

436995

PATENTE DE INVENCION

Le A 15 670-Sp

Int. Cl.: C07 F // A01N

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR AMIDAS DE ESTERES DE
ACIDOS N-ISO-PROPII-2-CLOROETANO-FOSFONICOS Y
-TIONOFOSFONICOS.

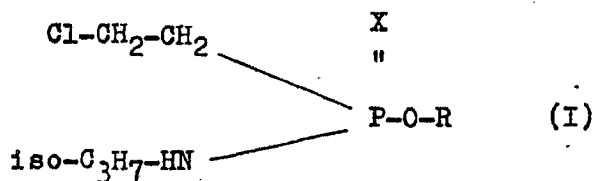
Solicitante: BAYER AKTIENGESELLSCHAFT., entidad alemana,
residente en el Leverkusen-Bayerwerk, República
Federal Alemana.

1
5

El presente invento se re-
fiere a un procedimiento para preparar nuevas amidas de
ácidos N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónicos y -tionofosfó-
nicos útiles como sustancias activas para la regulación del
crecimiento de las plantas.

1 Ya se dió a conocer que áci-
do 2-cloroetano-fosfónico muestra propiedades reguladoras
del crecimiento de plantas (compárese: Solicitud de Patente
holandesa publicada No. 6.802.633). La eficacia de esa sus-
5 tancia, sin embargo, -particularmente en el caso de bajas canti-
dades y concentraciones de aplicación - no siempre es del
todo satisfactoria.

Se ha encontrado que mues-
tran fuertes propiedades reguladoras del crecimiento de plan-
10 tas las nuevas amidas de ésteres de ácidos N-iso-propil-2-
cloroetano-fosfónicos y -tionofosfónicos de la fórmula



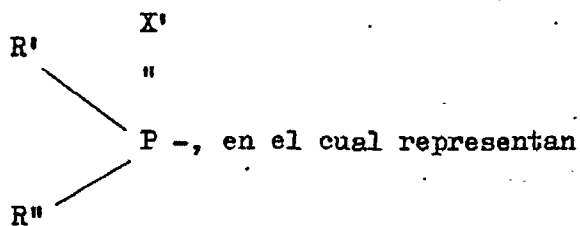
15

en la cual representan:

X un átomo de oxígeno o de azufre y

R acetilo o el grupo

20



25

X' un átomo de oxígeno o de azufre,

1

Los halogenuros de amidas de ácidos N-iso-propil-2-cloroetanofosfónicos y -tionofosfónicos aplicables según la invención de la fórmula (II) ya son conocidos y pueden ser producidos según procedimientos generalmente usuales (compárese: Patente publicada no examinada de la Rep. Fed. Alemana No. 1.950.099).

5

Como ejemplos de las sustancias de la fórmula (II) aplicables según el invento, sean mencionados:

10

cloruro de amida de ácido N-isopropil-2-cloroetano-fosfónico, cloruro de amida de ácido N-isopropil-2-cloroetano-tionofosfónico.

15

Las sustancias de partida además aplicables según el invento están definidas generalmente por la fórmula (III). En la fórmula (III),

R representa preferiblemente acetilo o el grupo $\begin{array}{c} X' \\ || \\ R' - P - \\ | \\ R'' \end{array}$

en la cual

X' representa preferiblemente oxígeno o azufre. En el precitado grupo,

20

R' representa preferiblemente el radical 2-cloroetilo o alcoxi lineal o ramificado con 1 a 3 átomos de carbono; aquí sean mencionados especialmente metoxi, etoxi y propoxi. En el precitado grupo, R'' representa preferiblemente el grupo amino; además, alcoxi o alquilamino lineal o ramificado con cada vez 1 a 3 átomos de carbono, entrando en conside-

25

1 ración como radicales particularmente metoxi, etoxi, monome-
tilamino, menoetilamino, mono-n-propilamino y mono-iso-pro-
pilamino. En la fórmula (III), Y representa preferiblemente
hidrógeno, sodio, potasio, calcio o amonio.

5 Las sustancias de la fórmula
(III) aplicable según el invento, son conocidas y pueden ser pre-
paradas según métodos generalmente usuales, en la mayoría de
los casos, también a una escala industrial (comparese: Patente
belga No. 756.981).

