

440.270

Int. Cl. C07F//A01N

PATENTE DE INVENCIÓN

Ref. Le A 14 322-I-Sp.

# Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR IMIDAS DE ESTERES DE  
ACIDOS N-(AMINOMETILIDEN)-TIOLFOSFORICOS Y -TIONO  
FOSFORICOS.

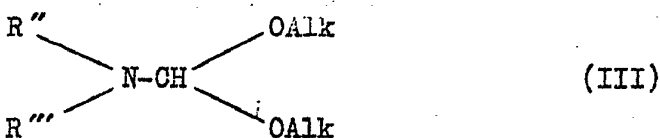
*Solicitante:* BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana,  
residente en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal  
Alemana.

El presente invento se refiere a un procedi-  
miento para preparar nuevas imidas de ésteres de áci-  
dos N-(aminometiliden)-tiofosfóricos y -tionofosóri-  
cos disustituídos que tienen una actividad insecticida  
y acaricida.





se hacen reaccionar con acetales de formamida de fórmula:

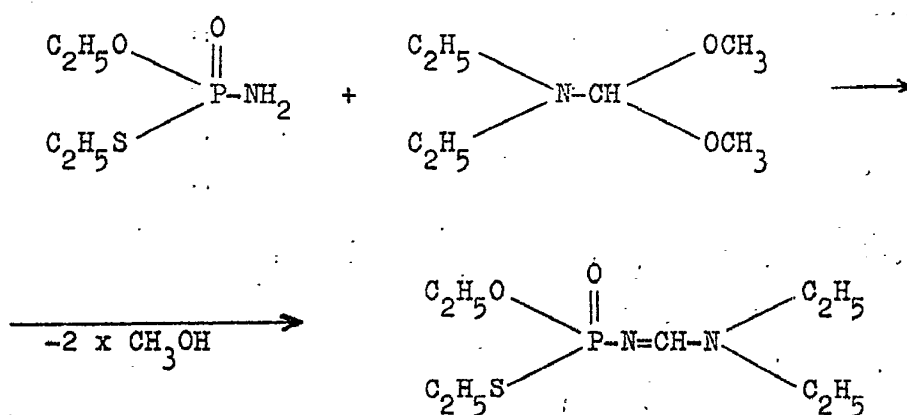


5 en cuyas fórmulas (II) y (III), R, R', R'', R''' y X tienen los significados arriba definidos y Alk representa un radical alquilo de bajo peso molecular.

10 Sorprendentemente, las imidas de ésteres de ácidos N-(aminometiliden)-tiofosfóricos y -tionofosfóricos disustituidos de acuerdo con la invención, tienen una actividad insecticida sobre todo sistemático-insecticida, y acaricida sustancialmente mejor que las precitadas amidas de ésteres de ácidos O,S-dialquil-N-acetil-tiofosfóricos de una constitución análoga y de igual orientación de efecto. Las sustancias según el invento, por consiguiente, representan un  
15 verdadero enriquecimiento de la técnica. Además, los nuevos compuestos contribuyen a la reducción de la gran necesidad de sustancias activas en la tarea de la campaña antiparásita. Esta necesidad se debe a que a los agentes antiparásitos que se encuentran en el mercado, justamente también en atención a cuestiones de la protección del medio ambiente, se imponen exigencias cada vez mas elevadas, tales como una baja  
20 toxicidad para animales de sangre caliente y una baja fitotoxicidad, una descomposición rápida en y sobre las plantas

dentro de breves tiempos de carencia, una eficacia contra pa  
rásitos resistentes, etc.

Si, como sustancias de partida, se emplean la ami-  
da de éster de ácido O,S-dietiltiofosfórico y dimetilacetal  
de N,N-dietilformamida, el desarrollo de la respectiva reac-  
ción puede representarse por el siguiente esquema de fórmu-  
las:



Las sustancias de partida a aplicar están de-  
finidas terminantemente en forma general por las fórmulas  
(II) y (III) representando R preferiblemente alquilo lineal  
ó ramificado con 1 a 4 átomos de carbono, R' alquilo con 1 a  
4 y alqueniilo ó alquinilo con 2 a 4 átomos de carbono, así  
como N-monometil- ó N-monoetilcarbamoilmetilo, metilmercapto  
etilo y etilmercaptoetilo, mientras que R'' y R''' significan  
preferiblemente alquilo lineal ó ramificado ó alqueniilo cada  
vez con 2 a 4 átomos de carbono ó conjuntamente con el átomo  
de nitrógeno forman un anillo heterocíclico de 5 ó 6 miem-  
bros eventualmente interrumpido por un átomo de oxígeno.

Los acetales (III) necesitados como sustancias de

partida son en parte todavía nuevos, pero son obtenidos por procedimientos en principio conocidos (compárese: Ber. 101 (1968), página 46).

5 Como ejemplos de acetales a aplicar según el procedimiento, en detalle sean mencionados:

los dimetil- ó dietilacetales de las N,N-(dietil-, di-n-propil-, di-iso-propil-, di-n-butyl-, di-iso-butyl-, di-ter-butyl-, di-sec-butyl-, dipentil- y dialil)-formamidas; además, los acetales de los 1-piperolidin-, morfolin- y piperidinaldehídos.

10 Las amidas de ésteres de ácidos tiolfosfóricos, respectivamente tionofosfóricos (II), además requeridos como sustancias de partida, en su mayor parte, están descritas en la literatura. Los compuestos todavía nuevos pueden ser producidos en forma en principio conocida (compárese: Patentes alemanas publicadas Nos. 1.221.633 y 1.077.215, Patente nor-  
15 te-americana No. 3.309.266 y Patente francesa No. 1.508.632). Como ejemplos sean mencionadas, en detalle:

20 Las amidas de ésteres de los ácidos S-metil-, S-  
-etil-, S-n-propil-, S-iso-propil-, S-n-butyl-, S-iso-butyl-, S-sec-butyl-, S-ter-butyl-, S-alil-, S-butenil-, S-propinil-, S-butinil-, S-(N-monometilcarbamoilmetil)-, S-(N-monoetilcarbamoilmetil)-, S-metilmercaptoetil-, S-etilmercaptoetil-O-me-  
25 til-, respectivamente-O-etil-, -O-n-propil-, -O-iso-propil-, -O-n-butyl-, -O-sec-butyl-, -O-ter-butyl- y -O-isobutil-tiofosfóricos y los correspondientes tiono-análogos.

