

336907/RIA

PATENTE DE INVENCION

Le A 15 673-Sp.

Int. Cl. ²	A01N 9/36
.....	
.....	

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIMETIL-N'-(O-FENIL-ALCANOFOSFONIL)-FORMAMIDINAS Y N,N-DIMETIL-N'-(O-FENIL-TIONO-ALCANOFOSFONIL)-FORMAMIDINAS, DE EFECTO INSECTICIDA, ACARICIDA Y NEMATOCIDA.

Solicitante: BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

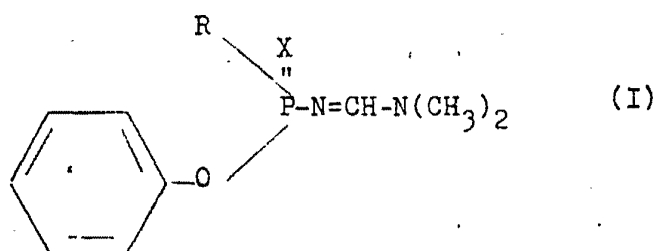
El presente invento se refiere a un procedimiento para la producción de nuevas N,N-dimetil-N'-(O-fenil-alcanofosfonil)-formamidinas y N,N-dimetil-N'-(O-fenil-tiono-alcanofosfonil)-formamidinas.

5

Ya es conocido que N,N-dimetil-N'-(O-aril-tiono-

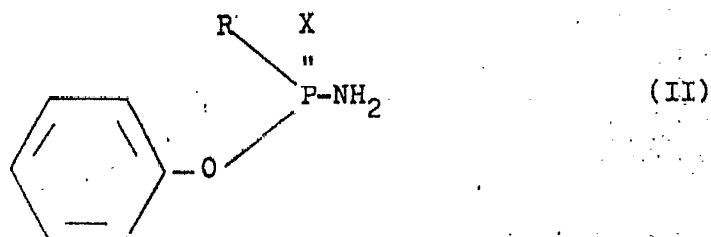
etanofosfonil)-formamidinas, por ejemplo la N,N-dimetil-N'-(O-4-metilfenil- u -O-3-clorofenil- u -O-2,4,5-triclorofenil-tiono-etanofosfonil)-formamidina, tienen propiedades insecticidas, acaricidas o nematocidas (compárese: Patente publicada no examinada de la Rep. Fed. Alemana N^o. 2.312.738).

Se ha encontrado que las nuevas N,N-dimetil-N'-(O-fenil-alcanofosfonil)-formamidinas y N,N-dimetil-N'-(O-fenil-tiono-alcanofosfonil)-formamidinas de la fórmula

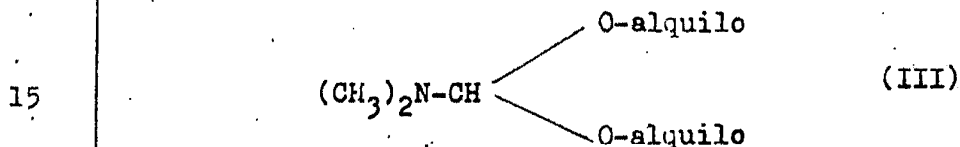


20 en la cual representan R alquilo con 1 a 4 átomos de carbono y X un átomo de oxígeno o de azufre, tienen un excelente efecto insecticida, acaricida y nematocida.

Además, se ha encontrado que las nuevas N,N-dimetil-N'-(O-fenil-alcanofosfonil)-formamidinas y N,N-dimetil-N'-(O-fenil-tiono-alcanofosfonil)-formamidinas de la constitución (I) son obtenidas si amidas de ésteres de ácidos O-fenil-alcanofosfónicos, respectivamente O-fenil-tiono-alcanofosfónicos de la fórmula



10 en la cual R y X tienen los significados arriba definidos, se hacen reaccionar con N,N-dimetil-acetales de la fórmula



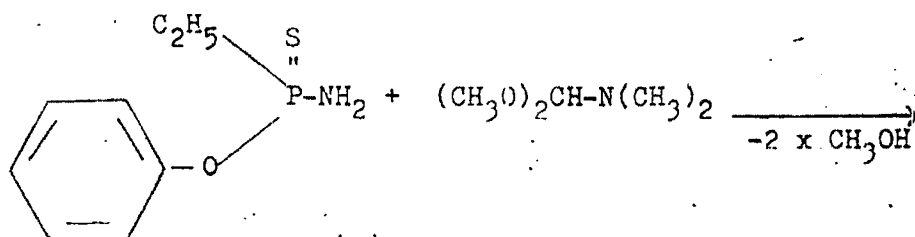
20 en la cual alquilo significa alquilo de bajo peso molecular, eventualmente en presencia de un disolvente o diluyente.

25 Sorprendentemente, las N,N-dimetil-N'-(O-fenil-alcanofosfonil)-formamidas y N,N-dimetil-N'-(O-fenil-tionoalcanofosfonil)-formamidas según el invento, muestran un mejor efecto insecticida, también contra insectos habitantes en el suelo, acaricida y nematocida que los compuestos anteriormente conocidos de una constitución análoga y de igual orientación de actividad. Por consiguiente, las substancias según el invento representan un verdadero enriquecimiento de la técnica.

30 Si, como materias primas, se emplean, por ejemplo ami

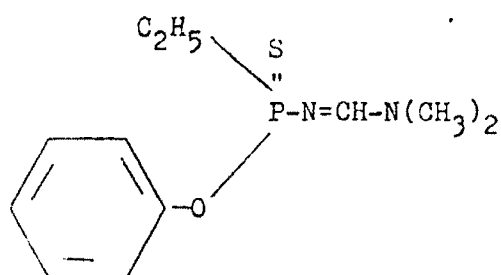
da de éster de ácido O-feniltionacetanofosfónico y dimetilacetal de dimetilformamida, el desarrollo de la reacción puede ser representado por el siguiente esquemas de fórmulas

5



10

15



20

25

Las amidas de ésteres de ácidos O-fenil-alcanofosfónicos y O-feniltionoalcanofosfónicos y los N,N-dimetilacetales están definidos terminantemente por las fórmulas generales (II) y (III), respectivamente. De preferencia, sin embargo, en la fórmula (II). R representa alquilo lineal o ramificado con 1 a 3 átomos de carbono.

