



ES	(11) NUMERO	A I
	(21) 451.034	
	(22) FECHA DE PRESENTACION	
	27-8-1976	

PATENTE DE INVENCION

P.- 63.845
Case F-2257 J

(19) PRIORIDADES: (a) NUM. I. I.	(22) FECHA	(13) PAIS
104630/75	28-8-75	Japón
36541/76	31-3-76	"

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	COFF; A01N	

(54) TITULO DE LA INVENCION

"UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR FOSFOROTIOLATOS DE AMIDAS"

(71) SOLICITANTE (S)

SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

15, Kitahama 5-chome, Higashi-ku, Osaka, Japón

(72) INVENTOR (ES)

Shunichi Hashimoto y Kunio Mukai

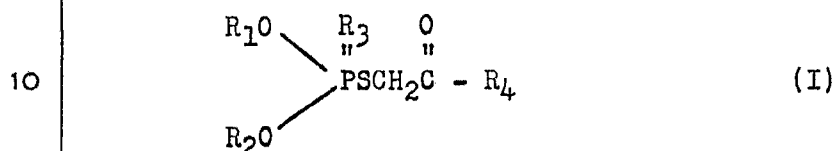
(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE

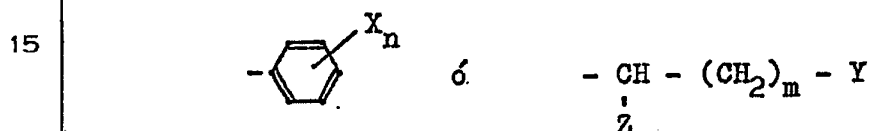
DON ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ

1 La presente invención se refiere a nuevos
compuestos y herbicidas caracterizados por contener un
nuevo derivado de fosforotioato (fosforoditioato) como
ingrediente activo, y a la preparación de los mismos.

5 La presente invención proporciona un compues-
to de la fórmula general (I):

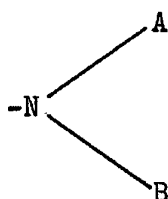


donde R_1 y R_2 son, individualmente, un grupo de fórmula



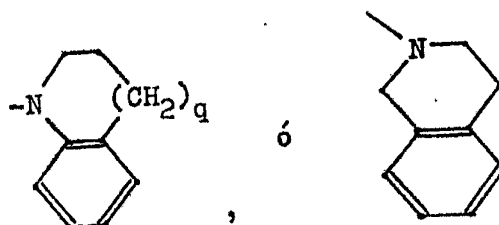
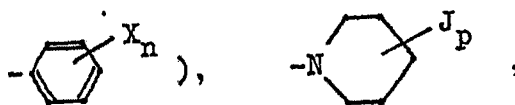
(donde cada X es un grupo alcoholo inferior (preferible-
mente metilo) o un átomo de halógeno (preferiblemente clo-
20 ro o bromo); Y es un átomo de halógeno (preferiblemente
cloro o bromo); Z es un átomo de hidrógeno o un grupo me-
tilo; m es un número entero de entre 1 y 2; n es un núme-
ro entero de 0 a 2),

R_3 es un átomo de oxígeno o de azufre; R_4 es un grupo de
25 la fórmula



30 (excepto si R_1 y R_2 son individualmente un grupo de fór-

1 mula



10 en la que A y B son individualmente un grupo alcoholo inferior, y preferiblemente alcoholo de C₁-C₄; alquenilo inferior, preferiblemente propenilo; alquinilo inferior, preferiblemente propinilo; bencilo, fenilo, o un grupo fenilo sustituido por nitro o alcoholo inferior, preferiblemente metilo; J es un grupo alcoholo inferior, y preferiblemente alcoholo de C₁-C₂; p es un número entero de 0 a 2; q es un número entero de 0 a 1), pirrolidino, hexa metilenimino, morfolino o dimetilmorfolino. La invención proporciona también un método de preparar un compuesto según la invención (es decir de la fórmula general I), que comprende hacer reaccionar, preferiblemente en un disolvente, por ej. agua, un alcohol, una cetona o una mezcla de ellos, preferiblemente a una temperatura de 20°C a 100°C, y preferiblemente durante una a varias horas, un tiofosfato (ditiofosfato) o de fórmula general (II)

20

25



30 (en la que R₁, R₂ y R₃ son individualmente como se han de

1 finido antes, y M es un átomo de metal alcalino o un radical amonio), con un compuesto halogenado de fórmula general (III)



donde R₄ es el mismo definido anteriormente, y Hal es un átomo de halógeno.

10 La invención incluye también una composición herbicida que incluye cantidades eficaces de los compuestos de la invención en combinación con un vehículo inerte. Esta composición puede tener la forma de gránulos, polvos finos, polvos humectables, concentrados emulsionables o gránulos finos, y puede incluir uno o más fertilizantes, fungicidas, insecticidas, nematocidas y/o
15 herbicidas.

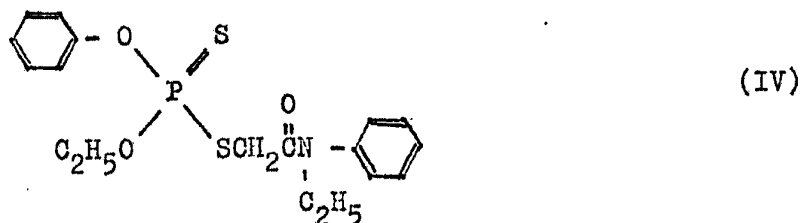
Los compuestos de la presente invención muestran una fuerte actividad herbicida, no sólo al usarlos en tratamientos de pre-emergencia o en tratamiento foliar de malezas, sino también con varias clases de malezas, incluyendo las malezas herbáceas, tales como la hierba de corral (Echinochloa crusgalli), Digitaria (Digitaria sanguinalis), galio (Eleusine indica), almorijo (Alopecurus aequalis) y Oarmudiona (Poa annua), malezas de hoja ancha, tales como Anserina roja (Amaranthus retroflexus), Verdolaga común (Portulaca oleracea), especies de Poligonum, Quenopoio (Chenopodium album) y malezas de arrozales, tales como falso murajes (Linderna pyxidaria), Monochoria viagnalis presl. y Deutania (Rotala indica Koehue); malezas junciales tales como la especie Ciperácea (Cyperus
20
25
30

1 difforuds) y Eleocharis acicularis..

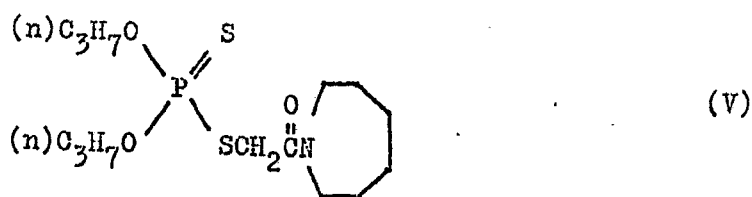
Una de las propiedades más importantes de los herbicidas es que pueden mostrar una actividad herbicida sobre diversas clases de malezas, porque, si combaten
5 la mayor parte de las clases de malezas pero no otras pocas clases de malezas, las malezas restantes frecuentemente se desarrollan y perjudican a los cultivos.

Por lo tanto, los compuestos de la presente invención, que pueden mostrar una fuerte actividad herbicida sobre la mayoría de las clases de malezas, pueden
10 considerarse como muy adecuados como herbicidas.