30 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

**POOR  
QUALITY**

principalmente los hidrocarburos alifáticos y aromáticos, tales como benceno, tolueno, xileno, bencina; además, los alcoholes, tales como etanol, n-butanol, además, los nitrilos, tales como acetonitrilo y propionitrilo.

5 La temperatura de reacción puede variar dentro de un margen amplio. Por lo general, se trabaja a temperaturas entre 0° y 150° C.; preferiblemente entre 100° y 130° C. La reacción es llevada a cabo generalmente bajo presión normal.

10 En el procedimiento de la invención, se aplica el componente de acetal, en la mayoría de los casos, con un exceso de un 20 % hasta un 30 % y se calienta la mezcla de reacción - comúnmente sin disolvente - durante varias horas a las temperaturas indicadas. La elaboración de la mezcla procede también aquí como usualmente por la llamada "destilación inicial".

15 Las sustancias según el invento se presentan en forma de aceites y no pueden ser destiladas sin descomposición; por esto, son liberadas de los últimos componentes volátiles y así purificadas por la llamada "destilación inicial", vale decir, por calentamiento prolongado bajo presión reducida a temperaturas moderadamente elevadas. Para su caracterización sirve el índice de refracción.

20 Como ya se ha mencionado varias veces, las nuevas imidas de ésteres de ácidos N-(aminometiliden)-tiofosfóricos y -tionofosfóricos se distinguen por una sobresaliente eficacia insecticida, particularmente sistemático-insecticida, y acaricida contra animales dañinos para plantas y provisiones y antihigiénicos. Ejercen un buen efecto contra insectos tanto chupadores, como mordedores y contra ácaros (Acarina). Algunos de los nuevos compuestos muestran, a una ba

ja fitotoxicidad, además también un efecto contra insectos habitantes en el suelo y/ó un efecto nematocida.

Por tal motivo los compuestos de acuerdo con la invención se aplican con éxito como plaguicidas ante todo para la protección de plantas.

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 sí conocida por ejemplo por mezclado de las sustancias activas con diluyentes, así como también solventes líquidos, gases licuados que se encuentran bajo presión y/ó sustancias portadoras sólidas, eventualmente bajo utilización de agentes tensioactivos, ó sea emulsionantes y/ó dispersantes. En caso de utilización de agua como diluyente, pueden utilizarse como disolventes auxiliares por ejemplo también solventes orgánicos. Como solventes líquidos entran básicamente en consideración: hidrocarburos aromáticos tales como xileno, tolueno, benceno ó alquilnaftalenos, hidrocarburos aromáticos clorados ó hidrocarburos alifáticos clorados, tales como clorobencenos, cloroetilenos ó cloruro de metileno, hidrocarburos alifáticos tales como ciclohexano ó parafinas, por ejemplo fracciones de petróleo, alcoholes como butanol ó glicol, así como los éteres y ésteres, cetonas, tal como acetona, metiletiletona, metilisobutiletona ó ciclohexanona, solventes polares fuertes tales como dimetilformamida ó dimetilsulfóxido, así como agua; bajo agentes diluyentes ó portadores gaseosos licuados, se entienden aquellos líquidos que son líquidos a temperatura normal y bajo presión normal, por ejemplo gases propulsores de aerosol, tales como hidrocarburos halogenados por ejem

5 plo, freon, como portadores sólidos entran en consideración  
minerales naturales molidos tales como caolines, arcillas,  
talco, creta, cuarzo, attapulguita, montmorillonita ó tierra  
de diatomeas y minerales sintéticos molidos tales como áci-  
do silícico altamente disperso, óxido de aluminio y silica-  
tos, como agentes emulsionantes entran en consideración emul-  
sionantes no ionógenos y aniónicos tales como ésteres poli-  
oxietilénicos de ácidos grasos, ésteres polioxietilénicos de  
10 alcoholes grasos, por ejemplo éter alquilarilpoliglicólico,  
alquilsulfonatos, alquilsulfatos y arilsulfonatos; como agen-  
tes dispersantes: por ejemplo lignina, lejías de desecho de  
sulfito y metilcelulosa.

15 Las sustancias activas de acuerdo con la invención  
puede encontrarse presente en las formulaciones en mezcla  
con otras sustancias activas conocidas.

20 A los insectos chupadores pertenecen esencialmente  
pulgones (Aphidae), tales como el pulgón verde del duraznero  
(Myzus persicae), el pulgón negro de las habichuelas (Dora-  
lis 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  
25 cerasi); además, cochinillas (Coccina), por ejemplo, la co-  
chinilla de la hiedra (Aspidiotus hederæ), la cochinilla de  
los agrios (Lecanium hesperidum), así como el pulgón pegajo-  
so (Pseudococcus maritimus); tisanópteros (Thysanoptera), ta-  
les como Hercinothrips femoralis, y chinches, por ejemplo,  
30 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*.

5                   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 (10 *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 antiope (*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*).

15                   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 romaza (*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 Khapra (*Trogoderma granarium*), el gorgojo pardo rojizo de la harina de arroz ó tribolio castaño (*Tribolium castaneum*), el gorgojo del maiz (*Calandra* ó *Sitophilus zeamais*), el anobio de pan (*Ste-*

gobium 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 eláteros (*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* ó *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 (*Reticulitermes 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 domestica*), 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* ó *Tetranychus urticae*) y el ácaro hilador de los frutos tales (*Paratetranychus pilosus* = *Panonychus ulmi*), ácaros de

agallas, por ejemplo el ácaro de agalla del grosellero (*Eriophyes ribis*) y tarsonemidos, por ejemplo el ácaro amarillo ó de la punta de brotes (*Hemitarsonemus latus*) y el ácaro del fresal ó 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 encaladas.

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 ó en las formas de aplicación 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 ó 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 % ó hasta de un 100 %.

Ejemplo A

Ensayo con larvas de *Phaedon*.

Disolvente: 3 partes en peso de acetona.

Emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.

5

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

10

Se rocía la preparación de sustancia activa sobre hojas de col (*Brassica oleracea*) hasta su mojadura al grado de formación de gotas y sobre las hojas se colocan larvas de la crisomela del rábano picante (*Phaedon cochleariae*).

15

Al cabo de los tiempos indicados, se determina en % el grado de destrucción, significando 100 % que fueron matadas todas las larvas, mientras que 0 % significa que no fue matada ninguna larva.