30

Las amidas de ésteres de ácidos O-fenil-alcanofosfó-

nicos y O-feniltionoalcanofosfónicos (II) son conocidos de la literatura y pueden ser producidos según procedimientos generalmente usuales (compárese: Patente publicada no examinada de la Rep. Fed. Alemana N°. 2.019.597), lo mismo que los N,N-dimetilacetales (III) [compárese: Berichte 101 (1968), página 46 y Zeitschrift für Chemie 2, 201 (1969)].

Como ejemplos de tales compuestos pueden mencionarse en detalle: amida de éster de ácido O-fenil-metano- o -etano- o -propano-fosfónico y los tiono-análogos; además, dimetil- o dietilacetal de N,N-dimetil-formamida.

El procedimiento de producción puede ser realizado con el empleo concomitante de disolventes y diluyentes apropiados. Como tales entran en consideración prácticamente todos los disolventes orgánicos inertes. A éstos pertenecen particularmente hidrocarburos alifáticos y aromáticos eventualmente clorados, tales como benceno, tolueno, xileno, bencina(nafta), cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono y clorobenceno; éteres, por ejemplo éter dietílico, éter dibutílico, dioxano; además, cetonas, por ejemplo, acetona, metiletil- o metilisopropil- o metilisobutilcetona; además, nitrilos, tales como acetonitrilo y propionitrilo.

En casos especiales pueden emplearse, como disolventes y diluyentes, también los alcoholes correspondientes a los acetales.

La temperatura de reacción puede variar dentro de un margen amplio. Por lo general, se trabaja entre 10 y 150° C, preferiblemente entre 50 y 80°C.

La reacción es llevada a cabo generalmente a la presión normal.

Para la realización del procedimiento, se aplica el componente acetal generalmente en un exceso de un 20 a 30 % y se calientan los componentes de reacción, en la mayoría de los casos sin disolvente, durante una o varias horas a las temperaturas indicadas. Entonces se lleva a cabo la elaboración como usualmente.

A menudo, los nuevos compuestos se presentan en forma de aceites que en parte no pueden ser destilados sin descomposición, pero que pueden ser librados de los últimos componentes volátiles y así purificados, mediante la llamada "destilación inicial", vale decir, por calentamiento prolongado a temperaturas moderadamente elevadas. Para su caracterización sirve el índice de refracción. Una parte de los compuestos se presenta en forma cristalina con un punto de fusión agudo.

Como ya se ha mencionado varias veces, las N,N-dimetil-N'-(O-fenilalcanofosfonil)-formamidas y N,N-dimetil-N'-(O-fenilticnoalcanofosfonil)-formamidas de acuerdo con el invento, se distinguen por una sobresaliente eficacia insecticida, también contra insectos habitantes en el suelo, acaricida y nematocida. Actúan contra parásitos de plantas, antihigiénicos y de provisiones. A una baja fitotoxicidad, muestran un buen efecto contra insectos tanto chupadores como mordedores, así como contra ácaros; además, algunos de los compuestos muestran también un efecto fungicida.

Por esta razón, los compuestos según la invención pueden ser aplicados con buen resultado, como parasiticidas en la tarea de la protección de plantas, así como en el sector de la higiene y de la protección de provisiones.

A los insectos chupadores pertenecen esencialmente pulgones (Aphidae), tales como el pulgón verde del duraznero (*Myzus persicae*), el pulgón negro de las habichuelas (*Doralis fabae*), el pulgón de la avena (*Rhopalosiphum padi*), el pulgón de las arvejas (*Macrosiphum pisi*), el pulgón de las papas (*Macrosiphum solanifolii*); además, el pulgón de agalla del grosellero (*Cryptomyzus korschelti*), el pulgón harinoso de manzanos (*Sappaphis mali*): el pulgón harinoso de ciruelos (*Hyalopterus arundinis*) y el pulgón negro de cerezos (*Myzus cerasi*); además, cochinillas (*Coccina*), por ejemplo, la cochinilla de la hiedra (*Aspidiotus hederae*) la cochinilla de los agrios (*Lecanium hesperidum*), así como el pulgón pegajoso (*Pseudococcus maritimus*); tisanópteros (*Thysanoptera*), tales como *Hercinothrips femoralis*, y chinches, por ejemplo, la chinche de las remolachas (*Piesma quadrata*), la chinche del algodón (*Dysdercus intermedium*), la chinche de cama (*Cimex lectularius*), la chinche feroz (*Rhodnius prolixus*) y la chinche de Chagas (*Triatoma infestans*); además; cigarras, tales como *Euscelis bilobatus* y *Nephotettix bipunctatus*.

En cuanto a los insectos mordedores, principalmente han de mencionarse las orugas de mariposas (*Lepidoptera*), tales como la palomilla de las coles (*Plutella maculipennis*) la lagarta peluda (*Lymantria dispar*), la esfinge ano de oro (*Euproctis chrysorrhoea*), la oruga de librea (*Malacosoma neustria*); además, la noctuela de las coles (*mamestra brassicae*) y la noctuela de los sembrados (*Agrotis segetum*), la gran piéride de las coles (*Pieris brassicae*), la pequeña falena invernal (*Cheimatobia Brumata*), la lagarta pequeña de la encina (*Tortrix viridana*), la oruga negra de antio

pe (*Laphygma frugiperda*) y la rosquilla negra del algodón egipcio (*Prudenia litura*); además, la polilla de textiles (*Hyponomeuta padella*), la polilla de la harina (*Ephestia kühniella*) y la gran polilla de la cera (*Galleria mellonella*).