En cuanto a la técnica anterior relacionada con la presente invención, puede citarse la patente de los EE.UU. Nº 3.385.689 y la Patente Suiza nº 496.398, en
15 las que se describen, por ejemplo, compuestos de fórmulas



20

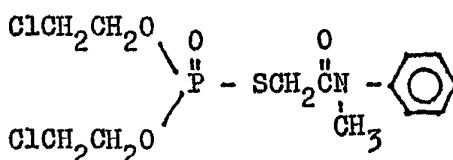
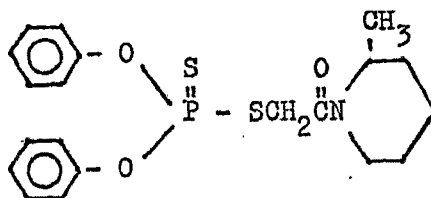


25

que tienen propiedades herbicidas.

En la invención se ha investigado la actividad herbicida de diversos derivados de estos compuestos de fosforotioato, y se ha encontrado que los compuestos
30

de las estructuras siguientes



tienen una excelente eficacia herbicida. Ha sido sorprendente encontrar que los compuestos de fórmula (I) son herbicidas excelentes. Especialmente cuando se hace una aplicación de antes del brote o de incorporación antes de la plantación, muestran un efecto especialmente bueno en la exterminación de malezas, y además no parecen tener ninguna acción fitotóxica para las plantas cultivadas.

El método de la presente invención puede realizarse preferiblemente condensando una sal de ditiofosfato (tiofosfato) de fórmula (II) con un compuesto halogenado de fórmula (III), en presencia de disolventes tales como agua, alcoholes, cetonas, y si es posible disolventes que pueden disolver completamente ambos materiales de partida. Las temperaturas de reacción y los tiempos de reacción varían en función de las clases de disolvente y de material de partida, y en general la reacción puede proceder satisfactoriamente a 20 a 100°C durante una a varias horas. Una vez completada la reacción, los productos buscados pueden obtenerse fácilmente, con

1 pureza muy alta, por tratamiento convencional; no obstante,
y si es necesario, pueden purificarse más por cromatografía
en columna.

5 A continuación se dan algunos ejemplos de
los materiales de partida, es decir de sales de ditiofosfa-
to (tiofosfato) y compuestos halogenados, que se usan en la
práctica de la presente invención.

10 En primer lugar, los ejemplos de sal de
ditiofosfato (tiofosfato), que son sólo ilustrativas y no
limitativas:

· 0,0-difenilditiofosfato de sodio,
0,0-difeniltiofosfato de sodio,
0,0-di(4-metilfenil)ditiofosfato de sodio,
0,0-di(4-metilfenil)tiofosfato de sodio,
15 0,0-di(4-clorofenil)ditiofosfato de sodio,
0,0-di(4-clorofenil)tiofosfato de sodio,
0,0-di(2-metilfenil)ditiofosfato de sodio,
0,0-di(2-metilfenil)tiofosfato de sodio,
0,0-di(3-metilfenil)ditiofosfato de sodio,
20 0,0-di(3-metilfenil)tiofosfato de sodio,
0,0-di(4-cloro-2-metilfenil)ditiofosfato de sodio,
0,0-di(2,4-diclorofenil)ditiofosfato de sodio,
0,0-di(4-bromofenil)ditiofosfato de sodio,
0,0-di(3,4-dimetilfenil)ditiofosfato de sodio,
25 0,0-di(3,5-dimetilfenil)ditiofosfato de sodio,
0,0-di(4-etilfenil)ditiofosfato de sodio,
0,0-di(4-terc-butilfenil)ditiofosfato de sodio,
0,0-di(4-cloro-3-metilfenil)ditiofosfato de sodio,
0,0-difenilditiofosfato de potasio,
30 0,0-difeniltiofosfato de amonio,

- 1 0,0-di-2-cloroetilditiofosfato de sodio,
0,0-di-2-cloroetilditiofosfato de potasio,
0,0-di-3-cloropropilditiofosfato de sodio,
0,0-di-3-cloropropilditiofosfato de potasio,
- 5 0,0-di-1-metil-2-cloroetilditiofosfato de sodio,
0,0-di-1-metil-2-cloroetilditiofosfato de potasio,
0,0-di-2-bromoetilditiofosfato de sodio,
0,0-di-2-bromoetilditiofosfato de potasio,
0,0-di-2-cloroetiltiofosfato de sodio,
- 10 0,0-di-2-cloroetiltiofosfato de amonio,
0,0-di-3-cloropropiltiofosfato de sodio,
0,0-di-3-cloropropiltiofosfato de amonio, y
0,0-di-1-metil-2-cloroetiltiofosfato de amonio,
- Son ejemplos de compuesto halogenado los siguientes,
- 15 tes, sólo ilustrativos y no limitativos:
N-(α -cloroacetil)-pirrolidina,
N-(α -cloroacetil)-piperidina,
N-(α -cloroacetil)-2-metil-piperidina,
N-(α -cloroacetil)-3-metilpiperidina,
- 20 N-(α -cloroacetil)-4-metilpiperidina,
N-(α -cloroacetil)-2-etilpiperidina,
N-(α -cloroacetil)-hexametilamina,
N-(α -cloroacetil)-morfolina,
N-(α -cloroacetil)-2,6-dimetilmorfolina,
- 25 1-(α -cloroacetil)-1,2,3,4-tetrahydroquinoleína,
N-(α -cloroacetil)-2,6-dimetilpiperidina,
2-(α -cloroacetil)-1,2,3,4-tetrahydroisoquinoleína,
1-(α -cloroacetil)-2,3-dihidroindol,
- 30 N-(α -bromoacetil)-2-metilpiperidina,
N-(α -bromoacetil)-piperidina,

1 N,N-dietil- α -cloroacetamida
N,N-dipropil- α -cloroacetamida,
N,N-dialil- α -cloroacetamida,
N,N-dibutil- α -cloroacetamida,
5 N-metil-N-fenil- α -cloroacetamida,
N-etil-N-fenil- α -cloroacetamida,
N-propargil-N-fenil- α -cloroacetamida,
N-propil-N-fenil- α -cloroacetamida,
10 N-(α -cloroacetil)-2-metilpiperidina,
N-(α -cloroacetil)-3-metilpiperidina,
N-(α -cloroacetil)-4-metilpiperidina,
N-(α -cloroacetil)-2-etilpiperidina,
N-(α -cloroacetil)-2-propilpiperidina,
N-metil-N-2-metilfenil- α -cloroacetamida,
15 N-metil-N-bencil- α -cloroacetamida,
N-(α -cloroacetil)-piperidina,
N-(α -cloroacetil)-pirrolidina,
N-(α -cloroacetil)-morfolina,
N-(α -cloroacetil)-hexametenimina,
20 1-(α -cloroacetil)-1,2,3,4-tetrahidroquinoleína,
N-(α -cloroacetil)-2,3-dihidroindol,
N-(α -bromoacetil)-2-metilpiperidina,
N-metil-N-3-metilfenil- α -cloroacetamida, y
N-metil-N-4-nitrofenil- α -cloroacetamida.