20

Las sustancias activas, sus concentraciones, los tiempos de evaluación y los resultados se encuentran indicados en la siguiente Tabla 1:

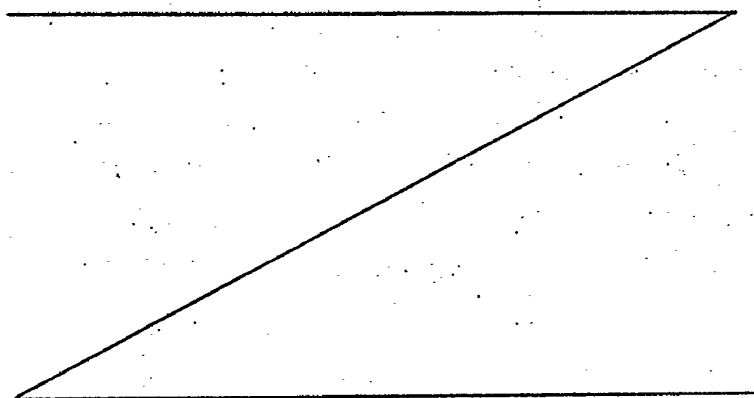


TABLA 1

(Ensayo con larvas de Phaeon)

Substancia activa	concentración de la sustancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días
$\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \text{CH}_3\text{S} \end{array} \begin{array}{l} \text{O} \\ \text{O} \\ \text{P}-\text{NH}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \text{  } \quad \text{  } \end{array}$	0,1	90
	,01	0
(conocida)		
$\begin{array}{l} \text{CH}_3\text{O} \\ \text{CH}_3\text{S} \end{array} \begin{array}{l} \text{S} \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \text{  } \end{array}$	0,1	100
	0,01	60
$\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \text{CH}_3\text{S} \end{array} \begin{array}{l} \text{O} \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \text{  } \end{array}$	0,1	100
	0,01	100
$\begin{array}{l} \text{CH}_3\text{O} \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{S} \end{array} \begin{array}{l} \text{O} \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \text{  } \end{array}$	0,1	100
	0,01	100
$\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{S} \end{array} \begin{array}{l} \text{O} \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \text{  } \end{array}$	0,1	100
	0,01	70
$\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{S}-\text{CH}_2-\text{CH}_2\text{S} \end{array} \begin{array}{l} \text{O} \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \text{  } \end{array}$	0,1	100
	0,01	100

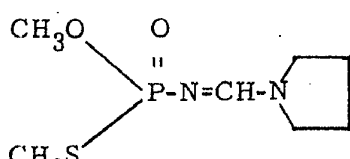
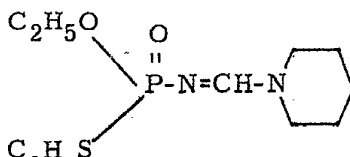
Tabla 1 (continuación)

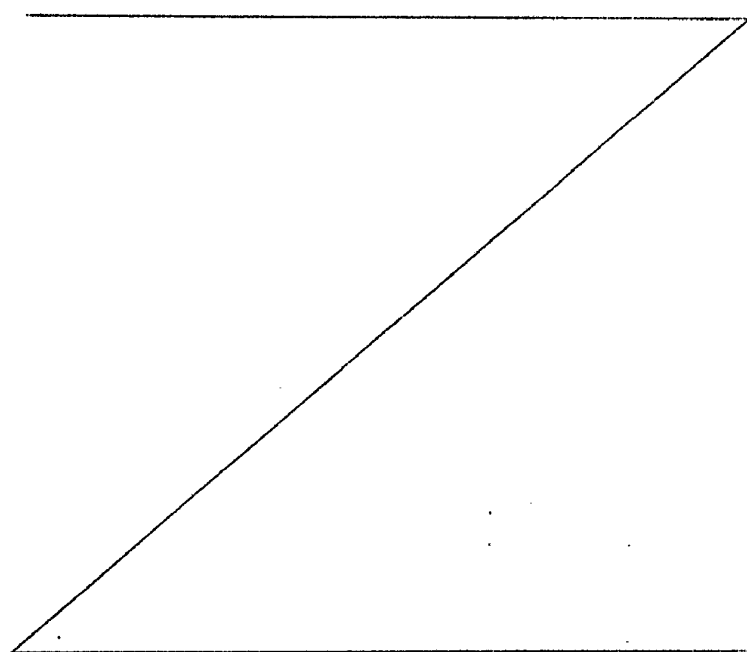
(Ensayo con larvas de Phaedon)

Substancia activa	concentración de la sustancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días
$\begin{array}{l} \text{CH}_3\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,1	100
	0,01	90
$\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,1	100
	0,01	90
$\begin{array}{l} \text{CH}_3\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}\equiv\text{C}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,1	100
	0,01	100
	0,001	50
$\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}\equiv\text{C}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,1	100
	0,01	100
$\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_3-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,1	100
	0,01	100
$\begin{array}{l} \text{CH}_3\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{CH}_2-\text{CH}(\text{CH}_3)_2)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_3\text{S} \end{array}$	0,1	100
	0,01	60

Tabla 1 (continuación)

(Ensayo con larvas de Phaeton)

Substancia activa	concentración de la sustancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días
	0,1	100
	0,01	85
	0,1	100
	0,01	65



Ejemplo B

Ensayo con Myzus (efecto por contacto).

Disolvente: 3 partes en peso de acetona.

Emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.

5

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

10

La preparación de sustancia activa es rociada sobre plantas de col (*Brassica oleracea*) fuertemente atacadas por el pulgón del duraznero (*Myzus persicae*), hasta su mojadura al grado de formación de gotas.

15

Al cabo de los tiempos indicados, se determina en % el grado de destrucción, significando 100 % que fueron matados todos los pulgones, mientras 0 % significa que no fue matado ningún pulgón.