Además, a los insectos mordedores pertenecen los coleópteros (*Coleoptera*), por ejemplo el gorgojo (*Sitophilus granarius*) = (*Calandra granaria*), la dorifora (*Leptinotarsa decemlineata*), la crisomela de la rómaza (*Gastrophysa viridula*), la crisomela del rábano picante (*Phaedon cochleariae*) el escarabajo brillante de la colza (*Meligethes aeneus*), el coleóptero del frambueso (*Byturus tomentosus*), el gorgojo de las habichuelas (*Bruchidius* = *Acanthoscelides obtectus*), el dermesto (*dermestes frischi*), el escarabajo de Knappe (*Trogoderma granarium*), el gorgojo pardo rojizo de la harina de arroz o tribolio castaño (*Tribolium castaneum*), el gorgojo del maíz (*Calandra* o *Sitophilus zeamais*), el angio bio de pan (*Stegobium paniceum*), el tenebrio común (*Tenebrio molitor*) y la carcoma dentada de los cereales (*Oryzaephilus surinamensis*), pero también las especies que habitan en la tierra, por ejemplo larvas de aláteros (*Agriotes spec.*) y larvas de abejorros (*Melolontha melolontha*); cucarachas, tales como la cucaracha alemana (*Blattella germanica*), la cucaracha americana (*Periplaneta americana*), la cucaracha de Madeira (*Leucophaea* o *Rhyparobia madeirae*), la cucaracha negra de las cocinas (*Blatta orientalis*), la cucaracha gigante (*Blaberus giganteus*) y la cucaracha gigante negra (*Blaberus fuscus*), así como *Henschoutedenia flexivitta*; además, ortópteros, por ejemplo el grillo (*Acheta domesticus*); comejenes, tales como los comejenes de tierra (*Reticuliter-*

mes flavipes) e himenópteros, tales como las hormigas, la hormiga de la pradera (*Lasius niger*).

Los dípteros comprenden esencialmente las moscas, tales como las drosófilas (*Drosophila melanogaster*), la mosca de frutas del Mediterráneo (*Ceratitis capitata*), la mosca doméstica (*Musca doméstica*), la pequeña mosca doméstica (*Fannia canicularis*), la mosca brillante (*Phormia aegina*) y el moscón azul de la carne (*Calliphora erythrocephala*), así como el tábano (*Stomoxys calcitrans*); además, mosquitos, por ejemplo cénzalos, tales como el mosquito de la fiebre amarilla (*Aedes aegypti*), el mosquito doméstico (*Culex pipiens*) y el mosquito de la malaria (*Anopheles stephensi*).

A los ácaros (Acari) pertenecen particularmente los ácaros hiladores (Tetranychidae), tales como el ácaro hilador de habichuelas (*Tetranychus telarius* = *Tetranychus althaeae* o *Tetranychus urticae*) y el ácaro hilador de los frutales (*Paratetranychus pilosus* = *Panonychus ulmi*), ácaros de agallas, por ejemplo el ácaro de agalla del groselle ro (*Eriophyes ribis*) y tarsonemidos, por ejemplo el ácaro amarillo o de la punta de brotes (*Hemitarsonemus latus*) y el ácaro del fresal o de ciclámenes (*Tarsonemus pallidus*); finalmente el arador del cuero (*Ornithodoros moubata*).

En la aplicación contra insectos nocivos para la higiene y provisiones, particularmente moscas y mosquitos, los productos del procedimiento se distinguen, además, por un excelente efecto residual sobre madera y arcilla, así como por una buena resistencia a álcalis sobre bases enca-ladas.

Las sustancias activas según el invento tienen, a una baja toxicidad para animales de sangre caliente, fuertes

propiedades nematocidas y, por ésto, pueden ser empleados para combatir nematodos fitopatógenos. A éstos pertenecen esencialmente nematodos de hojas (Arphelenchoides), tales como nematodos anguiliformes del crisantemo (*A. Ritzematosi*), de la frutilla (*A. fragariae*), del arroz (*A. oryzae*); nematodos de tallos (*Ditylenchus*), tales como el nematodo anguiliforme dipsacáceae (*D. Dipsaci*); nematodos de agallas de raíces (*Meloidogyne*), tales como *M. arenaria* y *M. incognita*; nematodos formadores de quistes (*Heterodera*), tales como el nematodo de patata (*H. rostochiensis*), el nematodo de remolacha (*H. schachtii*); así como nematodos de raíces de vida libre, por ejemplo de los géneros *Pratylenchus*, *Paratylenchus*, *Rotylenchus*, *Xiphinema* y *Radopholus*.

Las substancias activas según la invención pueden ser llevada a las siguientes formulaciones usuales, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados. Estas se preparan en forma en sí conocida por ejemplo por mezclado de las substancias activas con diluyentes, vale decir, disolventes líquidos, gases licuados que se encuentran bajo presión y/o sustancias portadoras sólidas, eventualmente bajo utilización de agentes tensioactivos, vale decir emulsionantes y/o dispersantes y/o agentes espumantes. En caso de utilización de agua como diluyente, pueden utilizarse, como disolventes auxiliares, por ejemplo también solventes orgánicos. Como disolventes líquidos entran básicamente en consideración: hidrocarburos aromáticos tales como xileno, tolueno, benceno o alquilnaftalenos, hidrocarburos aromáticos clorados e hidrocarburos alifáticos clorados, tales como clorobencenos, cloroetilenos o cloruro de metileno, hidrocarburos alifáticos tales como ciclohe-

xano, parafinas por ejemplo fracciones de petróleo, alcoholes tales como butanol o glicol, así como sus éteres y ésteres, cetonas tales como acetona, metiletilcetona, metil-isobutilcetona o ciclohexanona, solventes polares fuertes tales como dimetilformamida y dimetilsulfóxido, así como agua, bajo agentes diluyentes o portadores gaseosos licuados, se entienden aquellos líquidos que son gaseosos a temperatura normal y bajo presión normal, por ejemplo gases propulsores de aerosol, tales como hidrocarburos halogenados por ejemplo, freón; como portadores sólidos entran en consideración minerales naturales molidos tales como caolines, arcillas, talco, creta, cuarzo, attapulguita, montmorillonita o tierra de diatomeas, y minerales sintéticos molidos, tales como ácido silícico altamente disperso, óxido de aluminio y silicatos, como agentes emulsionantes y/o espumantes entran en consideración: emulsionantes no iónicos y aniónicos, tales como ésteres polioxietilénicos de ácidos grasos, éteres polioxietilénicos de alcoholes grasos, por ejemplo éter alquilarilpoliglicólico, alquilsulfonatos, alquilsulfatos y arilsulfonatos; como agentes dispersantes: por ejemplo lignina, lejías de desecho de sulfito y metilcelulosa.

Las sustancias activas según el invento pueden estar presentes en las formulaciones en mezcla con otras sustancias activas conocidas.

Por lo general, las formulaciones contienen entre 0,1 y 95 % en peso de sustancia activa, preferiblemente entre 0,5 y 90 % en peso.