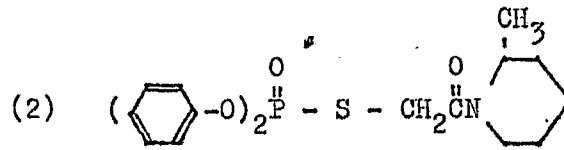
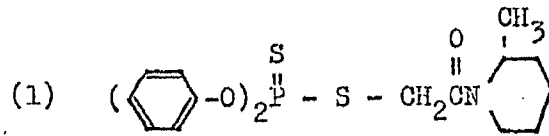
25 A continuación, se muestran concretamente algunos ejemplos representativos del éster de ácido fosfórico orgánico de la presente invención:

30

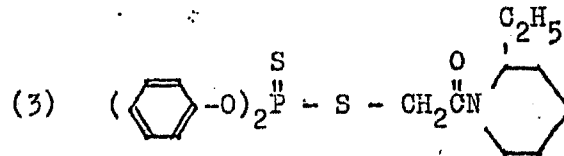


1

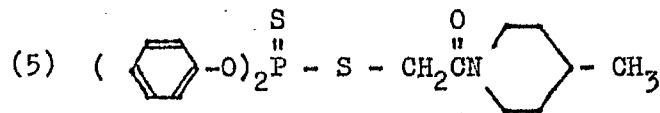
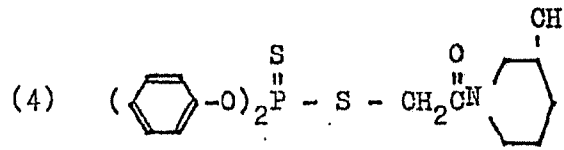
5



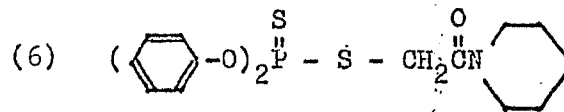
10



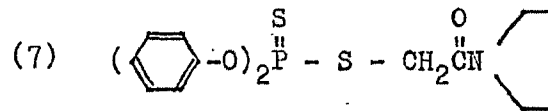
15



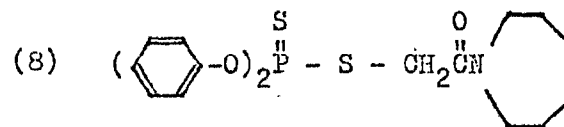
20



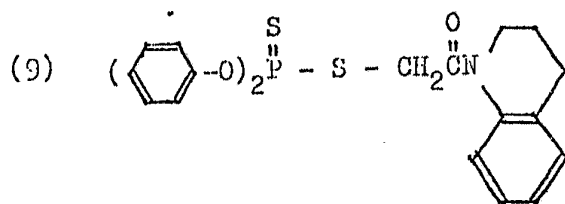
25



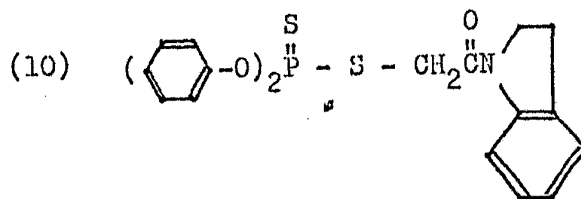
30



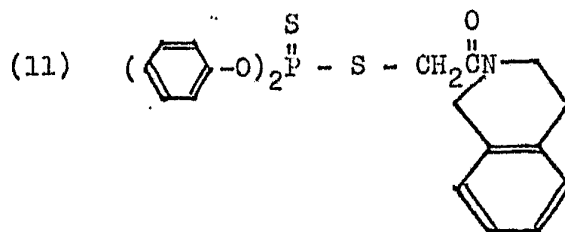
1



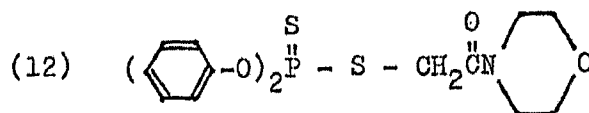
5



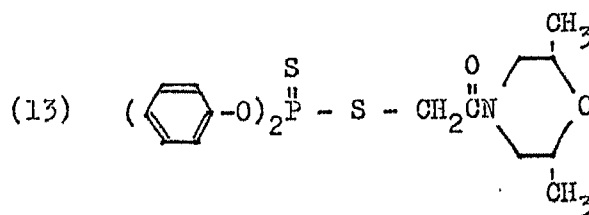
10



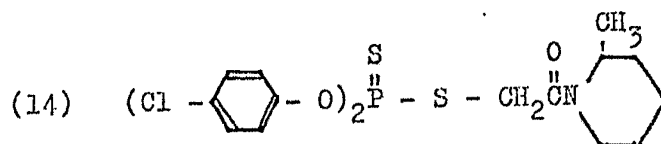
15



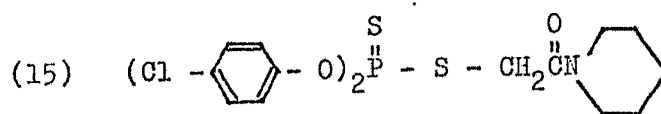
20



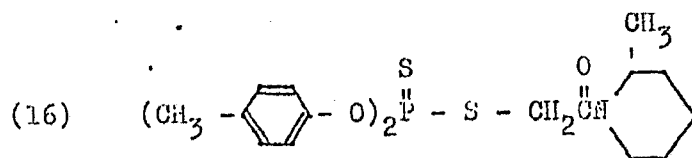
25



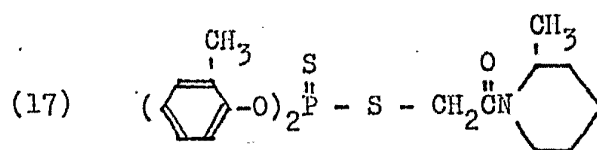
30



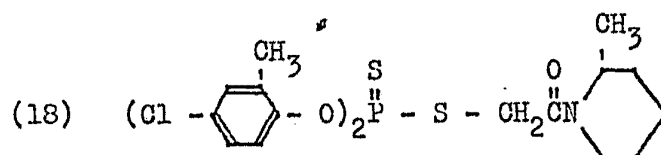
1



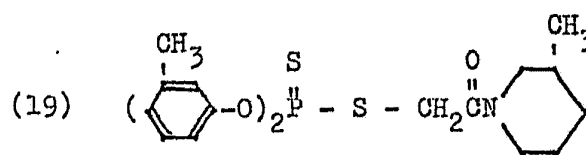
5



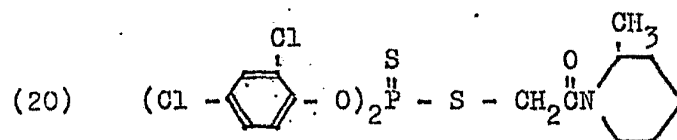
10



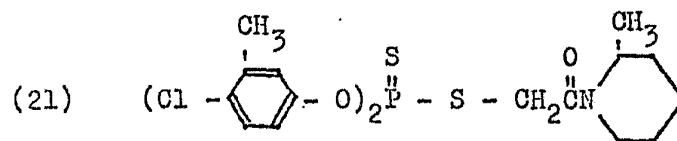
15



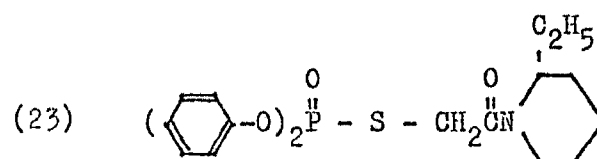
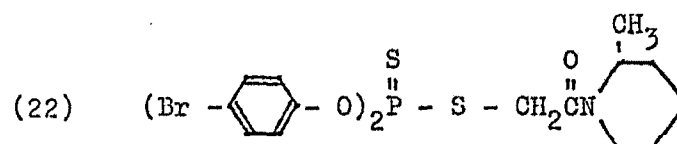
20