20

Las sustancias activas, sus concentraciones, los tiempos de evaluación y los resultados se encuentran indicados en la siguiente Tabla 2:

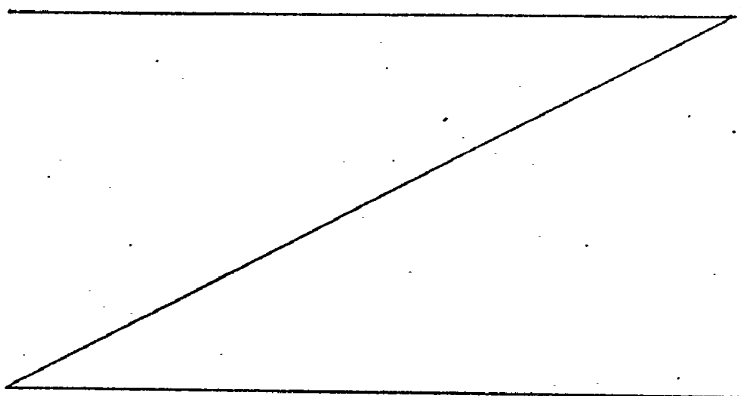


TABLA 2

(Ensayo con Myzus)

Substancia activa	concentración de la sustancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 1 día
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{NH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{CH}_3 \\ \diagup \\ \text{CH}_3\text{S} \end{array}$ <p>(conocida)</p>	0,01 0,001	20 0
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_3\text{S} \end{array}$	0,01 0,001	100 85
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_3\text{S} \end{array}$	0,01 0,001 0,0001	100 95 50
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{S} \end{array}$	0,01 0,001	100 100
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{S}-\text{CH}_2-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,01 0,001	100 50

Tabla 2 (continuación)

(Ensayo con Myzus)

Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 1 día
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \\ \diagdown \\ \text{O} \\ \parallel \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,01	100
	0,001	80
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \diagdown \\ \text{O} \\ \parallel \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,01	99
	0,001	50
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \\ \diagdown \\ \text{O} \\ \parallel \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}=\text{C}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,01	100
	0,001	100
	0,0001	40
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \diagdown \\ \text{O} \\ \parallel \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}=\text{C}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,01	100
	0,001	70
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \diagdown \\ \text{O} \\ \parallel \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_3-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,01	100
	0,001	30

Tabla 2 (continuación)

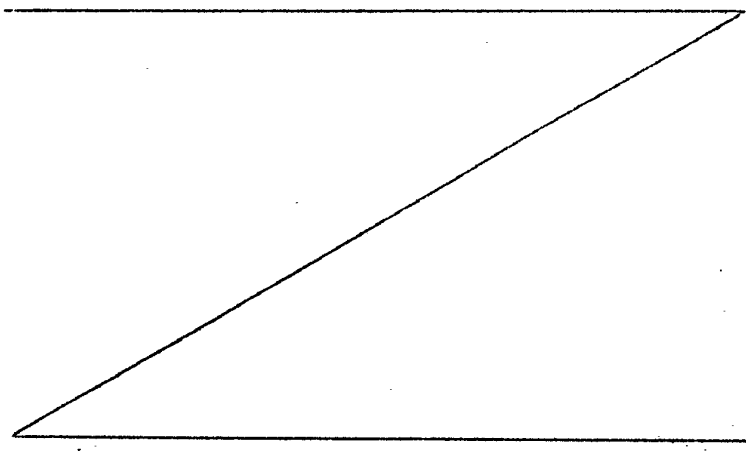
(Ensayo con Myzus)

Substancia activa	concentración de la sustancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 1 día
-------------------	---	--

$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{O} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_3-\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,01	100
	0,001	70

$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{O} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}_2)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_3\text{S} \end{array}$	0,001	100
---	-------	-----

$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{O} \\ \diagdown \quad \diagup \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N} \text{ (ciclohexano)} \\ \diagup \\ \text{CH}_3\text{S} \end{array}$	0,01	100
	0,001	50



Ejemplo C

Ensayo con Doralis (efecto sistemático).

Disolvente: 3 partes en peso de acetona.

Emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.

5

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

10

Con la preparación de sustancia activa se riegan plantas de habichuela (*Vicia faba*) fuertemente atacadas por el pulgón negro de habichuela (*Doralis fabae*), en forma tal que la preparación de sustancia activa penetra en el suelo sin humedecer las hojas de habichuela. La sustancia activa es absorbida por las plantas desde el suelo y así llega a las hojas atacadas.

15

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

20

Las sustancias activas, sus concentraciones, el tiempo de evaluación y los resultados aparecen en la siguiente Tabla 3:

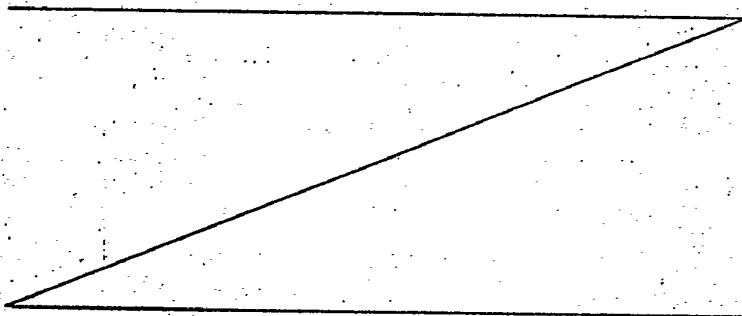


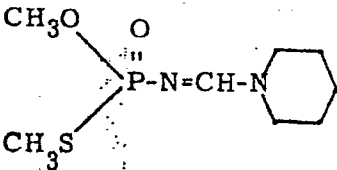
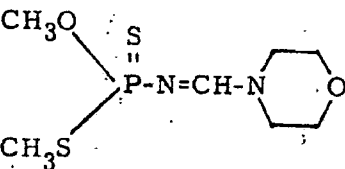
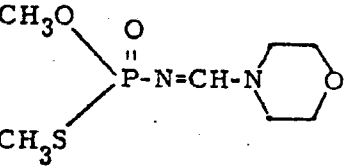
TABLA 3

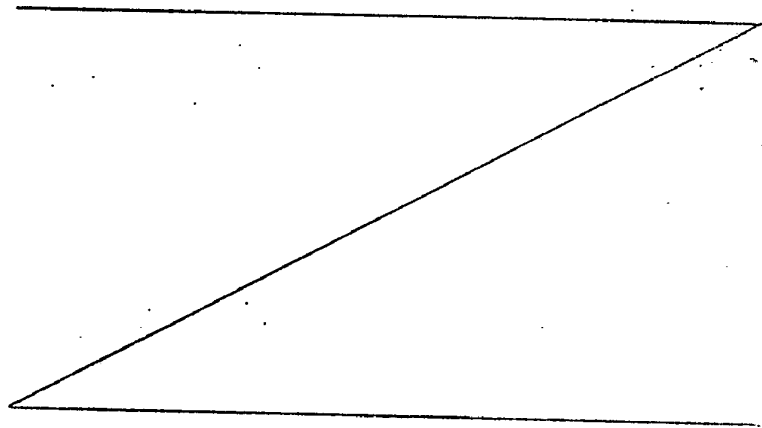
(Ensayo con Doralis / efecto sistemático)