Las sustancias activas pueden ser aplicadas como tales, en forma de sus formulaciones o en las formas de apli-

cación de ellas preparadas, tales como soluciones, listas para el uso, concentrados emulsionables, emulsiones, suspensiones, polvos rociables, pastas, polvos solubles, agentes de espolvoreo y granulados. La aplicación es efectuada en la forma usual, por ejemplo por rociada, pulverización, nebulización, espolvoreo, esparcimiento, fumigación, gasificación, riego, desinfección o incrustación.

Las concentraciones de la sustancia activa en las preparaciones listas para aplicar, pueden variar dentro de límites amplios. Por lo general, están entre 0,0001 y 10 %, preferiblemente entre 0,01 y 1 %.

Las sustancias activas pueden ser aplicadas también con buen resultado en el procedimiento de volumen ultrabajo, donde es posible aplicar formulaciones de hasta un 95 % o hasta de un 100 %.

En los siguientes ejemplos de aplicación A hasta F, se ensayan las sustancias activas según el invento, en cuanto a su eficacia contra una serie de parásitos de plantas, en comparación con las conocidas N,N-dimetil-N'-(O-4-metilfenil-tionoetanofosfonil)-formamidina, N,N-dimetil-N'-(O-3-clorofenil-tionoetanofosfonil)-formamidina, y N,N-dimetil-N'-(O-2,4,5,-triclorofenil-tionoetanofosfonil)-formamidina que en los siguientes ensayos se identifican con las letras A, B y C, respectivamente. Las nuevas sustancias ensayadas son identificadas, en los diversos ensayos, con los números puestos entre paréntesis que corresponden a los números corridos de los ejemplos de preparación.

Ejemplo A

Ensayo con *Drosophila*

Disolvente: 3 partes en peso de acetona.

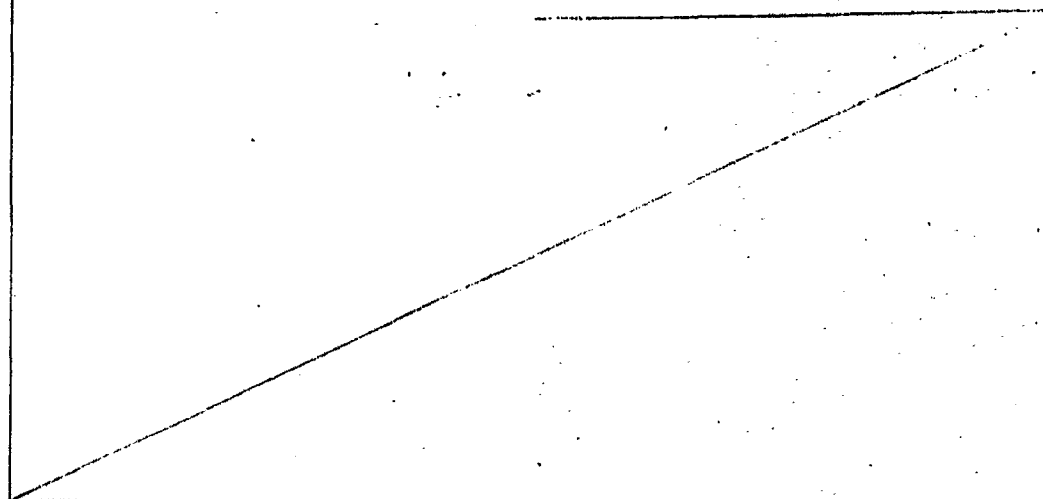
Emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilaril-poliglicólico.

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

10 Mediante una pipeta, se aplica 1 cm³ de la preparación de sustancia activa a un disco de papel para filtrar de 7 cm de diámetro. Se coloca este disco en estado mojado sobre la abertura de un recipiente de vidrio, en el cual se encuentran unas 50 drosófilas (*Drosophila melanogaster*) y se lo cubre con una placa de vidrio.

15 Al cabo de los tiempos indicados, se determina la destrucción en %, significando 100 % que fueron matadas todas las moscas, mientras que 0 % significa que no fué mata-da ninguna mosca.

20 Las sustancias activas, sus concentraciones, los tiempos de evaluación y los resultados, constan en la siguiente tabla:



T A B L A 1

(Ensayo con Drosophila)

Sustancia activa	Concentración de la sustancia activa en %	Grado de destrucción en % al cabo de 1 día
[A]	0,1	100
	0,01	40
	0,001	0
(1)	0,1	100
	0,01	100
	0,001	40
(2)	0,1	100
	0,01	100
	0,001	45

Ejemplo B

Ensayo con Doralis (efecto sistemático)

Disolvente: 3 partes en peso de acetona

Emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilaril-poliglicólico.

5

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

10

Con la preparación de sustancia activa se riegan plantas de judías (chauchas) (*Vicia faba*), fuértemente atacadas por la cochinilla negra de judías (chauchas) (*Doralis fabae*) de tal modo que la preparación de sustancia activa penetra en el suelo sin mojar las hojas de las plantas de judías (chauchas). La sustancia activa es absorbida por las plantas desde el suelo y así llega a las hojas atacadas.

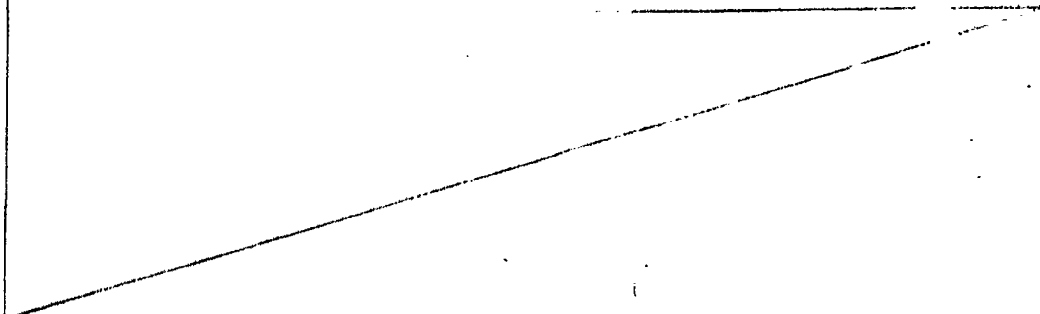
15

Al cabo de los tiempos indicados, se determina la destrucción en %, significando 100 % que fueron matadas todas las cochinillas; mientras que 0 % significa que no fué matada ninguna cochinilla.