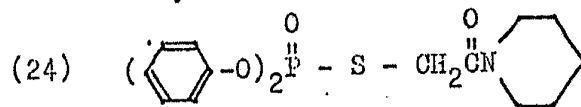
25



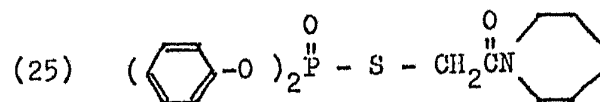
30



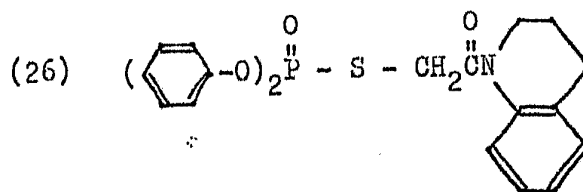
1



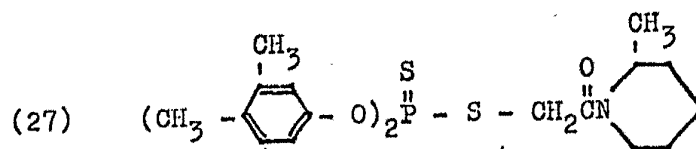
5



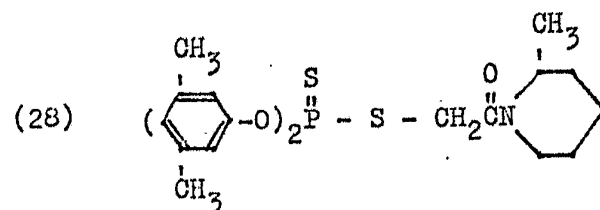
10



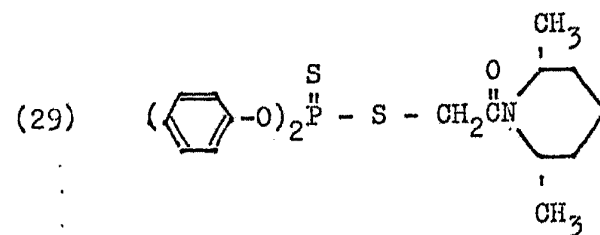
15



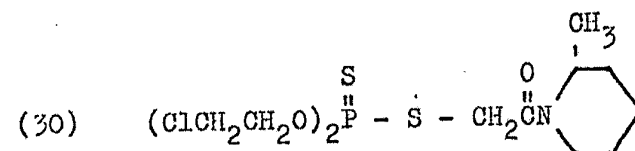
20



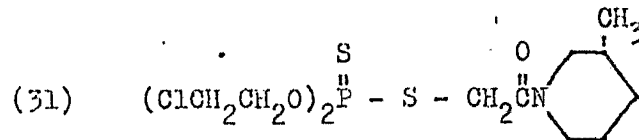
25



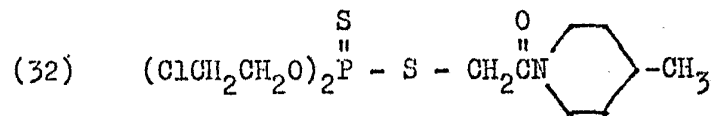
30



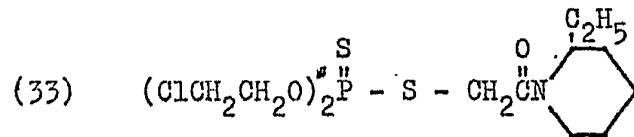
1



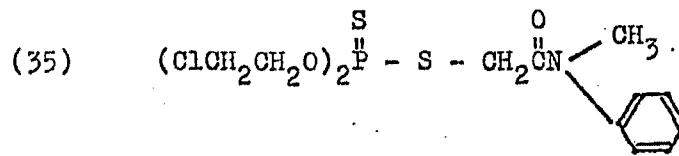
5



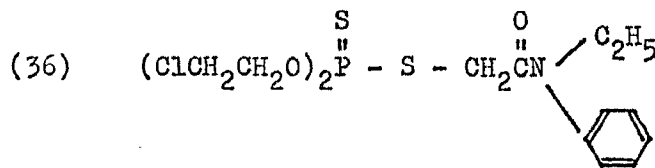
10



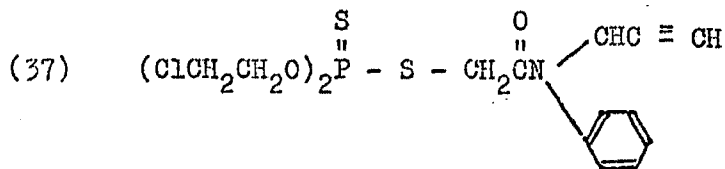
15



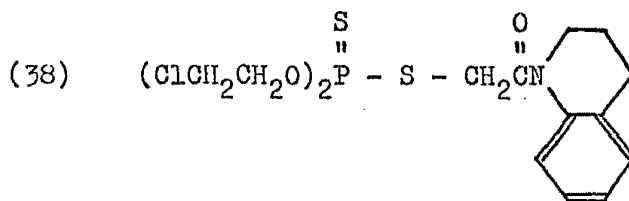
20

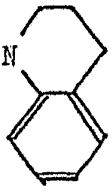
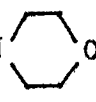
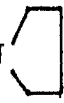
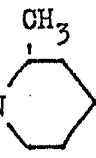
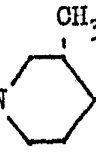
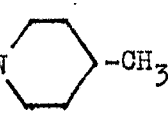
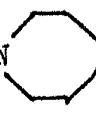
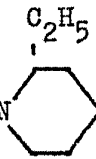
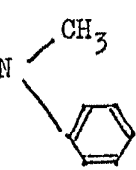


25

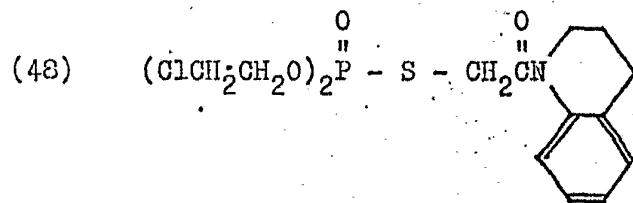


30

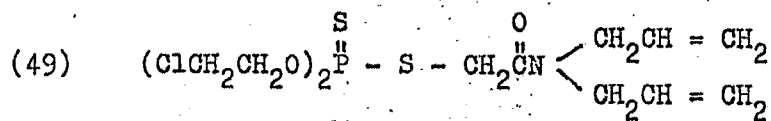


- 1 (39) $(\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{O})_2\overset{\text{S}}{\underset{\text{O}}{\text{P}}} - \text{S} - \text{CH}_2\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{CN}}}$ 
- 5 (40) $(\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{O})_2\overset{\text{S}}{\underset{\text{O}}{\text{P}}} - \text{S} - \text{CH}_2\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{CN}}}$ 
- 10 (41) $(\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{O})_2\overset{\text{S}}{\underset{\text{O}}{\text{P}}} - \text{S} - \text{CH}_2\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{CN}}}$ 
- 15 (42) $(\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{O})_2\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{P}}} - \text{S} - \text{CH}_2\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{CN}}}$ 
- 20 (43) $(\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{O})_2\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{P}}} - \text{S} - \text{CH}_2\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{CN}}}$ 
- 25 (44) $(\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{O})_2\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{P}}} - \text{S} - \text{CH}_2\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{CN}}}$ 
- 30 (45) $(\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{O})_2\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{P}}} - \text{S} - \text{CH}_2\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{CN}}}$ 
- (46) $(\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{O})_2\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{P}}} - \text{S} - \text{CH}_2\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{CN}}}$ 
- (47) $(\text{ClCH}_2\text{CH}_2\text{O})_2\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{P}}} - \text{S} - \text{CH}_2\overset{\text{O}}{\underset{\text{O}}{\text{CN}}}$ 