Substancia activa	concentración de la sustancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 4 días
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{O} \quad \text{O} \\ \diagdown \quad \parallel \quad \parallel \\ \text{P}-\text{NH}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \diagup \\ \text{CH}_3\text{S} \end{array}$ (conocida)	0,01	100
	0,001	0
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{O} \\ \diagdown \quad \parallel \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_3\text{S} \end{array}$	0,01	100
	0,001	100
	0,0001	100
	0,00001	100
	0,000001	100
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{O} \\ \diagdown \quad \parallel \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_3\text{S} \end{array}$	0,01	100
	0,001	100
	0,0001	55
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{O} \\ \diagdown \quad \parallel \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{S}-\text{CH}_2-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,01	100
	0,001	100
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{O} \\ \diagdown \quad \parallel \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_3-\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,01	100
	0,001	100
	0,0001	98

Tabla 3 (continuación)

(Ensayo con Doralis / efecto sistemático)

Substancia activa	concentración de la sustancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 4 días
 <chem>CSP(=O)(CS)N=C1NCCCC1</chem>	0,01	100
	0,001	100
	0,0001	100
 <chem>CSP(=S)(CS)N=C1NCCOC1</chem>	0,01	100
	0,001	100
 <chem>CSP(=O)(CS)N=C1NCCOC1</chem>	0,01	100
	0,001	100
	0,0001	90



Ejemplo D

Ensayo con *Tetranychus* (resistente).

Disolvente: 3 partes en peso de acetona.

Emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.

5

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

10

La preparación de sustancia activa es pulverizada sobre plantas de habichuela (*Ochseolus vulgaris*) de una altura de 10 a 30 cm., hasta su mojadura al grado de formación de gotas. Estas plantas de habichuela están fuertemente atacadas por ácaros hiladores comunes (*Tetranychus urticae*) en todos sus estados de desarrollo.

15

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

20

Las sustancias activas, sus concentraciones, los tiempos de evaluación y los resultados se encuentran indicados en la siguiente Tabla 4:

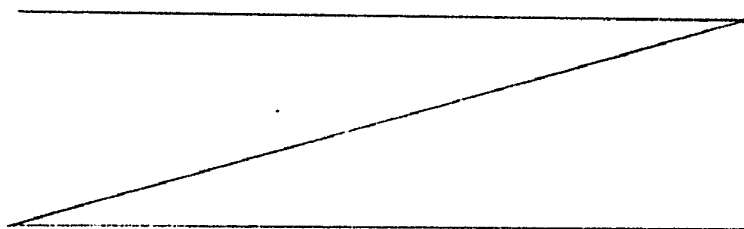


TABLA 4

(Ensayo con Tetranychus / resistente)

Substancia activa	concentración de la sustancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 2 días
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3\text{O} \quad \text{O} \quad \text{O} \\  \diagdown \quad \parallel \quad \parallel \\  \text{P-NH-C-CH}_3 \\  \diagup \\  \text{CH}_3\text{S} \\  \text{(conocida)}  \end{array}  $	0,1	0
$  \begin{array}{c}  \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{O} \quad \text{O} \\  \diagdown \quad \parallel \quad \parallel \\  \text{P-NH-C-CH}_3 \\  \diagup \\  \text{CH}_3\text{S} \\  \text{(conocida)}  \end{array}  $	0,1	20
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3\text{O} \quad \text{S} \\  \diagdown \quad \parallel \\  \text{P-N=CH-N(C}_2\text{F}_5)_2 \\  \diagup \\  \text{CH}_3\text{S}  \end{array}  $	0,1	99
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3\text{O} \quad \text{O} \\  \diagdown \quad \parallel \\  \text{P-N=CH-N(C}_2\text{H}_5)_2 \\  \diagup \\  \text{CH}_3\text{S}  \end{array}  $	0,1	100
$  \begin{array}{c}  \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{O} \\  \diagdown \quad \parallel \\  \text{P-N=CH-N(C}_2\text{H}_5)_2 \\  \diagup \\  \text{CH}_3\text{S}  \end{array}  $	0,1	100

Tabla 4 (continuación)

(Ensayo con Tetranychus / resistente)

Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 2 días
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{O} \\ \diagdown \quad \parallel \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{S} \end{array}$	0,1 0,01	100 50
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{O} \\ \diagdown \quad \parallel \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{S} \end{array}$	0,1	100
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{O} \\ \diagdown \quad \parallel \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,1 0,01	95 80
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \quad \text{O} \\ \diagdown \quad \parallel \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,1 0,01	98 60
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \quad \text{O} \\ \diagdown \quad \parallel \\ \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}=\text{C}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,1 0,01	100 98

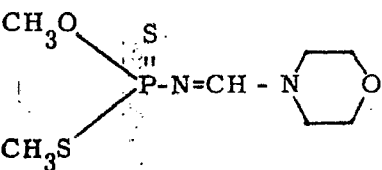
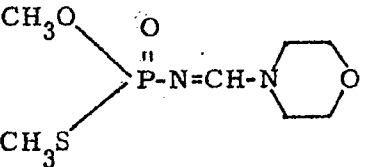
Tabla 4 (continuación)

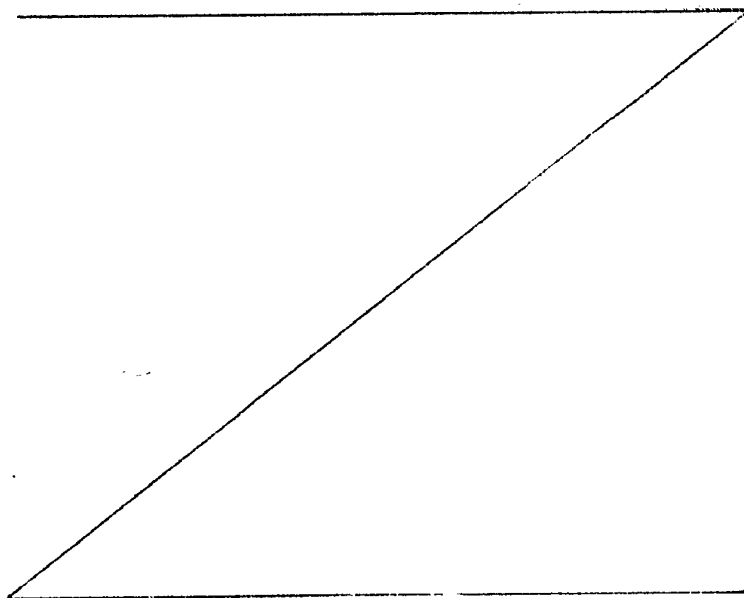
(Ensayo con Tetranychus / resistente)

