zadas 48 horas después de la pulverización indicaron que  
25 ningún escarabajo fue matado por este tratamiento.



1

En un experimento auxiliar, unas plantas de b a -  
 rre desarrolladas en un suelo tratado con 10 kg/Ha de N,N-di-  
 metil-3-metoxi-imino-2-[(dimetilcarbamoil)oxi-imino]butirami-  
 da fueron enjauladas con 50 escarabajos Lady convergentes.  
 No se produjo ninguna mortalidad de los escarabajos por su  
 contacto con las plantas tratadas.

5

Ensayo 9 - Control del áfido verde del manzano con N,N-dime-  
 til-3-metoxi-imino-2-[(dimetilcarbamoil)oxi-imino]  
 no]butiramida en un huerto de Delaware

10

Unos manzanos semi-enanos de la variedad Red Deli-  
 cious en un huerto situado en Newark, Delaware, infestados  
 con áfidos verdes del manzano en una proporción de aproxima-  
 damente 500 áfidos/terminal, fueron pulverizados con solu-  
 ciones de N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-[(dimetilcarbamoil)-  
 oxi-imino]butiramida a concentraciones de 40, 160 y 320 ppm.  
 Cada tratamiento se realizó por triplicado y los resultados  
 se evaluaron 4 días después de la pulverización. Los datos  
 para dos ensayos similares realizados a una distancia de  
 unas seis semanas se encuentran a continuación.

15

20

Tratamiento	Concentración de la pulverización (ppm)	Control, %	
		Ensayo temprano	Ensayo tardío
N,N-dimetil-3-metoxi- imino-2-[(dimetilcar- bamoil)oxi-imino]buti- ramida	40	70	80
	160	87	89
	320	97	98
Control sin tratar	0	0	0

25



1            Ensayo 10 - Control del áfido verde de los cítricos con  
                 N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-[(dimetilcarbamoi)  
                 oxi-imino]butiramida en un huerto de cí-  
                 tricos de Florida

5            Para este ensayo se seleccionaron unos naranjos de  
Valencia situados en un huerto en Bradenton, Florida. Los  
árboles se encontraban en una fase de rápido desarrollo y  
estaban intensamente infestados de áfidos verdes de los cí-  
tricos. Se aplicaron con una pistola de huerto de una sola  
10 boquilla unas soluciones de N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-  
[(dimetilcarbamoi)oxi-imino]butiramida a concentraciones  
de 40, 160 y 320 ppm. Cada tratamiento se aplicó en cuatro  
días y los resultados se registraron tres días más tarde.  
Los datos están expresados para cada duplicado en función  
15 del número de 25 hojas seleccionadas al azar que resultaron  
infestadas. Los totales para los cuatro duplicados de cada  
tratamiento, por consiguiente, representan el porcentaje de  
infestación.

20

<u>Tratamiento</u>	<u>Concentración de la pulverización (ppm)</u>	<u>Hojas infestadas %</u>
N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-[(dimetilcarbamoi)oxi-imino]butiramida	40	42
	160	10
	320	7
Control sin tratar	0	97

25



1        Ensayo 11 -- Eficacia de los compuestos para el control de  
           los áfidos con una pulverización al 1 %

5        Unas hojitas de berro conteniendo áfidos negros  
 de la judía en todas las fases de crecimiento fueron las se-  
 leccionadas para este ensayo. Estas se empalaron una por una  
 en posición hacia abajo sobre una mesa giratoria que giraba  
 debajo de una boquilla. Se aplicaron a las hojitas en forma  
 de rociada unas soluciones conteniendo 1 % de los compues-  
 tos de ensayo en acetona. Después del tratamiento, las hoji-  
 10        tas se almacenaron durante 20 horas aproximadamente con sus  
 tallos en agua. Después se observaron los resultados efeci-  
 das, expresados como porcentaje de control y se registraron  
 para los compuestos estudiados.