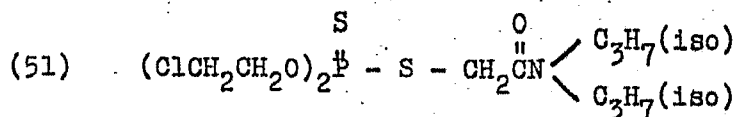
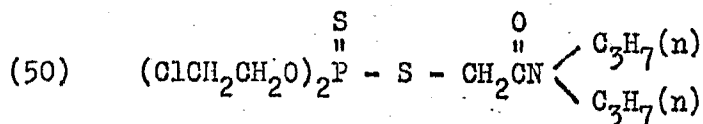
1



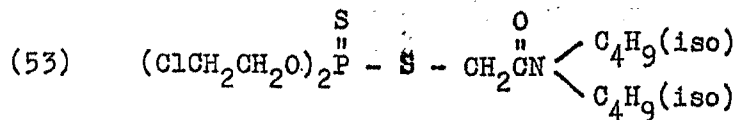
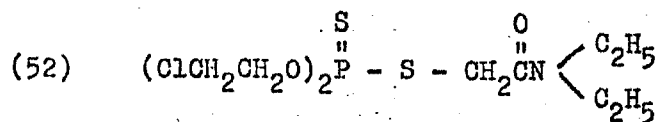
5



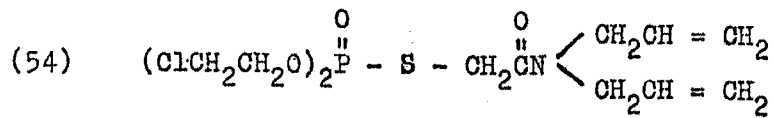
10



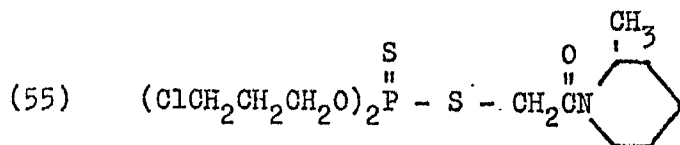
15



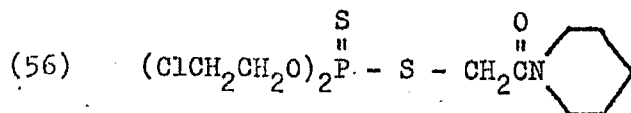
20



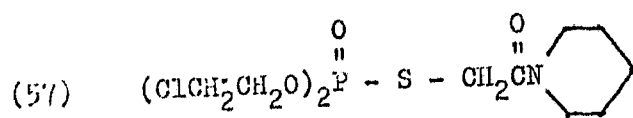
25



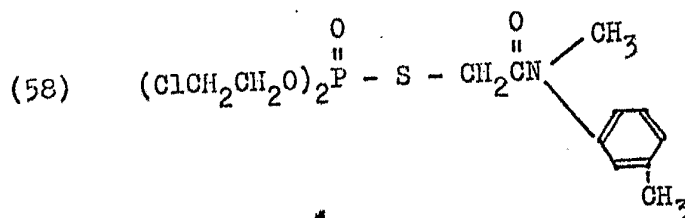
30



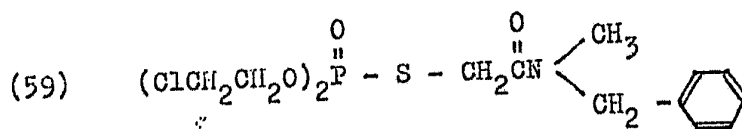
1



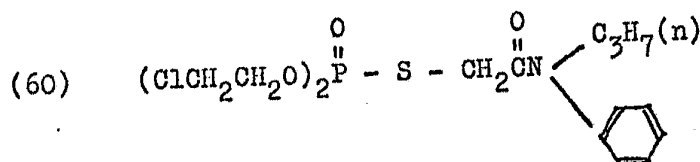
5



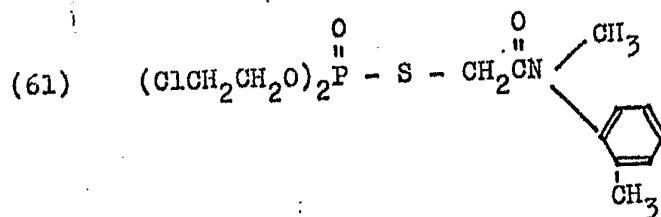
10



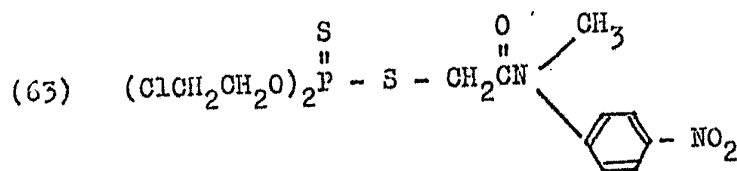
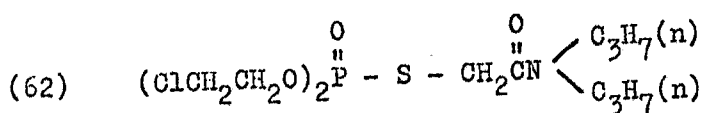
15



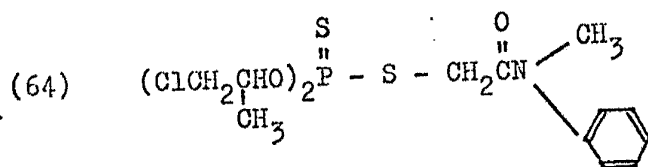
20



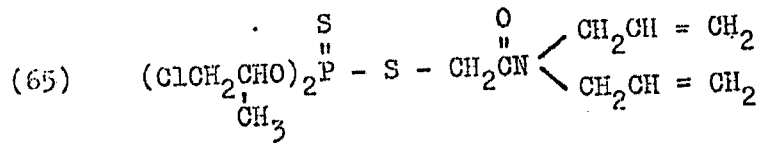
25



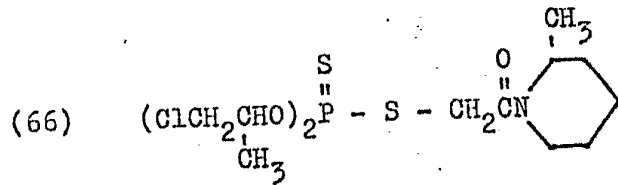
30



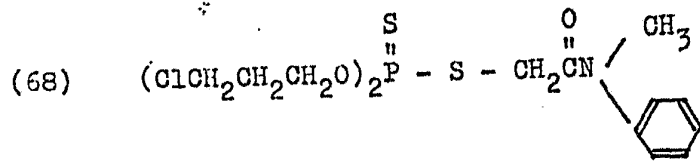
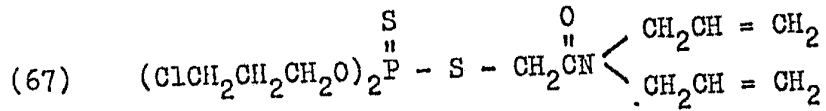
1