10 Como ejemplos de las sustan-
cias de la fórmula (III) aplicables según el invento, sean men-
cionados detalladamente:

ácido acético,

acetato de sodio,

15 acetato de potasio; además:

diéster de ácido O, O-dimetilfosfórico,

diéster de ácido O, O-diethylfosfórico,

diéster de ácido O, O-di-n-propil-fosfórico,

diéster de ácido O, O-di-iso-propil-fosfórico,

20 diéster de ácido O-etil-O-n-propil-fosfórico,

diéster de ácido O-etil-O-iso-propil-fosfórico,

amida de éster de ácido O-metil-N-metil-fosfórico,

amida de éster de ácido O-metil-N-etil-fosfórico,

amida de éster de ácido O-etil-N-metil-fosfórico,

25 amida de éster de ácido O-etil-N-etil-fosfórico,

1 amida de éster de ácido O-n-propil-N-metil-fosforico,
amida de éster de ácido O-n-propil-N-etil-fosfórico,
amida de éster de ácido O-iso-propil-N-metil-fosfórico,
amida de éster de ácido O-iso-propil-N-iso-propil-fosfórico,
5 amida de éster de ácido O-metil-N-iso-propil-fosfórico,
amida de éster de ácido O-etil-N-iso-propil-fosfórico,
amida de éster de ácido O-metil-fosfórico,
amida de éster de ácido O-etil-fosfórico,
amida de éster de ácido O-n-propil-fosfórico,
10 amida de éster de ácido O-iso-propil-fosfórico,
amida de éster de ácido N-metil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido N-etil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido N-n-propil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
15 además, las sales de sodio, de potasio, de amonio y de calcio
de las precitadas sustancias, así como los correspondientes tio-
no-compuestos.

El procedimiento según la
invención para la producción de las nuevas amidas de ésteres de
20 ácidos N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónicos y -tionofosfónicos de
la fórmula (I), es realizado preferiblemente con el empleo con-
comitante de disolventes y diluyentes apropiados. Como tales en-
tran en consideración prácticamente todos los disolventes orgáni-
cos inertes. A éstos pertenecen particularmente hidrocarburos
25 alifáticos y aromáticos, tales como éter de petróleo, bencina

1 (nafta), benceno, tolueno y xileno; además, hidrocarburos ali-
táticos y aromáticos clorados, tales como cloruro de metileno,
cloroformo, tetracloruro de carbono y clorobenceno; además,
éteres, tales como éter dietílico, éter dibutílico y dioxano; ade-
5 más, cetonas, tales como acetona, metiletilcetona, metilisopro-
pilcetona y metilisobutilcetona; además, nitrilos, tales como
acetonitrilo y propionitrilo.

Como aceptores de ácidos

10 pueden encontrar aplicación, en la realización del procedimien-
to según la invención, todos los usuales agentes ligadores de áci-
dos. Particularmente sean mencionados: carbonatos de álcali, ta-
les como los carbonatos de potasio y de sodio; además, alcoholato-
tos de álcali, tales como el etilato y el metilato de sodio; además,
aminas alifáticas, aromáticas o heterocíclicas, tales como por
15 ejemplo trietilamina, trimetilamina, dimetilalanilina, dimetilben-
cilamina y piridina.

Las temperaturas de reacción

20 pueden variar dentro de un margen amplio. Por lo general, se
trabaja entre 0 y 100°C, preferiblemente entre 10 y 70°C. La
reacción según el invento es llevada a cabo generalmente a la
presión normal.

En la realización del procedi-

25 miento según la invención para la producción de los compuestos
de la fórmula (I), por 1 mol de halogenuro de amida de ácidos
N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónico o-tionofosfónico de la fórmula
(II), se aplica preferiblemente 1 mol de un compuesto de la fór-

1 mula (III). Sin embargo, también es posible emplear uno u
otro de los componentes de reacción con un exceso. Con ésto,
por cierto, el rendimiento no es mejorado sustancialmente.

5 El aislamiento de los produc-
tos de reacción de la fórmula (I), por lo general, es efectuado
de tal manera que, terminada la reacción, eventualmente se se-
para por filtración el precipitado formado durante la reacción se
mezcla el filtrado con agua y se extrae la mezcla formada varias ve-
ces con un disolvente orgánico insoluble en agua. Las fases orgá-
10 nicas reunidas, después de la deshidratación, son concentradas
bajo presión reducida. En algunos casos, no hace falta una elabora-
ción acuosa. Entonces se procede de tal manera que primeramente
se separa por filtración el precipitado formado durante la reacción
y entonces se concentra el filtrado bajo presión reducida.