A	R	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q	Control, %	
15	H	-OCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	$\begin{array}{l} \text{H} \\ \diagup \\ \text{-N} \\ \diagdown \\ \text{CH}_3 \end{array}$	100
	H	-OCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	-N-(C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> ) <sub>2</sub>	100
20	H	-OCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>		100
	H		H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
25	H		CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100

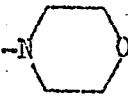

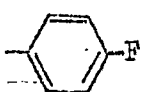
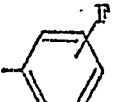
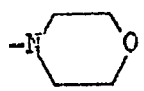


MAY 1976

1	A	R	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q	Control, %
	H		H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
5	H		H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
	H		H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	95
10	H	-OCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	-O-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	100
	CH <sub>3</sub>	-OCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	-O-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	95
	H		CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
15	H		CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
	H		H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
20	H	-(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> -OCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	95
	CH <sub>3</sub>	-OCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
25	H	-OCH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>		100



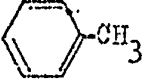
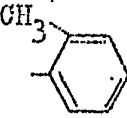
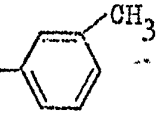
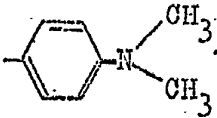
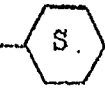

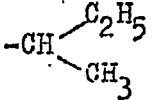
1970

	A	R	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q	Control, %
1	H	-OCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	-N $\begin{cases} \text{OCH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{cases}$	100
5	H	-OCH <sub>3</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-N $\begin{cases} \text{OCH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{cases}$	100
	H	-OCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
	H	-OCH <sub>3</sub>	H	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
	H	-OCH <sub>3</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
	H	-OCH <sub>3</sub>	H	CH <sub>2</sub> CH=CH <sub>2</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
10	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
	H	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
15	H		H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
	H		H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
	H		H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
20	H		H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
	H		H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100

25

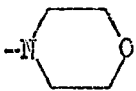




MAY 191

1	A	R	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q	Control, %
	H		H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
5	H		H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	95
	H		H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
10	H		H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
15	H		H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	95
	H		H	CH <sub>3</sub>	-C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	100
20	H	-CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
	H	-CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
	H	-CH <sub>2</sub> CH <sub>3</sub>	H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
	H	-CH(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100
25	H		H	CH <sub>3</sub>	-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	100



1976

1	A	R	R <sub>2</sub>	R <sub>3</sub>	Q	Control, %
	H	$-\underline{n}\text{-C}_8\text{H}_{17}-$	H	CH <sub>3</sub>	$-\text{N}(\text{CH}_3)_2$	100
	H	$-\underline{n}\text{-C}_6\text{H}_{13}-$	H	CH <sub>3</sub>	$-\text{N}(\text{CH}_3)_2$	100
5	H		CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	$-\text{N}(\text{CH}_3)_2$	100
	H	$-\text{CH}_3$	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	$-\text{N}(\text{CH}_3)_2$	
10	H	$-\text{CH}_2-$ 	H	CH <sub>3</sub>	$-\text{N}(\text{CH}_3)_2$	100
	H	$-\text{CH}_2\text{CH}_2-$ 	H	CH <sub>3</sub>	$-\text{N}(\text{CH}_3)_2$	100
	H	$-(\text{CH}_2)_9\text{CH}_3$	H	CH <sub>3</sub>	$-\text{N}(\text{CH}_3)_2$	100
15	H	$-(\text{CH}_2)_{17}\text{CH}_3$	H	CH <sub>3</sub>	$-\text{N}(\text{CH}_3)_2$	100
	H	$-(\text{CH}_2)_{17}\text{CH}_3$	CH <sub>3</sub>	CH <sub>3</sub>	$-\text{N}(\text{CH}_3)_2$	100