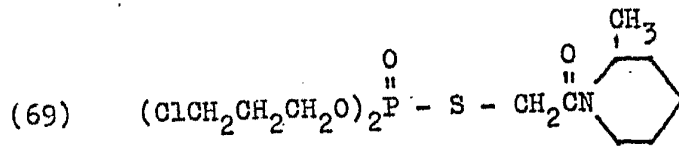
5



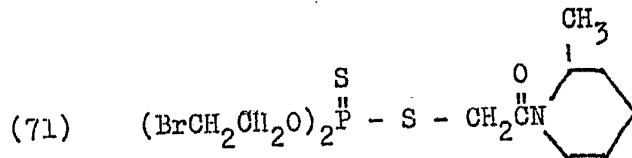
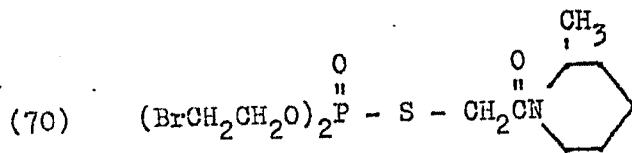
10



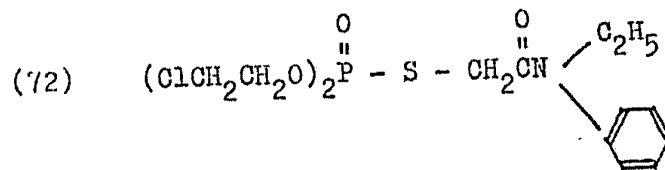
15



20



25



30

1 Los compuestos de la presente invención, como
se han descrito anteriormente, muestran una fuerte activi-
dad herbicida sobre varias clases de malezas; no obstante,
una de sus características más notables es su actividad her-
5 bicida sobre más clases de malezas, además de su fuerte ac-
tividad herbicida.

 Además, los compuestos de la presente inven-
ción tienen otras propiedades excelentes como herbicidas,
por ejemplo una larga persistencia, una actividad tanto en
10 tratamiento de antes del brote como en tratamiento de fo-
llaje de malezas, y una selectividad para muchos cultivos,
tales como trigo, rábanos, soja, remolacha, algodón, gui-
santes, tomate, lechuga, trigo y maíz. Los compuestos de
la presente invención son también útiles como herbicidas,
15 naturalmente, para arrozales y cereales, verduras, huertos,
céspedes, pastos, árboles maderables y bosques, y tierras
no cultivadas.

 Los compuestos de la presente invención, en su
aplicación real, pueden usarse tal como son o en cualquier
20 forma de preparación de polvos finos, gránulos, gránulos
finos, polvos humectables y concentrados emulsionables. En
la formulación de estas preparaciones se usan vehículos
sólidos, que incluyen talco, bentonita, arcilla, caolín,
tierra de diatomeas, vermiculita e hidróxido de calcio;
25 y vehículos líquidos que incluyen benceno, alcoholes, ace-
tona, xileno, metilnaftaleno, dioxano y ciclohexanona.

 En su aplicación real, los compuestos de la
presente invención pueden mejorarse y puede asegurarse su
eficacia empleándolos con tensioactivos, tales como los
30 pulverizadores usados en agricultura. También se pueden

1 usar los compuestos de la presente invención en combinación
con productos químicos de uso agrícola, tales como fungici-
das, insecticidas microbianos, insecticidas de tipo del pe-
litre, otros insecticidas y herbicidas, o con fertilizantes.

5 La composición de la presente invención se
ilustra con referencia a los siguientes ejemplos de prepa-
raciones.

Preparación 1

10 25 partes del compuesto (1), 5 partes de un
tensoactivo del tipo de acetilaliléster de polioxietileno,
y 70 partes de talco se mezclaron a fondo conjuntamente por
pulverización, para obtener un polvo humectable.

Preparación 2

15 30 partes del compuesto (2), 20 partes de un
tensoactivo del tipo de glicoléster de polietileno, y 50
partes de ciclohexanona se mezclaron a fondo, para obtener
un concentrado emulsionable.

Preparación 3

20 5 partes del compuesto (15), 40 partes de
bentonita, 50 partes de arcilla y 5 partes de lignosulfona-
to de sodio se mezclaron a fondo entre sí por pulverización,
se amasaron suficientemente con agua, se granularon y se
secaron para obtener gránulos.

Preparación 4

25 3 partes del compuesto (30) y 97 partes de
arcilla se mezclaron a fondo conjuntamente por pulverización
para obtener polvos finos.

Preparación 5

30 5 partes del compuesto (42), 4 partes de lig-
nosulfonato de sodio, 86 partes de arcilla y 5 partes de agua

1 se amasaron a fondo conjuntamente en una mezcladora de cintas y se secaron para obtener gránulos finos.

Preparación 6

5 25 partes del compuesto (60), 5 partes de un tensioactivo del tipo de acetilaliléster de polioxietileno, y 70 partes de talco, se mezclaron a fondo entre sí por pulverización para obtener un polvo humectable.

10 La presente invención se ilustrará con más detalle en los siguientes ejemplos de ensayo, en los que los nombres de los compuestos se representan por los números del compuesto ilustrado anteriormente.

Ejemplo de ensayo 1: Aplicación en antes del brote

15 Unas semillas de Hierba de corral (Echinochloa crusgalli) y de Digitalia (Digitalia sanguinalis), como ejemplos de malezas herbáceas, y unas de rábano, anserina roja (Amaranthus retroflexus), Verdolaga común (Portulaca oleracea) y quenopodio (Chenopodium album), como ejemplos representativos de malezas de hoja ancha, se sembraron individualmente en macetas de unos 10 cm de diámetro. Después de cubrir las semillas con tierra, se aplicaron individualmente compuestos de ensayo, tal como se muestran en la Tabla 1, en tratamiento del suelo. Después, las plantas se desarrollaron en un invernadero, y, 20 días después de la aplicación, se observaron los efectos herbicidas, cuyos resultados se muestran en la Tabla 1.

25 Los efectos herbicidas se valoraron por medio de números comprendidos entre 0 (sin daño) a 5 (plantas muertas). Todos los compuestos de ensayo se usaron en forma de polvo mojable y diluída con agua antes de la

30

1 aplicación.

Tabla 1

5	Comp. No	Canti- dad apli- cada (g/a)	Hier- ba de co- rral	Digita- ria sangui- nalis	Rábano	Anseri- na ro- ja	Verdola- ga co- mún	Queno- podio co- mún	
		80	5	5	0	5	5	5	
	(1)	40	5	5	0	4	4	4	
10		20	4	5	0	3	4	3	

		80	5	5	0	4	4	4	
	(2)	40	5	5	0	4	4	3	
		20	5	5	0	3	3	3	
15	-----								
	(3)	80	4	4	0	4	3	3	

	(4)	160	5	5	0	4	4	4	
		80	5	5	0	3	3	3	
20	-----								
	(5)	160	5	5	0	4	4	3	
		80	5	5	0	3	2	2	

	(6)	60	5	5	0	4	4	4	
25		40	5	5	0	3	3	3	

	(7)	80	5	5	0	3	4	4	

	(8)	160	5	5	0	5	5	5	
30		80	5	5	0	4	4	4	

Tabla 1 (cont.)