15 Las sustancias de la fórmula
(I) preparables según el invento, después de la elaboración, en
la mayoría de los casos se presentan en forma de aceites que no
pueden ser destilados sin descomposición. Una purificación, sin
embargo, es posible de tal manera que se libran los productos oleo-
20 sos de los últimos componentes volátiles por la llamada "destila-
ción inicial", vale decir, por un calentamiento prolongado bajo
presión reducida a temperaturas moderadamente elevadas. Para
la caracterización de las sustancias que, después de la purifica-
ción se presentan en estado aceitoso, sirve el índice de refracción.
25 Algunos compuestos, sin embargo, son obtenidos en forma cristali-

1 na; los mismos pueden caracterizarse por su punto de fusión
agudo como sustancias puras.

Una variante especial de rea-
lización del procedimiento según la invención es aplicada en el
5 caso de prepararse compuestos simétricos de la fórmula (I)
que se derivan del ácido pirofosfónico. En estos casos no es ne-
cesario hacer reaccionar la sustancia de partida de la fórmula
(II) con el correspondiente compuesto hidroxilo de la fórmula
(III), respectivamente con una sal de este compuesto hidroxilo.
10 Se procede más bien de tal manera que se trata el respectivo halo-
genuro de amida de ácido N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónico o
-tionofosfónico en un disolvente o diluyente durante una a varias
horas a una temperatura entre 0 y 100°C con una mezcla consis-
tente en un aceptor de ácidos, tal como piridina, en agua y en un
15 disolvente orgánico, tal como cloruro de metileno. La elaboración
es efectuada de tal manera que se extrae la mezcla de reacción
varias veces con ácido clorhídrico diluido, subsiguientemente se
seca la fase orgánica y se la concentra bajo presión reducida.

Como ejemplos de las amidas
20 de ésteres de ácidos N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónicos, res-
pectivamente -tionofosfónicos de la fórmula (I) pueden menciona-
se detalladamente:

amida de éster de ácido O-acetil-N-iso-propil-2-cloroetano-fos-
fónico,

25 amida de éster de ácido O-acetil-N-iso-propil-2-cloroetano-tio-

- 1 nofosfónico,
amida de éster de ácido O-(O, O-dimetilfosforil)-N-iso-propil-2-
cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O, O-dietilfosforil)-N-iso-propil-2-clo-
5 roetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O, O-di-n-propil-fosforil)-N-iso-pro-
pil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O, O-di-iso-propil-fosforil)-N-iso-
propil-2-cloroetano-fosfónico,
10 amida de éster de ácido O-(O-etil-O-n-propil-fosforil)-N-iso-pro-
pil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O-etil-O-iso-propil-fosforil)-N-iso-
propil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O, O-dimetil-tionofosforil)-N-iso-pro-
15 pil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O, O-dietil-tionofosforil)-N-iso-propil-
2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O, O-di-n-propil-tionofosforil)-N-iso-
propil-2-cloroetano-fosfónico,
20 amida de éster de ácido O-(O, O-di-iso-propil-tionofosforil)-N-iso-
propil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O-metil-N-metil-amidofosforil)-N-iso-
propil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O-metil-N-etil-amidofosforil)-N-iso-
25 propil-2-cloroetano-fosfónico,

- 1 amida de éster de ácido O-(O-etil-N-metil-amidofosforil)-N-
iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O-etil-N-etil-amidofosforil)-N-iso-
propil-2-cloroetano-fosfónico,
- 5 amida de éster de ácido O-(O-n-propil-N-etil-amidofosforil)-N-
iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O-iso-propil-N-metil-amidofosforil)-
N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O-n-propil-N-metil-amidofosforil)-
10 N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónico, a
amida de éster de ácido O-(O-iso-propil-N-iso-propil-amidofosfo-
ril)-N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O-metil-N-iso-propil-amidofosforil)-
N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
- 15 amida de éster de ácido O-(O-etil-N-iso-propil-amidofosforil)-
N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O-metil-N-metil-amidotionofosforil)-
N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O-metil-N-etil-amidotionofosforil)-N-
20 iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O-etil-N-metil-amidotionofosforil)-N-
iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
amida de éster de ácido O-(O-etil-N-etil-amidotionofosforil)-N-
iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
- 25 amida de éster de ácido O-(O-metil-amidofosforil)-N-iso-propil-2-