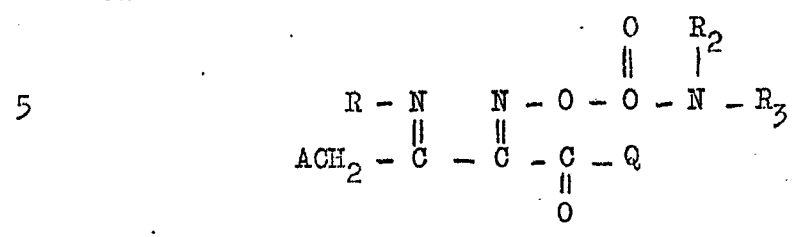
20

25



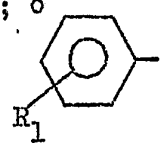
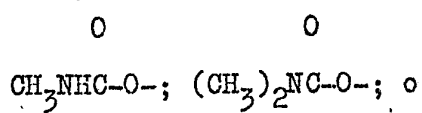
REIVINDICACIONES

1. Un método de preparación de butirami-  
das de oxi-iminocarbamoilaficidas y butiratos de oxi-imino-  
carbamoilo de fórmula:

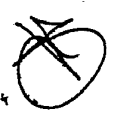


donde

- A es hidrógeno o metilo;
- R es alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>; alqueniilo C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>; cicloalquilo C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub> opcionalmente sustituido con metoxi o con uno o dos grupos metilo; cicloalquilalquilo C<sub>6</sub>-C<sub>8</sub>; alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>; alcoxialquilo con un total de 3 a 6 átomos de carbono; bencilo; fenetilo; (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N-; (CH<sub>3</sub>)C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>N-; (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>N-; 1-(4-metilpiperazinilo); N-morfolino;



- R<sub>1</sub> es hidrógeno, metilo, metoxi, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N-, CH<sub>3</sub>S- o fluor;
- R<sub>2</sub> es hidrógeno, metilo, o etilo;
- R<sub>3</sub> es metilo, etilo o alilo;
- Q es -OR<sub>4</sub> ó -NR<sub>5</sub>R<sub>6</sub>





1976

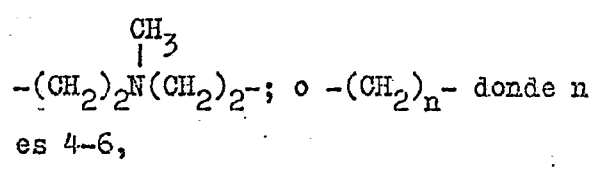
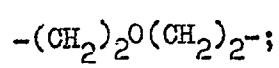
1 donde

R<sub>4</sub> es alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub>;

R<sub>5</sub> es metoxi, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o alilo;

R<sub>6</sub> es hidrógeno, metilo o etilo y

5 R<sub>5</sub> y R<sub>6</sub> pueden estar unidos formando un anillo y son



10 con las condiciones de que

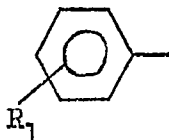
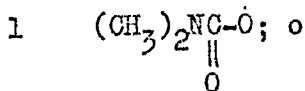
(i) el contenido total de carbono de Q, R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> no sea superior a 8C;

(ii) cuando R es  $\text{CH}_3\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{NHC}}-$ , R<sub>2</sub> es hidrógeno y R<sub>3</sub> es CH<sub>3</sub> y

15 (iii) cuando R es  $(\text{CH}_3)_2\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{NCO}}-$ , R<sub>2</sub> y R<sub>3</sub> son ambos metilo.

que se caracteriza por:

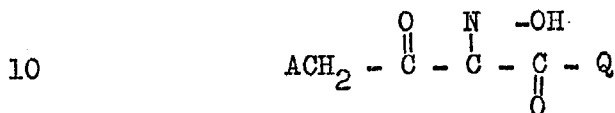
(1) hacer reaccionar una amina de fórmula R<sub>7</sub>NH<sub>2</sub>, donde  
20 R<sub>7</sub> es -OH; alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>, alqueno C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>, cicloalquilo C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub> opcionalmente sustituido con metoxi o con uno o dos grupos metilo, cicloalquilalquilo C<sub>6</sub>-C<sub>8</sub>, alcoxi C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>, alcoxialquilo con un total de 3 a 6 átomos de carbono, bencilo, fenetilo, (CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>N-, (CH<sub>3</sub>)C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>N-,  
25 (1-(4-metilpiperazinilo), N-morfolino o  $\text{CH}_3\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{NH}}-\text{C}-\text{O}$ ,