1		40	5	5	0	5	5	5
	(36)	20	5	5	0	5	5	5
		10	4	5	0	5	5	4

5		40	5	5	0	5	5	5
	(37)	20	5	5	0	5	5	5
		10	4	5	0	4	4	4

10		40	5	5	0	5	5	5
	(38)	20	5	5	0	5	5	5
		10	5	5	0	4	5	4

15		40	5	5	0	5	5	5
	(39)	20	5	5	0	5	5	5
		10	4	5	0	4	4	4

20		40	5	5	0	5	5	5
	(40)	20	5	4	0	4	4	4

20		40	5	4	0	4	4	4

25		40	5	5	0	5	5	5
	(42)	20	5	5	0	5	5	5
		10	5	5	0	5	5	5

25		40	5	5	0	5	5	5
	(43)	20	5	5	0	5	5	5
		10	5	5	0	5	5	5

30		40	5	5	0	5	5	5
	(44)	40	5	5	0	5	5	5

Tabla 1 (cont.)

1	(44)	20	5	5	0	5	5	5
		10	5	5	0	5	5	5

5	(45)	40	5	5	0	5	5	5
		20	5	5	0	5	5	5
		10	5	5	0	5	5	5

10	(46)	40	5	5	0	5	5	5
		20	5	5	0	4	5	4
		10	5	5	0	4	4	3

15	(47)	40	5	5	0	5	5	5
		20	5	5	0	5	5	5
		10	5	5	0	5	5	5

20	(48)	40	5	5	0	5	5	5
		20	5	5	0	5	5	5
		10	5	5	0	5	5	5

25	(49)	40	5	5	0	5	5	5
		20	5	5	0	5	5	5
		10	5	5	0	5	5	5

30	(51)	40	5	5	0	5	5	5
		20	5	5	0	5	5	5

Tabla 1 (cont.)

1	(51)	10	5	5	0	5	5	5
		40	5	5	0	5	5	5
5	(52)	20	5	5	0	4	5	4
		10	5	5	0	4	4	3
		40	5	5	0	5	5	5
10	(53)	20	4	5	0	4	4	4
		10	4	4	0	4	4	3
		40	5	5	0	5	5	5
15	(54)	20	5	5	0	5	5	5
		10	5	5	0	5	5	5
	(55)	40	5	5	0	4	4	4
	(56)	40	5	5	0	4	4	3
20	(57)	40	5	5	0	5	5	5
		20	5	5	0	4	5	4
	(58)	40	5	5	0	5	5	5
		20	5	5	0	4	4	4
25	(59)	40	5	5	0	5	5	5
		20	5	5	0	4	4	4
30	(60)	80	5	5	0	4	4	3

		<u>Tabla 1</u> (cont.)						
1		40	5	5	0	5	5	5
	(61)	20	5	5	0	5	5	5
		10	5	5	0	5	5	5

5		40	5	5	0	5	5	5
	(62)	20	4	4	0	4	5	4

10	(63)	160	4	5	0	4	4	4

		160	5	5	0	5	5	5
	(64)	80	4	5	0	4	5	4

15		40	5	4	0	4	5	4
	(65)	20	4	4	0	4	4	3

		80	5	5	0	5	4	4
	(66)	40	4	5	0	4	4	4

20		40	5	5	0	4	4	4
	(67)	20	4	5	0	4	4	4

		40	5	5	0	5	5	4
	(68)	20	5	5	0	4	4	4

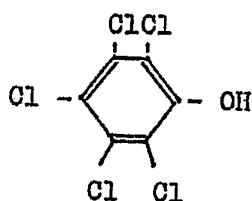
25		40	5	5	0	5	5	4
	(69)	20	5	5	0	4	4	4

30		40	5	5	0	4	5	4
	(70)	20	5	5	0	3	4	4

Tabla 1 (cont.)

1	(71)	40	5	5	0	4	4	4
	(72)	20	5	5	0	5	5	5
5		10	5	5	0	5	5	5
		20	5	5	0	5	5	5
	V	10	4	3	0	2	3	2
		5	2	1	0	0	1	0
10								
	PCP 1)	100	3	4	4	4	4	4
		50	2	2	1	2	2	2

15 Nota: 1) Estructura química



20

Ejemplo de ensayo 2: Aplicación en agua

Unas macetas Wagner de 14 cm de diámetro, rellenos con 1,5 kg de tierra de arrozal, se llevaron al estado de arrozal. Se transplantaron a las macetas unas plantúculas de arroz en la fase de 3 hojas. Después, se sembraron en las macetas semillas de hierba de corral (Echinochloa crusgalli), y se aplicaron a la tierra las cantidades requeridas de compuestos de ensayo, estando la tierra inundada de agua. 25 días después de la aplicación se investigó el grado de actividad herbicida y de fitotoxicidad en las

30

1 plantas antes citadas que se habían transplantado y sembra-
do, y sobre malezas de hoja ancha, por ej. Monochoria via-
ginalis Presl., falso murajes (Linderna pyxidaria) y Den-
taria (Rotala indica Koehue), que habían germinado espontá-
5 neamente. Los compuestos de ensayo se usan en forma de
polvo humectable. Los resultados obtenidos se muestran en
la Tabla 2. Los efectos herbicidas y la fitotoxicidad se
valoraron como sigue por medio de los números 0 a 5.

		<u>Efecto en las plantas</u>	
10		0	Ningún efecto
		1	Afectadas muy ligeramente
		2	Ligeramente afectadas
		3	Moderadamente afectadas
		4	Afectadas considerablemente
15		5	Completamente exterminadas

Tabla 2

20	<u>Compues- to Nº</u>	<u>Canti- dad aplica- da (g/a)</u>	<u>Efectos herbicidas</u>		<u>Fitotoxicidad en arroz</u>
			<u>Hierba de co- rral</u>	<u>Malezas de hoja an- cha</u>	
		40	5	5	0
	(1)	20	5	5	0
		10	5	5	0
25		80	5	5	1
	(2)	40	5	5	0
		20	5	5	0
30	(3)	40	5	5	0

<u>Tabla 2 (cont.)</u>					
1	(3)	20	5	4	0
		10	5	4	0

5		40	5	5	0
	(4)	20	5	5	0
		10	4	4	0

10		80	5	5	0
	(5)	40	5	5	0
		20	5	5	0

15		40	5	5	0
	(6)	20	5	5	0
		10	5	4	0

20		40	5	5	0
	(7)	20	5	5	0
		10	5	4	0

25		40	5	5	0
	(8)	20	5	5	0
		10	5	5	0

30		80	5	5	0
	(14)	40	5	5	0
		20	5	5	0

30	(15)	80	5	5	0
		40	5	5	0

Tabla 2 (cont.)