- cloroetano-fosfónico,
- 1 amida de éster de ácido O-(O-etil-amidofosforil)-N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
- amida de éster de ácido O-(O-n-propil-amidofosforil)-N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
- 5 amida de éster de ácido O-(O-iso-propil-amidofosforil)-N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
- amida de éster de ácido O-(O-metil-amidotionofosforil)-N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
- amida de éster de ácido O-(O-etil-amidotionofosforil)-N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
- 10 amida de éster de ácido O-(O-n-propil-amidotionofosforil)-N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
- amida de éster de ácido O-(O-iso-propil-amidotionofosforil)-N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónico,
- 15 diamida de ácido P, P'-di-iso-propilamino-di-2-cloroetano-pirofosfónico,
- diamida de ácido P, P'-di-iso-propilamino-di-2-cloroetano-piro-tiono-fosfónico,

Las sustancias activas de acuerdo con el invento interfieren en el proceso fisiológico del crecimiento de las plantas y, por ésto, pueden ser empleadas como agentes reguladores del crecimiento de las plantas.

Los diversos efectos de las sustancias activas dependen esencialmente del momento de la aplicación en relación al estado de desarrollo de la semilla o de

1 del crecimiento generativo, con el resultado de que llegan a
formarse por ejemplo más frutas o frutas más grandes.

Bajo la influencia de las sus-
tancias activas, puede darse el caso de la formación de frutas
5 partenocarpas. Además, puede tenerse influencia sobre el géne-
ro de las flores.

Con las sustancias activas
según el invento puede ejercerse también una influencia positiva
sobre la producción o la segregación de sustancias vegetales se-
cundarias. A título de ejemplo, sea mencionada la estimulación
10 del flujo de latex de los gomerros.

Durante el crecimiento de la
planta puede aumentarse también la ramificación lateral por una
quebradura de la dominancia apical. En esto hay interés, por
ejemplo, en la reproducción por estacas de plantas. En una forma
15 dependiente de la concentración, sin embargo, también es posible
inhibir el crecimiento de los brotes laterales, por ejemplo a fin de
impedir en plantas de tabaco, después de la decapitación, la forma-
ción de brotes laterales y activar con esto el crecimiento de las
20 hojas.

La influencia de las sustancias
activas sobre el follaje de las plantas puede ser manipulada de tal
modo que se consigue una deshojadura a fin de por ejemplo facilitar
la cosecha o de reducir la transpiración en un tiempo en que ha de
35 hacerse su trasplante de la planta.

- 1 de conseguirse también que sea retardada la brotación de botones o la germinación de semillas, por ejemplo, a fin de evitar daños por heladas tardías en regiones sujetas al peligro de heladas.
- 5 Las sustancias activas según la invención pueden ser llevadas a las siguientes formulaciones usuales, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados. Estas se preparan en forma en si conocida por ejemplo por mezclado de las sustancias 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
- 10 disolventes líquidos entran básicamente en consideración: hidrocarburos aromáticos tales como xileno, tolueno, benceno o alquilnaftalenos, hidrocarburos aromáticos clorados o hidrocarburos alifáticos clorados, tales como clorobencenos, cloroetilenos o cloruro de metileno, hidrocarburos alifáticos tales como ciclohexano, parafinas por ejemplo fracciones de petróleo, alcoholes tales como
- 15 butano glicol, así como sus éteres y ésteres, cetonas tales como acetona, metiletilcetona, metilisobutilcetona o ciclohexanona, solventes polares fuertes tales como dimetilformamida y dimetilsulfóxido, así como agua, bajo agentes diluyentes o portadores gaseosos
- 20
- 25

1 pastas, preparados espolvoreables y granulados en estado listo para el uso, polvos solubles y concentrados emulsionables. La aplicación es efectuada en forma usual, por ejemplo por riego, rociada, pulverización, esparcimiento, espolvoreo, etc.

5 Las concentraciones de la sustancia activa pueden variar dentro de un margen amplio. Por lo general, se emplean concentraciones de 0,0005 a 2%, preferiblemente 0,01 a 0,5 %.

10 Además, por hectárea de superficie de suelo, generalmente se emplean 0,01 a 50 kg, preferiblemente, 0,1 a 10 kg de sustancia activa.

15 En cuanto al tiempo de aplicación, vale que la aplicación de los reguladores de crecimiento sea efectuada en un lapso de tiempo preferido cuya limitación exacta depende de las condiciones climáticas y vegetativas.