20

Las sustancias activas, sus concentraciones, los tiempos de evaluación y los resultados, constan en la siguiente tabla:

25



T A B L A 2

(Ensayo con Doralis / efecto sistemático)

<u>Substancia</u> <u>activa</u>	<u>Concentración de la</u> <u>substancia activa en %</u>	<u>Grado de destrucción</u> <u>en % al cabo de 4 días</u>
[A]	0,1	100
	0,01	100
	0,001	10
[B]	0,1	100
	0,01	98
	0,001	0
(1)	0,1	100
	0,01	100
	0,001	100
(3)	0,1	100
	0,01	100
	0,001	100

Ejemplo C

Ensayo con Tetranychus (resistente)

Disolvente: 3 partes en peso de acetona.

Emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilaril-poliglicólico.

5

Para obtener una preparación adecuada de substancia activa, se mezcla 1 parte en peso de la substancia activa con la cantidad indicada del disolvente y con la cantidad indicada del emulsivo, y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

10

La preparación de substancia activa es pulverizada sobre plantas de judías (chauchas) (*Phaseolus vulgaris*) de una altura de 10 a 30 cm, hasta su mojadura al grado de formación de gotas. Estas plantas de judías (chauchas) están fuertemente atacadas por todos los estados de desarrollo del ácaro hilador común o del ácaro hilador de la judía (chaucha) (*Tetranychus urticae*).

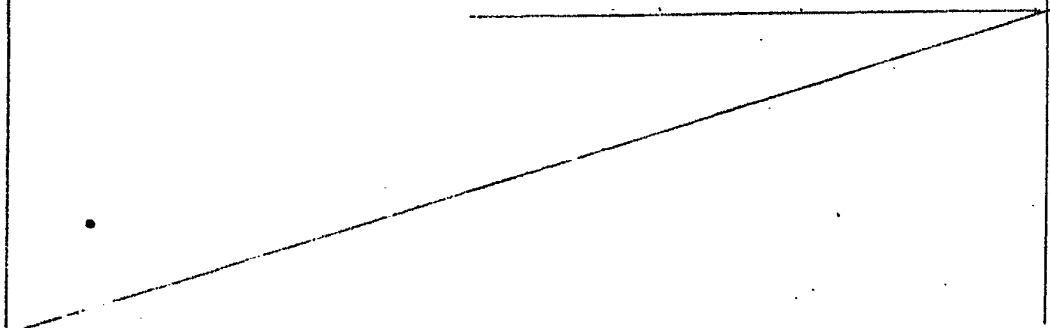
15

Al cabo de los tiempos indicados, se determina la destrucción en %, significando 100 % que fueron matados todos los ácaros hiladores, mientras que 0 % significa que no fué matado ningún ácaro hilador.

20

Las substancias activas, sus concentraciones, los tiempos de evaluación y los resultados constan en la siguiente tabla:

25



T A B L A 3

(Ensayo con Tetranychus)

Substancia activa	Concentración de la substancia activa en %	Grado de destrucción en % al cabo de 8 días
[A]	0,1	0
(1)	0,1	100
(3)	0,1	98
(2)	0,1	98

Ejemplo D

Ensayo de concentración límite/insectos habitantes en el suelo.

Insecto de ensayo: Larvas de Tenebrio molitor en el suelo.

5 Disolvente: 3 partes en peso de acetona.

Emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilaril-poliglicólico.

10 Para obtener una preparación adecuada de substancia activa, se mezcla 1 parte en peso de la substancia activa con la cantidad indicada del disolvente, se agrega la cantidad indicada del emulsivo y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

15 Se mezcla la preparación de substancia activa íntimamente con tierra. En esto, la concentración de la substancia activa en la preparación no tiene prácticamente ninguna importancia, decisiva es tan sólo la cantidad en peso de la substancia activa por unidad de volumen de la tierra, cuya cantidad se indica en ppm (\approx mg/litro). Se introduce la tierra en macetas y se dejan éstas en reposo a la temperatura ambiente.

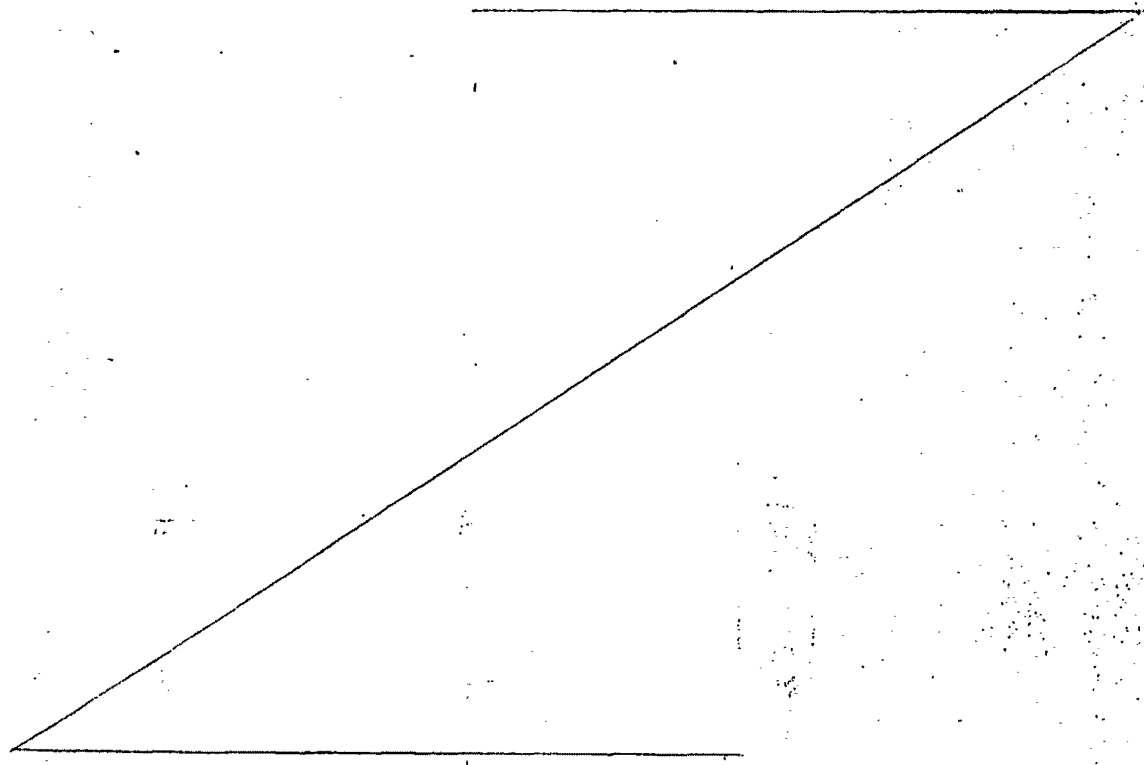
20 Al cabo de 24 horas, se introducen los animales de ensayo en la tierra tratada, y, al cabo de otros 2 a 7 días, se determina en % el grado de efecto de la substancia activa, contándose los insectos de ensayo muertos y vivos. El grado de efecto es de un 100 %, si todos los insectos de ensayo fueron matados, y es de un 0 %, si sigue viviendo todavía un número de insectos de ensayo exactamente igual que en la tierra testigo no tratada.