Substancia activa	concentración de la sustancia activa en %	grado de destrucción en % a' cabo de 2 días
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{O} \\ \text{CH}=\text{C}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,1	100
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{O} \\ \text{CH}_3-\text{CH}=\text{CH}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,1	100
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \diagup \\ \text{O} \\ \text{CH}_3-\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_2\text{S} \end{array}$	0,1 0,01	100 60
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_3\text{H}_7)_2 \\ \diagup \\ \text{O} \\ \text{CH}_3\text{S} \end{array}$	0,1	99
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{CH}_2-\text{CH}=\text{CH}_2)_2 \\ \diagup \\ \text{O} \\ \text{CH}_3\text{S} \end{array}$	0,1	100
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{O} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N} \text{ (ciclohexano)} \\ \diagup \\ \text{O} \\ \text{CH}_3\text{S} \end{array}$	0,1	99

Tabla 4 (continuación)

(Ensayo con Tetranychus / resistente)

Substancia activa	concentración de la sustancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 2 días
	0,1	100
	0,1	98



Ejemplo E

Ensayo con Myzus (efecto sistemático duradero).

Disolvente: 3 partes en peso de acetona.

Emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.

5 Para obtener una preparación adecuada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de la sustancia activa con la cantidad indicada de disolvente que contiene la cantidad indicada de emulsivo, y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada de 0,025 % de sustancia activa.

10 Con cada vez 50 ml. de la preparación de sustancia activa se riegan plantas de col (*Brassica oleracea*), en forma tal que la preparación de sustancia activa penetra en el suelo sin humedecer las hojas de las plantas. La sustancia activa es absorbida por las plantas de col desde el suelo y así llega a las hojas. Se aplican 12,5 mg. de sustancia activa por 100 g. de tierra (pesada en estado secado al aire).

15 Al cabo de los tiempos indicados, sobre las plantas se colocan pulgones de duraznero (*Myzus persicae*) y se determina su mortalidad cada vez al cabo de 3 días, significando 100 % que fueron matados todos los pulgones, y 0 % que no fue matado ningún pulgón.

20 Las sustancias activas, sus concentraciones, los tiempos de evaluación y los resultados surgen de la siguiente Tabla 5:

25



TABLA 5.

Efecto duradero después del riego: (*Myzus persicae* / Brassica

Substancia activa	mg de substancia activa por 100 g de tierra (pesada en estado secado al aire)	20	27
$\begin{array}{l} \text{CH}_3\text{S} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_3 \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$ <p>(conocida)</p>	12,5	100	90
$\begin{array}{l} \text{CH}_3\text{S} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_3 \\ \text{CH}_3\text{O} \end{array}$ <p>(conocida)</p>	12,5	100	100
$\begin{array}{l} \text{CH}_3\text{S} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\ \text{CH}_3\text{O} \end{array}$	12,5	100	100
$\begin{array}{l} \text{CH}_3\text{S} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N} \text{ (ciclohexano)} \\ \text{CH}_3\text{O} \end{array}$	12,5	100	100
$\begin{array}{l} \text{CH}_3\text{S} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N} \text{ (piperidina)} \\ \text{CH}_3\text{O} \end{array}$	12,5	100	100

ad/ Brassica oleracea)

destrucción en % al cabo de

	27	34	41	45	48	52 días
00	90	50	0			
00	100	100	100	80	80	0
00	100	100	100	100	100	100
00	100	100	100	100	100	100
00	100	100	100	100	100	100

Ejemplo F

Ensayo con *Tetranychus* (efecto sistemático duradero).

Disolvente: 3 partes en peso de acetona.

Emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.

5

Para obtener una preparación adecuada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de la sustancia activa con la cantidad indicada de disolvente que contiene la cantidad indicada de emulsivo, y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada de 0,025 % de sustancia activa.

10

Con cada vez 50 ml. de la preparación de sustancia activa se riegan plantas de habichuelas (*Phaseolus vulgaris*), en forma tal que la preparación de sustancia activa penetra en el suelo, sin humedecer las hojas de las plantas de habichuelas. La sustancia activa es absorbida por las plantas desde el suelo y así llega a las hojas. Se aplican 12,5 mg. de sustancia activa por 100 g. de tierra (pesada en estado secado al aire).

15

Al cabo de los tiempos indicados, sobre las plantas se colocan ácaros hiladores (*Tetranychus urticae*) y se determina su mortalidad cada vez al cabo de 3 días, significando 100 % que fueron matados todos los ácaros hiladores, y 0 % que no fue matado ningún ácaro hilador.

20

Las sustancias activas, sus concentraciones, los tiempos de evaluación y los resultados están detallados en la siguiente Tabla 6:

25



Efecto duradero después del riego (Tetryn) / Phaseolus vulgaris

Substancia activa	mg de substancia activa por 100 g de tierra (pesada en estado seco al aire)	destrucción en % al cabo de						
		6	10	13	17	24	27 días	
$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{CH}_3\text{S}-\text{P}-\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_3 \\   \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$ (conocida)	12,5	35	35	0				
$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{CH}_3\text{S}-\text{P}-\text{NH}-\text{CO}-\text{CH}_3 \\   \\ \text{CH}_3\text{O} \end{array}$ (conocida)	12,5	95	95	95	83	0		
$\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{CH}_3\text{S}-\text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N} \\   \qquad \qquad \qquad   \\ \text{CH}_3\text{O} \qquad \qquad \text{C}_6\text{H}_{10}\text{O} \end{array}$	12,5	100	100	100	100	100	100	100
$\begin{array}{c} \text{S} \\    \\ \text{CH}_3\text{S}-\text{P}-\text{N}=\text{CH}-\text{N} \\   \qquad \qquad \qquad   \\ \text{CH}_3\text{O} \qquad \qquad \text{C}_6\text{H}_{10}\text{O} \end{array}$	12,5	100	100	100	100	100	100	-