Las sustancias de acuerdo con el invento muestran no solamente muy buenas propiedades reguladoras del crecimiento de plantas, sino que además tienen una eficacia herbicida.

20 En los siguientes ejemplos, se ilustra la actividad de las sustancias activas como reguladores de crecimiento, sin excluir la posibilidad de aplicaciones ulteriores como reguladores de crecimiento de plantas.

1

Ejemplo A.

Aceleración de maduración / bananas.

Disolvente: 10 partes en peso de metanol.

Emulsivo: 2 partes en peso de monolaurato de sorbitan y polietileno.

5

Para la obtención de una preparación adecuada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de sustancia activa con las cantidades indicadas del disolvente y del emulsivo y se agrega agua hasta la concentración deseada.

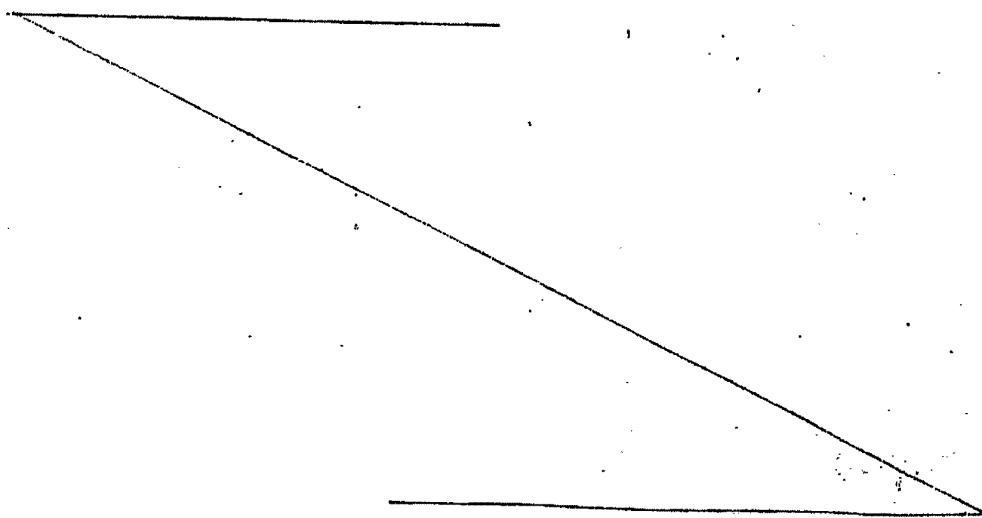
10

Sobre cada vez 3 bananas no maduras se pulverizar 20 ml de la preparación de sustancia activa. Se determina en días la aceleración de la maduración en comparación con frutas testigos no tratadas.

15

Las sustancias activas, su concentración y los resultados constan en la siguiente tabla A.

20



25

Tabla A.

Aceleración de la maduración/bananas.

Sustancia activa	concentración de la sustancia activa en %	aceleración de la maduración en días
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{Cl-CH}_2\text{-CH}_2\text{-P-NHC}_3\text{H}_7\text{-iso} \\ \\ \text{O-CO-CH}_3 \end{array}$	0,2 0,1	4 4
(1)		
$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{S} \\ \quad \\ \text{Cl-CH}_2\text{-CH}_2 \quad \text{P-O-P (OC}_2\text{H}_5)_2 \\ \text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-NH} \end{array}$	0,2	4
(2)		
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{Cl-CH}_2\text{-CH}_2\text{-P-OH} \\ \\ \text{OH} \end{array}$	0,2 0,1	4 3
(conocida)		
agua (testigo)	-	0

1

Ejemplo B.

Inhibición de crecimiento / tomates

Disolvente: 10 partes en peso de metanol

Emulsivo: 2 partes en peso de monolaurato de sorbitán y polietileno.

5

Para obtener una preparación adecuada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de la sustancia activa con las cantidades indicadas del disolvente y del emulsivo y se agrega agua hasta la concentración deseada.