25 Las substancias activas, sus cantidades de aplicación
30 y los resultados constan en la siguiente tabla:

T A B L A 4

(Larvas de Tenebrio molitor en el suelo)

Substancia activa	Grado de destrucción en % a una concentra- ción de la substancia activa de	
	10	5 ppm
[C]	0	0
(1)	100	100
(2)	100	100
(3)	100	100



Ejemplo E : Ensayo de concentración límite/Insectos habitantes en el suelo.

Insecto de ensayo: bresas de *Phorbia antiqua* en el suelo

Disolvente: 3 partes en peso de acetona

5 Emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilaril-poliglicólico.

10 Para obtener una preparación adecuada de substancia activa, se mezcla 1 parte en peso de la substancia activa con la cantidad indicada del disolvente, se agrega la cantidad indicada del emulsivo y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

15 Se mezcla la preparación de substancia activa íntimamente con tierra. En esto, la concentración de la substancia activa en la preparación no tiene prácticamente ninguna importancia, decisiva es tan solo la cantidad en peso de la substancia activa por unidad de volumen de la tierra, cuya cantidad se indica en ppm (= mg/litro). Se introduce la tierra en macetas y se dejan éstas en reposo a la temperatura ambiente.

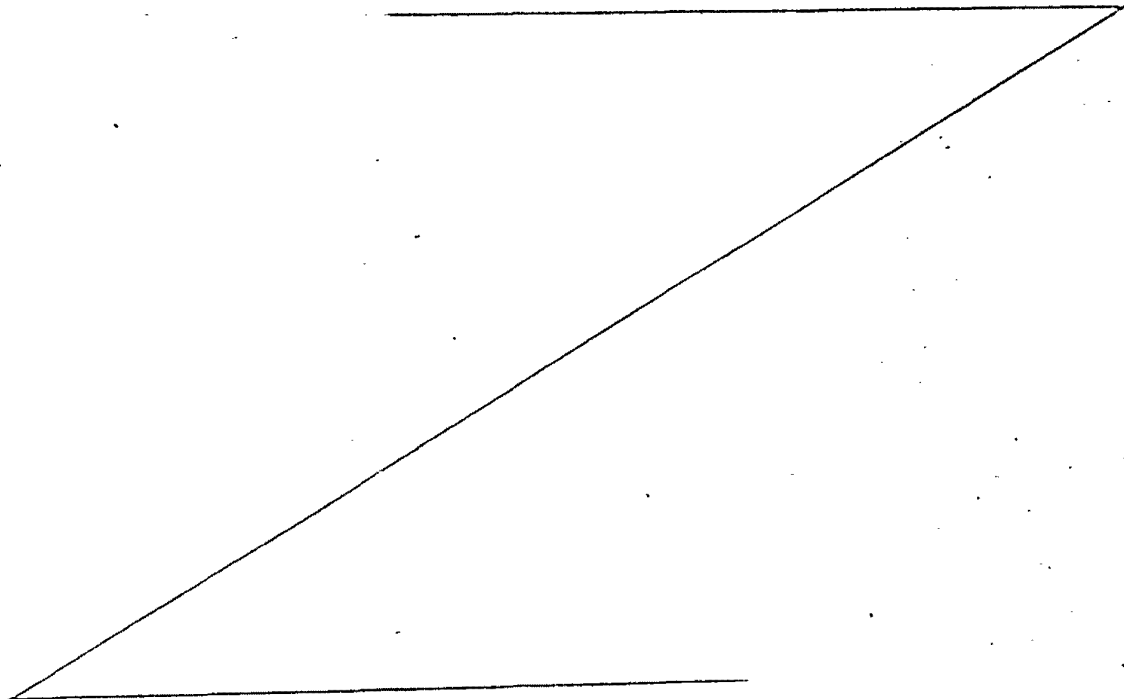
20 Al cabo de 24 horas, se introducen los animales de ensayo en la tierra tratada y, al cabo de otros 2 a 7 días, se determina en % el grado de efecto de la substancia activa, contándose los insectos de ensayo muertos y vivos. El grado de efecto es de un 100 %, si todos los insectos de ensayo fueron matados, y es de un 0 %, si sigue vivien-
25 do todavía un número de insectos de ensayo exactamente igual que en la tierra testigo no tratada.

30 Las substancias activas, sus cantidades de aplicación y los resultados constan en la siguiente tabla:

T A B L A 5

(Bresas de Phorbia antiqua en el suelo)

Substancia activa	Grado de destrucción en % a una concentración de la substancia activa de	
	10	5 ppm
[C]	50	0
(1)	100	100
(2)	100	100
(3)	100	90



Ejemplo F: Ensayo de concentración límite

Nematodo de ensayo: *Meloidogyne incognita*

Disolvente: 3 partes en peso de acetona

Emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilaril-poliglicólico.

5

Para obtener una preparación adecuada de substancia activa, se mezcla 1 parte en peso de la substancia activa con la cantidad indicada del disolvente, se agrega la cantidad indicada del emulsivo y se diluye la concentración con agua hasta la concentración deseada.