5

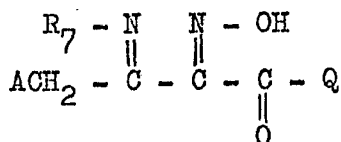
donde  $R_1$  es hidrógeno, metilo, metoxi,  $(\text{CH}_3)_2\text{N}-$ ,  $\text{CH}_3\text{S}-$  o fluor,

con un compuesto de fórmula:



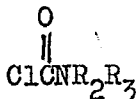
donde A y Q son los definidos en la reivindicación 1, con la condición adicional de que

(i) si Q es  $-\text{NR}_5\text{R}_6$ , A es hidrógeno; para producir un compues-  
 15 to de fórmula,



20

(2) carbamilar el producto de la etapa (1) haciéndolo reac-  
 cionar por cada mol con un mol de un agente carbamillante se-  
 leccionado entre (a) un isocianato  $\text{R}_2\text{NCO}$  y (b) una base y un  
 cloruro de dialquilcarbamoilo





0

1 donde  $R_3$  en  $R_3\text{NCO}$  y en  $\text{ClCNR}_2R_3$  es metilo, etilo o alilo  
 y  $R_2$  en  $\text{ClCNR}_2R_3$  es metilo o etilo, con la condición  
 de que cuando  $R_7$  es  $-\text{OH}$ ,  $R_3$  en  $R_3\text{NCO}$  es metilo y  $R_2$   
 y  $R_3$  en  $\text{ClCNR}_2R_3$  son ambos metilo y se hacen reaccionar dos  
 5 moles de agente carbamilante.

2. Un método según la reivindicación 1, donde

A es hidrógeno;

R es cicloalquilo  $\text{C}_5\text{-C}_7$ ; metilciclohexilo, alilo, metoxi

10  $(\text{CH}_3)_2\text{N-}$ , N-morfolino,  $\text{CH}_3\text{NHC-O-}$ ,  $(\text{CH}_3)_2\text{NC-O-}$ ;

$R_3$  es metilo y

Q es  $-\text{NR}_5R_6$

donde

15

$R_5$  es metilo o etilo y

$R_6$  es hidrógeno, metilo o etilo.

3. Un método según la reivindicación 2, donde R es metoxi o  $(\text{CH}_3)_2\text{N-}$ .

20

4. Un método según la reivindicación 1, en el cual el compuesto obtenido es una N,N-dimetil-2,3-bis[(dimetilcarbamil)oxi-imino]butiramida.

5. Un método según la reivindicación 1, en el cual el compuesto obtenido es una N,N-dimetil-2-[(metilcarbamil)oxi-imino]-3-(2-metilciclohexilimino)butiramida.

25

6. Un método según la reivindicación 1, en el cual el -





1976

1 compuesto obtenido es una N,N-dimetil-2-[(dimetilcarbamil)oxi-imino]-3-dimetilhidrazonobutiramida.

7. Un método según la reivindicación 1, en el cual el compuesto obtenido es una N,N-dimetil-2-[(metilcarbamil)oxi-imino]-3-(N-morfolin)iminobutiramida.

8. Un método según la reivindicación 1, en el cual el compuesto obtenido es una N,N-dimetil-2-[(dimetilcarbamil)oxi-imino]-3-(N-morfolin)iminobutiramida.

9. Un método según la reivindicación 1, en el cual el compuesto obtenido es una N,N-dimetil-3-metoxi-imino-2-[(metilcarbamil)oxi-imino]butiramida.

10. Un método según la reivindicación 1 en el cual el compuesto obtenido es una N,N-dimetil-2-[(dimetilcarbamoil)oxi-imino]-3-metoxi-iminobutiramida.

15 11. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la patente de invención que se solicita: UN MÉTODO DE PREPARACION DE BUTIRAMIDAS DE OXI-IMINOCARBAMOILAFIADAS Y BUTIRATOS DE OXI-IMINOCARBAMOILO.

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de sesenta y nueve páginas mecanografiadas.

Madrid, 11 Junio de 1.974

BERNARDO UNGRIA

D. U. U.

25