10

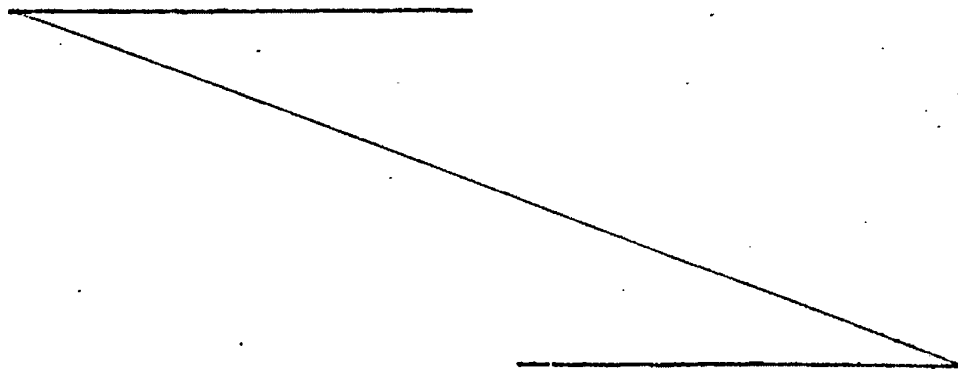
Sobre plantas de tomate de una altura de aproximadamente 30 cm se rocian las preparaciones de sustancia activa hasta su mojadura al grado de formación de gotas. Al cabo de 10 días se mide el crecimiento ulterior y se calcula la inhibición de crecimiento en % del crecimiento ulterior de las plantas testigos. Significan 100 % la interrupción del crecimiento y 0 % un crecimiento que corresponde a aquel de las plantas testigos no tratadas.

15

Las sustancias activas, sus concentraciones y los resultados constan de la siguiente tabla B.

20

25



T a b l a B.

Inhibición de crecimiento / tomates

Sustancia activa	concentración de la sustancia activa en %	Inhibición de crecimiento en %
agua (testigo)	-	0
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{Cl-CH}_2\text{-CH}_2\text{-P-OH} \\ \\ \text{OH} \end{array}$	0, 2 0, 1	40 35
(conocida)		
$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{S} \\ \quad \\ \text{Cl-CH}_2\text{-CH}_2\text{-P-O-P(OC}_2\text{H}_5)_2 \\ \\ \text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-NH} \end{array}$	0, 2	80
(2)		
$\begin{array}{c} \text{S} \quad \text{S} \\ \quad \\ \text{Cl-CH}_2\text{-CH}_2\text{-P-O-P-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Cl} \\ \quad \quad \quad \\ \text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-NH} \quad \quad \quad \text{NH-C}_3\text{H}_7\text{-iso} \end{array}$	0, 2	55
(6)		
$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{S} \\ \quad \\ \text{Cl-CH}_2\text{-CH}_2\text{-P-O-P-OC}_2\text{H}_5 \\ \quad \quad \quad \\ \text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-NH} \quad \quad \quad \text{NH-CH}_3 \end{array}$	0, 2 0, 1	80 40
(4)		
$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{O} \\ \quad \\ \text{Cl-CH}_2\text{-CH}_2\text{-P-O-P-CH}_2\text{-CH}_2\text{-Cl} \\ \quad \quad \quad \\ \text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-NH} \quad \quad \quad \text{NH-C}_3\text{H}_7\text{-iso} \end{array}$	0, 2 0, 1	90 55
(5)		

Ejemplo C.

Inhibición de crecimiento / judías (habichuelas).

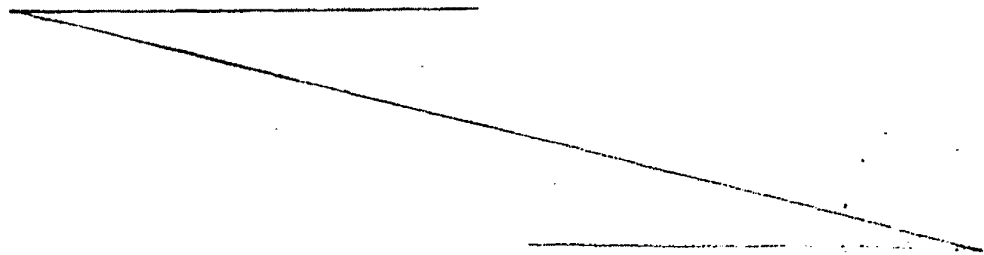
Disolvente: 10 partes en peso de metanol

Emulsivo: 2 partes en peso de monolaurato de sorbitán y polietileno.