TABLA

TABLA

Efecto duradero después del riego (Tetrany plus urti)

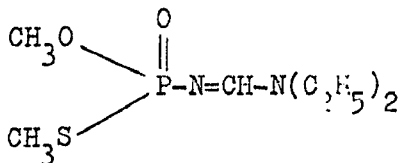
Substancia activa	mg de substancia activa por 100 g de tierra (pesada en estado secado al aire)	destru
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{S} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-NH-CO-CH}_3 \\ \quad \quad \quad / \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$ <p>(conocida)</p>	12,5	6 35
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{S} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-NH-CO-CH}_3 \\ \quad \quad \quad / \\ \text{CH}_3\text{O} \end{array}$ <p>(conocida)</p>	12,5	95
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{S} \quad \text{O} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-N=CH-N} \end{array}$ 	12,5	100
$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{S} \quad \text{S} \\ \quad \quad \quad \parallel \\ \quad \quad \quad \text{P-N=CH-N} \end{array}$ 	12,5	100

A  
 my *Phaseolus urticae* (resistente) / *Phaseolus vulgaris*

destrucción en % al cabo de					
6	10	13	17	24	27 días
35	35	0			
95	95	95	83	0	
100	100	100	100	100	100
100	100	100	100	100	-

Ejemplos de Preparación.

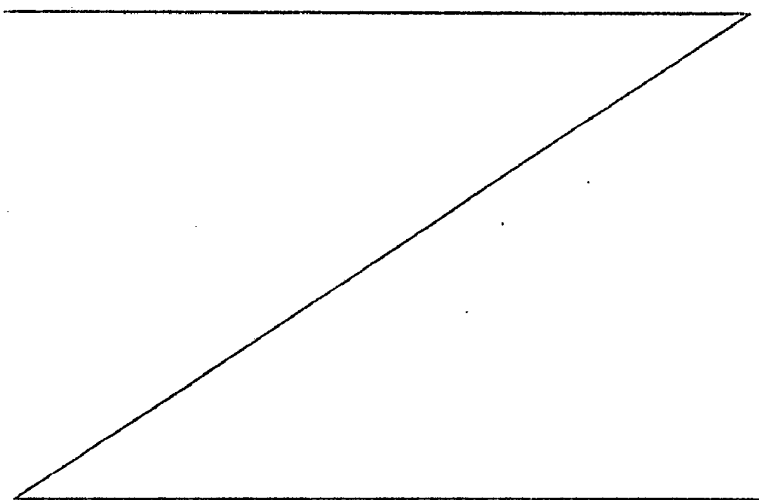
Ejemplo 1:



10 Una mezcla de 42 g. (0,2 moles) de amida de éster de ácido O,S-dimetiltiolfosfórico y de 55 g. (0,46 moles) de dimetilacetal de N,N-dietilformamida es calentada durante 5 horas a 120° C. y subsiguientemente es sometida a la llamada destilación inicial. Se obtienen 62,5 g. (93 % de la teoría) de imida de éster de ácido O,S-dimetil-N-(N',N'-dietilamino metiliden)-tiolfosfórico, con el índice de refracción de






15  $n_D^{24} = 1,5218$ .

En forma análoga a la descrita en el ejemplo precedente, pueden prepararse los siguientes compuestos:



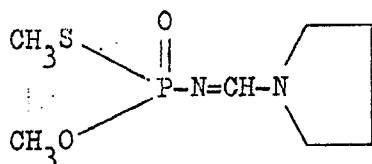




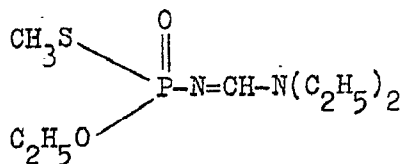
1	Constitución	Propiedades físicas (índice de refracción)
5	$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{S} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N} \\ \diagup \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$ 	$n_D^{22} = 1,5432$
10	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{S} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N} \\ \diagup \\ \text{CH}_3\text{O} \end{array}$ 	$n_D^{23} = 1,5804$
15	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{S} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N} \\ \diagup \\ \text{CH}_3\text{O} \end{array}$ 	$n_D^{23} = 1,5432$
15	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{S} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N} \\ \diagup \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array}$ 	$n_D^{25} = 1,5428$
20	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{S} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N}(\text{C}_4\text{H}_9)_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_3\text{O} \end{array}$	$n_D^{25} = 1,4981$
25	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{S} \\ \diagdown \\ \text{P}=\text{N}=\text{CH}-\text{N} \\ \diagup \\ \text{CH}_3\text{O} \end{array}$ 	$n_D^{23} = 1,5480$

Constitución

Propiedades físicas  
(índice de refracción)

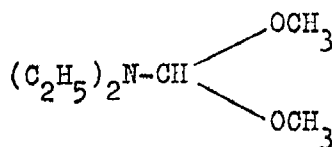


$$n_D^{24} = 1,5523$$



$$n_D^{25} = 1,5131$$

Los acetales de formamida, requeridos como productos de partida, pueden ser preparados, a título de ejemplo, como sigue:



5

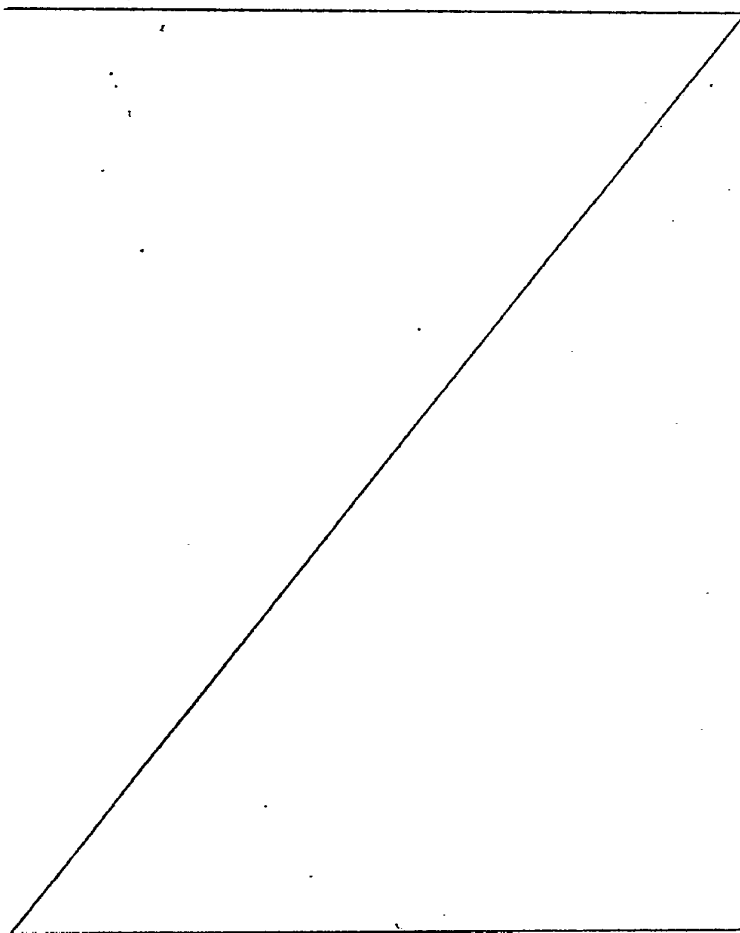
790 g. (7,8 moles) de N,N-dietilformamida son distribuidos bajo agitación en 985 g. de sulfato de dimetilo, subiendo la temperatura de la mezcla a 40° C. Después de la agitación durante la noche se agrega la mezcla de reacción bajo agitación a 0 - 5° C. a 7,8 moles de metilato de sodio en metanol (volumen total aproximadamente 2,3 litros) y nuevamente se agita la mezcla durante la noche. Entonces de la pasta cristalina se elimina por destilación primeramente el metanol y subsiguientemente, hasta una temperatura de baño

10

de 170° C. a 10 mm. Hg, el producto deseado que se fraccio-  
na sobre una columna. Se obtienen 862 g. (75 % de la teoría)  
del dimetilacetal de N,N-dietilformamida del punto de ebulli-  
ción de 70° C./50 mm. Hg (bajo formación de espuma) y del  
índice de refracción de  $n_D^{24} = 1,474$ .

5

En forma análoga puede prepararse los siguientes  
compuestos:



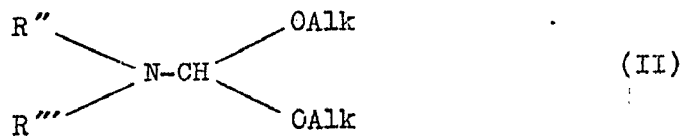
	Constitución	Propiedades físicas
1	$(\text{nC}_3\text{H}_7)_2\text{N}-\text{CH} \begin{array}{l} \diagup \text{OCH}_3 \\ \diagdown \text{OCH}_3 \end{array}$	P. e. 44°C / 2 mmHg
5	$(\text{nC}_4\text{H}_9)_2\text{N}-\text{CH} \begin{array}{l} \diagup \text{OCH}_3 \\ \diagdown \text{OCH}_3 \end{array}$	P. e. 74-75°C / 12 mmHg $n_D^{20} = 1,4248$
10	$(\text{iC}_4\text{H}_9)_2\text{N}-\text{CH} \begin{array}{l} \diagup \text{OCH}_3 \\ \diagdown \text{OCH}_3 \end{array}$	P. e. 62°C / 1 mmHg
	$\text{Cyclopentane ring}-\text{N}-\text{CH} \begin{array}{l} \diagup \text{OCH}_3 \\ \diagdown \text{OCH}_3 \end{array}$	P. e. 160-161°C / 740 mmHg $n_D^{20} = 1,4320$
15	$\text{Cyclohexane ring}-\text{N}-\text{CH} \begin{array}{l} \diagup \text{OCH}_3 \\ \diagdown \text{OCH}_3 \end{array}$	P. e. 83°C / 15 mmHg $n_D^{20} = 1,4411$
20	$\text{Morpholine ring}-\text{N}-\text{CH} \begin{array}{l} \diagup \text{OCH}_3 \\ \diagdown \text{OCH}_3 \end{array}$	P. e. 87°C / 15 mmHg $n_D^{20} = 1,4811$
25	$(\text{CH}_2=\text{CH}-\text{CH}_2)_2\text{N}-\text{CH} \begin{array}{l} \diagup \text{OCH}_3 \\ \diagdown \text{OCH}_3 \end{array}$	P. e. 50°C / 2 mmHg



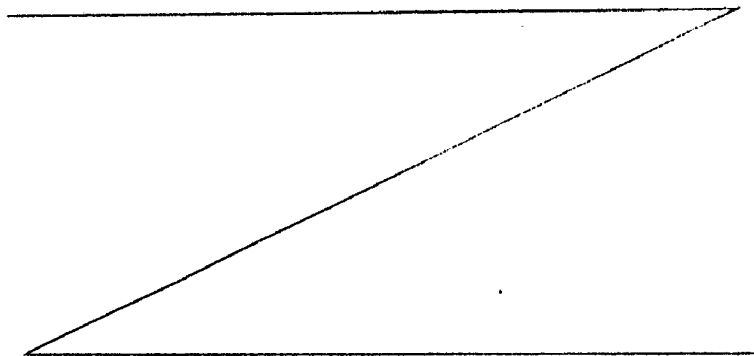
5 pueden formar un anillo heterocíclico que puede estar interrumpido por átomos ulteriores de oxígeno, azufre ó nitrógeno, y X es un átomo de oxígeno ó de azufre; caracterizado porque amidas de ésteres de ácidos tiolfosfóricos, respectivamente tionofosfóricos de fórmula:



se hacen reaccionar con acetales de formamida de fórmula:



10 en cuyas fórmulas (II) y (III), R, R', R'', R''' y X tienen los significados indicados anteriormente y Alk representa un radical alquilo de bajo peso molecular, a temperaturas entre 0 y 150° C., preferiblemente entre 100 y 130° C., en caso dado en presencia de un disolvente.



2ª.- Procedimiento para preparar imidas de ésteres de ácidos N-(aminometiliden)-tiofosfóricos y -tionofosfóricos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

5

Esta Memoria consta de 41 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 24 NOV. 1975

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

J. GÓMEZ ABEJO Y MOJER  
c. p. Firmador L. García Forastón