10

La preparación de substancia activa es mezclada íntimamente con tierra fuertemente infestada con los nematodos de ensayo. En ésto, la concentración de la substancia activa en la preparación no tiene prácticamente ninguna importancia, decisiva es tan solo la cantidad de substancia activa por unidad de volumen de tierra, cuya cantidad se indica en ppm. Se introduce la tierra tratada en macetas, se siembra lechuga y se guardan las macetas a una temperatura de invernáculo de 27°C.

15

20

Al cabo de cuatro semanas, se examinan las raíces de la lechuga en cuanto a su ataque por nematodos (agallas de raíces), y se determina en % el grado de efecto de la substancia activa. El grado de efecto es de un 100 %, si es totalmente evitado el ataque, mientras que es de un 0 %, si el ataque es exactamente igual a aquel en las plantas testigos en tierra no tratada, pero infestada de igual modo.

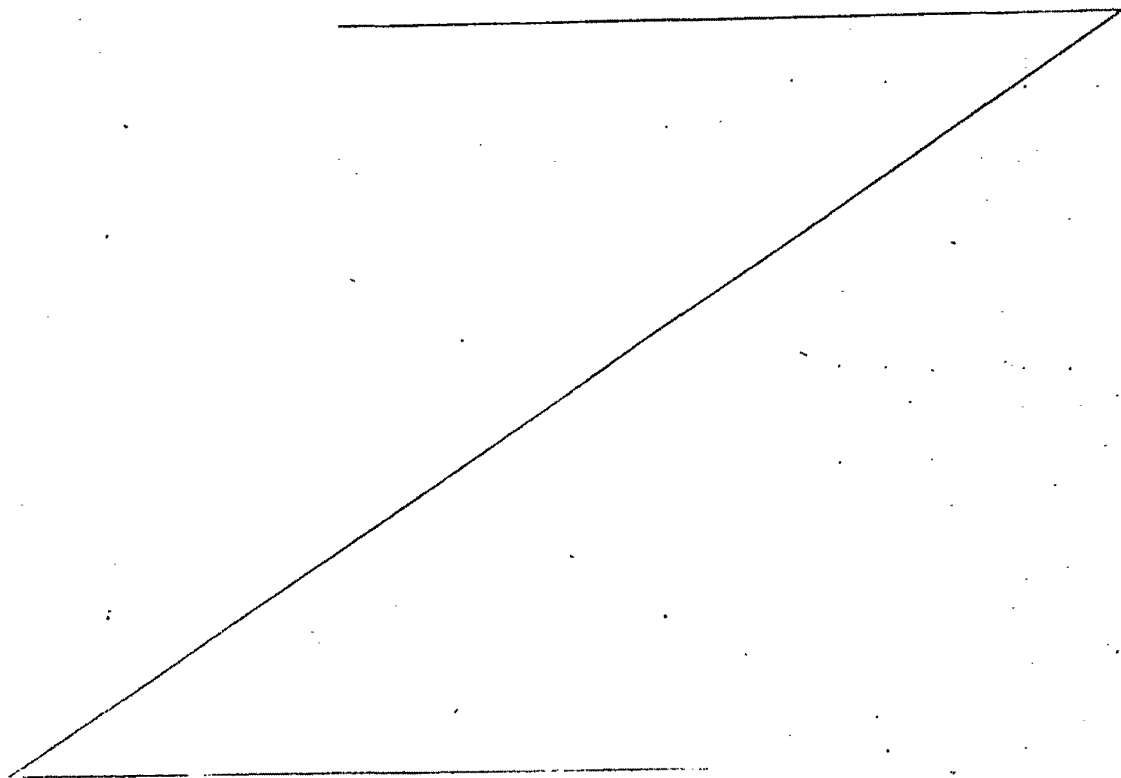
25

Las substancias activas, las cantidades de aplicación y los resultados, constan en la siguiente tabla:

T A B L A 6

(Meloidogyne incognita)

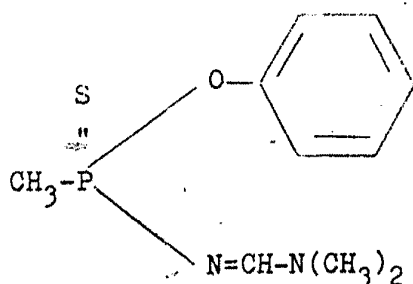
Substancia activa	Grado de destrucción en % a una concentración de la substancia activa de	
	10	5 ppm
(C)	0	0
(1)	100	98
(2)	100	100
(3)	100	95



Ejemplo de Preparación

Ejemplo 1

5



10

15

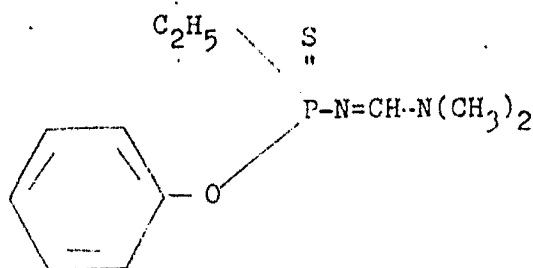
Se agitan 18,7 g (0,1 mol) de amida de éster de ácido O-fenilmetanotionofosfónico con 16 g de dimetilacetal de dimetilformamida durante una hora a 70°C. Se eliminan las substancias volátiles por destilación en vacío. Frortándose con éter de petróleo, el residuo se cristaliza. Se obtienen 22 g (90,5 % de la teoría) de N,N-dimetil-N'-(O-feniltiono-metanofosfónil)-formamidine del P.f. = 59°C.

En forma análoga se prepararon los siguientes compuestos:

20

Ejemplo 2

25



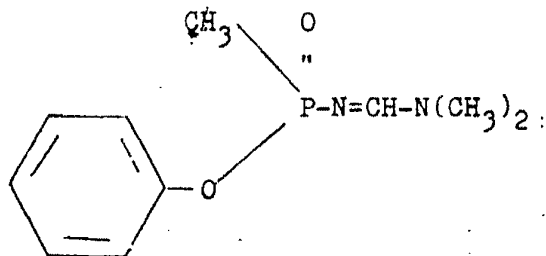
30

con un rendimiento al 78 % con el índice de refracción n_D^{20} :

1,5822, y

Ejemplo 3

5



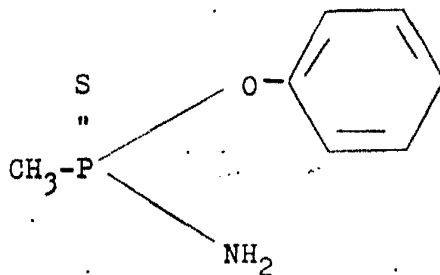
10

con un rendimiento al 90 % con el índice de refracción n_D^{20} :
1,5428.