Para obtener una preparación adecuada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de la sustancia activa con las cantidades indicadas del disolvente y del emulsivo y se agrega agua hasta la concentración deseada,

Sobre plantas jóvenes de judías (habichuelas) de una altura de aproximadamente 10 cm se rocían las preparaciones de sustancia activa hasta su mojadura al grado de formación de gotas. Al cabo de 14 días, se mide el crecimiento ulterior y se calcula la inhibición de crecimiento en % del crecimiento ulterior de las plantas testigos. Significan 100 % la interrupción del crecimiento y 0 % un crecimiento que corresponde a aquel de las plantas testigos no tratadas.

Las sustancias activas, sus concentraciones y los resultados constan de la siguiente tabla C.



T a b l a C.

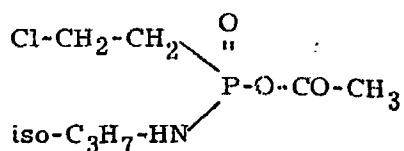
Inhibición de crecimiento / judías (habichuelas).

Sustancia activa	concentración de la sustancia activa en %	inhibición de crecimiento en %
agua (testigo)	-	0
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{Cl-CH}_2\text{-CH}_2\text{-P-OH} \\ \\ \text{OH} \end{array}$ (conocida)	0,05	40
$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{S} \\ \quad \\ \text{Cl-CH}_2\text{-CH}_2\text{-P-O-P(OC}_2\text{H}_5)_2 \\ \\ \text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-NH} \end{array}$ (2)	0,05	70
$\begin{array}{c} \text{O} \\ \\ \text{Cl-CH}_2\text{-CH}_2\text{-P-O-CO-CH}_3 \\ \\ \text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-NH} \end{array}$ (1)	0,05	70
$\begin{array}{c} \text{O} \quad \text{S} \\ \quad \\ \text{Cl-CH}_2\text{-CH}_2\text{-P-O-P-OC}_2\text{H}_5 \\ \quad \\ \text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-NH} \quad \text{NH-CH}_3 \end{array}$ (4)	0,05	65

1

Ejemplos de Preparación

Ejemplo 1.



5

A una solución de 10,2 g

(0,05 moles) de cloruro de amida de ácido N-iso-propil-2-cloroetanosfosónico en 50 ml de acetonitrilo se agregan 4,1 g

(0,05 moles) de acetato de sodio seco, se agita durante 5 horas

10

a 50°C y subsiguientemente se separa por filtración el precipita-

do cristalino contenido en la mezcla de reacción. Se concentra

el filtrado bajo presión reducida y se somete el residuo resultan-

te a la llamada destilación inicial. Así se obtienen 10 g (88 % de

la teoría) de amida de éster de ácido O-acetil-N-iso-propil-2-

15

cloroetano-fosónico en forma de un aceite incoloro.

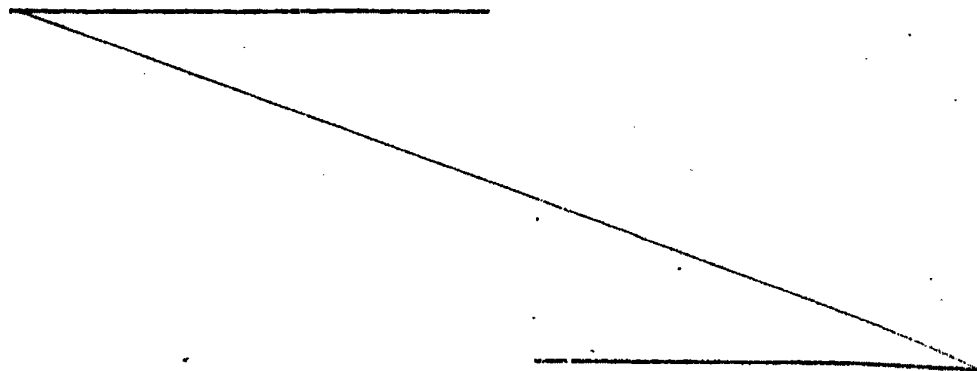
n_D^{24} : 1,4709.

En forma correspondiente se

preparan los compuestos citados en la siguiente Tabla 1 bajo

los Ejemplos 2 a 4:

20

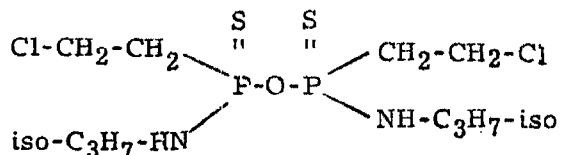


25

1 tienen 12,5 g (70 % de la teoría) de diamida de ácido P, P'-di-
iso-propilamino-di-2-cloroetano pirofosfónico en forma de cris-
tales blancos del P.f. = 135^o C.

5 En forma análoga se prepara
el compuesto indicado en el siguiente Ejemplo 6.

Ejemplo 6.



10 El compuesto muestra un ín-
dice de refracción de $n_D^{23} = 1,4830$.

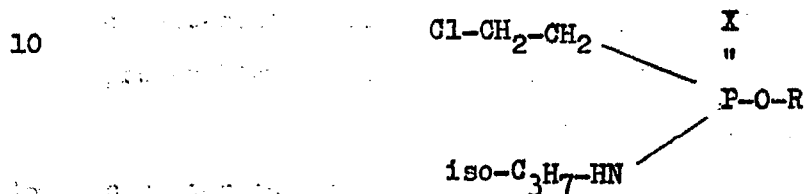
Las estructuras de los com-
puestos, cuya preparación esta descripta en los Ejemplos 1 a 6,
fueron comprobadas cada vez por las espectroscopías IR y RMN
15 (resonancia magnética nuclear).

N O T A

Descrita suficientemente la
naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en
la practica, debe hacerse constar que las disposiciones an-
teriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de
20 detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.
También se hace constar que el invento corresponde a una so-
licitud de patente presentada en Alemania con el nº
P 24 20 627.7 de 27 de abril de 1.974; acogiéndose por lo
25 tanto a los beneficios que conceden los Convenios Interna-

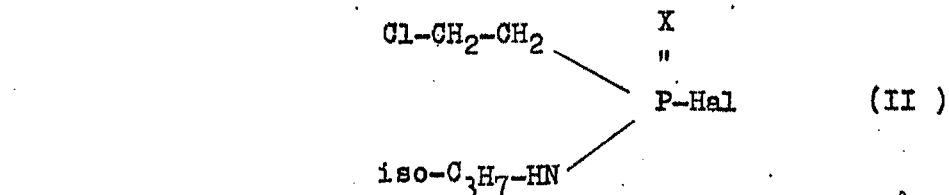
1 cionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del
referido invento por lo que se solicita Patente de Inven-
ción por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA PRE-
PARAR AMIDAS DE ESTERES DE ACIDOS N-ISO-PROPII-2-CLOROETANO-
5 FOSFONICOS Y -TIONOFOSFONICOS; caracterizándose por lo si-
guiente:

1.- Procedimiento para prepa-
rar amidas de ésteres de ácidos N-iso-propil-2-cloroetano-fos-
fónicos y -tionofosfónicos, de fórmula



15 en la que X es un átomo de oxígeno o de azufre y R es ace-
tilo o el grupo $\begin{array}{l} \text{R}' \quad \text{X}' \\ \quad \quad \text{"} \\ \quad \quad \text{P-} \\ \text{R}'' \end{array}$, en el cual X' es un átomo de

20 oxígeno o de azufre, R' es alcoxi con 1 a 4 átomos de car-
bono ó 2-cloroetilo y R'' es alcoxi o alquilamino con 1 a
4 átomos de carbono cada uno o el grupo NH₂; caracterizado
porque halogenuros de amidas de ácidos N-iso-propil-2-cloroeta-
no-fosfónicos, respectivamente -tionofosfónicos, de fórmula



1 en la cual X tiene el significado arriba definido y Hal re-
presenta halógeno, se hacen reaccionar con compuestos de
fórmula



5 en la cual R tiene el significado arriba definido, e Y repre-
senta hidrógeno, un equivalente de álcali, de metal alcali-
notérrico o de amonio, eventualmente en presencia de un agen-
te aceptor de ácidos, así como eventualmente en presencia de
un disolvente o diluyente, a temperaturas entre 0 y 100°C,
10 preferiblemente entre 10 y 70°C.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque como agente aceptor de ácidos, se emplea
preferiblemente carbonato o hidróxido de sodio o potasio.

15 3.- Procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado porque como disolvente o diluyente se emplea
preferiblemente benceno, tolueno o xileno.

4.- Procedimiento para preparar amidas de éste-
res de ácidos N-iso-propil-2-cloroetano-fosfónicos y -tiono-
fosfónicos, tal y como queda sustancialmente descrito en la
20 presente Memoria.

Esta Memoria consta de 30 hojas escritas a má-
quina por una sola cara.

Madrid

5 ABR. 1975

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

J. GOMEZ ACEBS Y MODER
P. P. Elmadad, García Fernández