15

Las amidas de ésteres de ácidos O-fenilalcanofosfónicos y O-feniltionoalcanofosfónicos que encuentran aplicación como productos de partida pueden ser preparadas, como a continuación se describe:

20



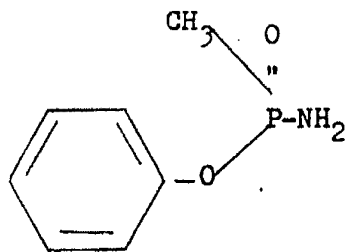
25

30

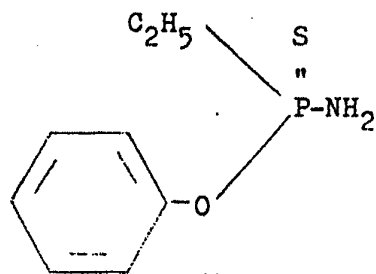
Se disuelven 75 g (0,5 moles) de dicloruro de ácido metanotionofosfónico en 600 cm³ de tolueno; a una temperatura de -20 a -10°C se instila dentro de 15 minutos una solución de 47 g de fenol y de 51 g de trietilamina en 150 cm³

de tolueno. Se agita la preparaci3n durante 1 hora a 20°C y entonces se la enfri3a hasta -10°C. A esta temperatura se introducen 20 g de gas de amoniac3o. Se agita todav3a durante una hora a 30°C y se separan las sales por agitaci3n con agua. Sigue entonces un lavado con 500 cm³ de agua a los cuales se agregan 2 g de hidr3oxido de sodio. Subsiguientemente se lava todav3a dos veces con agua y se deshidrata la soluci3n con sulfato de sodio. Despu3s de la eliminaci3n del disolvente por evaporaci3n en vaci3o, queda un aceite. La substancia puede ser purificada por destilaci3n P.e._{0,1} = 130°C; P.f. 69°C; Rendimiento: 52 g (55 % de la teor3a).

An3logamente pueden prepararse:



P.f. 99°C



P.f. 55°C

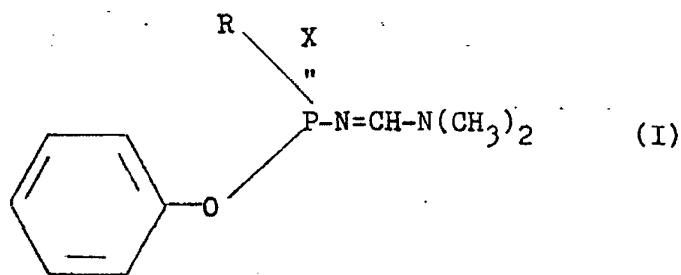
25

30

NOTA

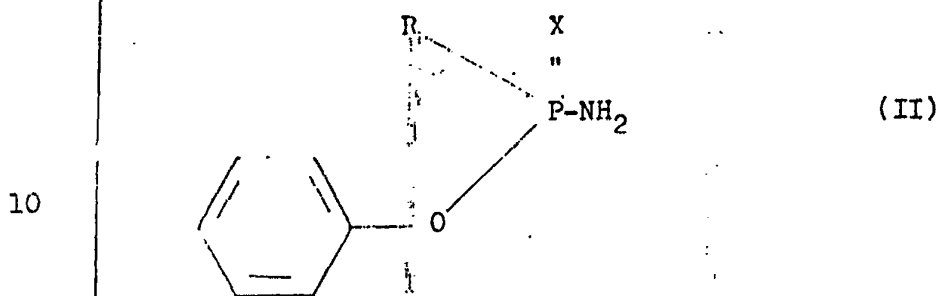
Descrito suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en la República Federal Alemana con el número P 24 20 069.9 de 25 de abril de 1974, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre : PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N,N-DIMETIL-N'-(O-FENIL-ALCANOFOSFONIL)-FORMAMIDINAS Y N,N-DIMETIL-N'-(O-FENIL-TIONO-ALCANOFOSFONIL)-FORMAMIDINAS, DE EFECTO INSECTICIDA, ACARICIDA Y NEMATOCIDA ; caracterizándose por lo siguiente:

1.-Procedimiento para la producción de N,N-dimetil-N'-(O-fenil-alcanofosfonil)-formamidas y N,N-dimetil-N'-(O-fenil-tiono-alcanofosfonil)-formamidas, de efecto insecticida, acaricida y nematocida, de fórmula:



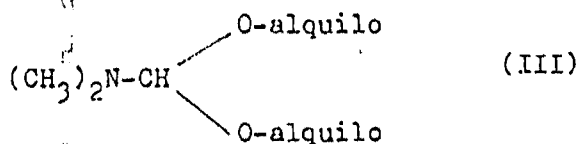
en la cual representan R alquilo con 1 a 4 átomos de carbono y X un átomo de oxígeno o de azufre, caracterizado porque amidas de ésteres de ácidos O-fenil-alcanofosfónicos, respectivamente O-fenil-tiono-alcanofosfónicos de fórmula:

5



15

en la cual R y X tienen los significados arriba definidos, se hacen reaccionar con N,N-dimetil-acetales de la fórmula



25

en la cual alquilo significa alquilo de bajo peso molecular, eventualmente en presencia de un disolventes o diluyentes, entre 10 y 150°C.

25

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como disolventes orgánicos se emplean los disolventes orgánicos inertes, particularmente los hidrocarburos aromáticos y alifáticos, tal como benceno, tolueno o xileno.

30

3.- Procedimiento para la producción de N,N-dimetil-N'-(O-fenil-alcanofosfonil)-formamidinas y N,N-dimetil-N'-

(O-fenil-tiono-alcanofosfonil)-formamidas, de efecto insecticida, acaricida y nematocida, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 30 hojas escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid, 24 ABR. 1975

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

J. GOMEZ ACEBS Y BIGUET
p. Firmado: L. Gacto Fernández