1	(15)	20	5	4	0
		80	5	5	0
5	(16)	40	5	5	0
		20	4	4	0
		40	5	5	0
10	(30)	20	5	5	0
		10	5	5	0
		40	5	5	0
15	(31)	20	5	5	0
		10	5	5	0
		40	5	5	0
20	(32)	20	5	5	0
		10	5	5	0
		40	5	5	1
25	(33)	20	5	5	0
		10	5	5	0
		40	5	5	0
30	(34)	20	5	5	0
		10	5	5	0
		40	5	5	0
	(35)	20	5	5	0
		10	5	5	0

	<u>Tabla 2 (cont.)</u>				
1		40	5	5	0
	(36)	20	5	5	0
		10	5	5	0
5		40	5	5	0
	(37)	20	5	5	0
		10	5	5	0
10		40	5	5	0
	(38)	20	5	5	0
		10	5	5	0
15		40	5	5	0
	(39)	20	5	5	0
		10	5	5	0
20		40	5	5	0
	(40)	20	5	4	0
25		40	5	5	0
	(41)	20	5	5	0
		20	5	5	1
	(42)	10	5	5	0
30		40	5	5	0
	(43)	20	5	5	0
		10	5	5	0

		<u>Tabla 2 (cont.)</u>			
1		40	5	5	0
	(44)	20	5	5	0
		10	5	5	0

5		40	5	5	0
	(45)	20	5	5	0
		10	4	5	0

10		40	5	5	0
	(46)	20	5	4	0

15		40	5	5	1
	(47)	20	5	5	0
		10	5	5	0

20		40	5	5	0
	(48)	20	5	5	0
		10	5	5	0

25		40	5	5	0
	(49)	20	5	5	0
		10	5	5	0

30		40	5	5	0
	(51)	20	5	5	0

Tabla 2 (cont.)

1	(51)	10	5	5	0
		40	5	5	0
5	(52)	20	5	5	0
		10	5	5	0
		40	5	5	0
10	(53)	20	5	5	0
		10	5	5	0
		40	5	5	0
15	(54)	20	5	5	0
		10	5	5	0
		40	5	5	0
20	(55)	20	5	5	0
		10	5	5	0
		40	5	5	0
25	(56)	20	5	5	0
		40	5	5	1
	(57)	20	5	5	0
		10	5	5	0
		40	5	5	0
30	(58)	20	5	5	0
		10	5	5	0

Tabla 2 (cont.)

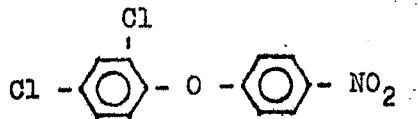
1		40	5	5	0
	(59)	20	5	5	0
		10	5	5	0
5		40	5	5	0
	(60)	20	5	5	0
		10	5	4	0
10		80	5	4	0
	(61)	40	4	4	0
		80	5	4	0
	(62)	40	5	4	0
15		80	3	3	0
	(63)	40	3	3	0
		40	5	5	0
20		20	5	5	0
	(64)	10	5	4	0
		40	5	5	0
	(65)	20	5	5	0
25		10	5	5	0
		40	5	5	0
	(66)	20	5	5	0
		10	5	5	0
30					

	<u>Tabla 2 (cont.)</u>				
1		40	5	5	0
	(67)	20	5	5	0
		10	5	5	0
5	-----				
		40	5	5	0
	(68)	20	5	5	0
		10	5	5	0
10	-----				
		40	5	5	0
	(69)	20	5	5	0
		10	5	5	0
15	-----				
		40	5	5	0
	(70)	20	5	5	0
		10	5	5	0
20	-----				
		40	5	5	0
	(71)	20	5	5	0
		10	5	5	0
25	-----				
		40	5	3	0
	IV	20	4	2	0
		10	2	1	0
30	-----				

Tabla 2 (cont.)

1)	40	5	5	4
Nip (Testigo)	20	5	5	2

5 Nota: 1) Estructura química



10 El método sintético según la presente invención se ilustrará con referencia a los ejemplos siguientes, que son sólo ilustrativos, y no limitativos de la misma.

Ejemplo 1 (compuesto N° 1)

15 13,4 gramos de 0,0-difenilditiofosfato de sodio se disolvieron en 100 ml de acetona, se añadieron a la disolución 7,0 gramos de N-(α -cloroacetil)-2-metilpiperidina, y se sometió todo a reflujo durante una hora con agitación. Después de eliminar la acetona bajo presión

20 reducida, el residuo se disolvió en tolueno, y la disolución se lavó con una disolución acuosa de hidróxido de sodio al 3%, y después con agua. El disolvente se separó después por destilación a vacío y se obtuvieron 16,2 gramos de N-[α -(0,0-difeniltiofosforiltio)acetil]-2-metilpiperidina, en forma de un residuo aceitoso amarillo pálido. In-

25

dice de refracción $n_D^{19,0}$ 1,5990

30

1	Análisis elemental:	Calculado como				Encontrado, %
		C ₂₀	H ₂₄	NO ₃	PS ₂ , %	
	C		56,99		56,63	
5	H		5,74		5,70	
	N		3,32		3,51	
	P		7,35		7,41	

Empleando el mismo procedimiento indicado en el Ejemplo 1, se prepararon los compuestos (2) a (29).

10 Ejemplo 2 (Compuesto nº 30)

31,0 gramos de 0,0-di-2-cloroetilditiofosfato de sodio se disolvieron en 100 ml de acetona, y se añadieron después 17,5 gramos de N- α -cloroacetil-2-metilpiperidina. La disolución así obtenida se sometió a reflujo durante 2 horas con agitación. Después, la acetona se separó bajo presión reducida, se añadió tolueno al residuo, y la disolución en tolueno se lavó sucesivamente con disolución de carbonato de sodio al 5% y con agua. Eliminando el tolueno bajo presión reducida se obtuvieron 36,0 gramos de producto aceitoso amarillo. El aceite bruto se sometió a una cromatografía en columna de gel de sílice, y se obtuvieron 32,0 gramos de N-(α -0,0-di-2-cloroetiltiofosforiltioacetil)-2-metilpiperidina (índice de refracción $n_D^{20,5}$ 1,5500) en forma de un aceite transparente incoloro.

25	Análisis elemental:	Calculado como			
		C ₁₂	H ₂₂	Cl ₂	NO ₃ PS ₂ , %
		36,55	5,62	3,55	7,85
30	Encontrado, %	36,38	5,65	3,81	7,76

1 El compuesto intermedio de ditiofosfato puede obtenerse fácilmente neutralizando un ácido ditiofosfórico preparado haciendo reaccionar el correspondiente haloalcohol con dipentasulfito fosforoso, en presencia o ausencia de un disolvente tal como tolueno o similar.

5 El compuesto intermedio de tiofosfato puede obtenerse fácilmente haciendo reaccionar el alcohol correspondiente con tricloruro de fósforo en un disolvente tal como tetracloruro de carbono y similares, para obtener diéster de fosfito, y saturando este último, en presencia de átomos de azufre, con un amoníaco gaseoso.

10 Usando el mismo procedimiento, se prepararon otros compuestos, (31) a (72).

Compuesto Nº	Const. físicas	Análisis elemental		
		Calc. (%)	Encontrado (%)	
(2)	$n_D^{23,0}$ 1,5680	C	59,25	59,22
		H	5,97	5,91
		N	3,46	3,48
		P	7,64	7,48

(3)	$n_D^{23,0}$ 1,5897	C	57,91	57,60
		H	6,02	6,00
		N	3,22	3,24
		P	7,11	7,15

(4)	$n_D^{22,0}$ 1,5925	C	56,99	57,07
		H	5,74	5,68
		N	3,32	3,71
		P	7,35	7,30

1	Compuesto	Const. físicas	Análisis elemental		
			Calc. (%)	Encontrado (%)	
5	(5)	$n_D^{20,0}$ 1,5963	C	56,99	56,64
			H	5,74	5,60
			N	3,32	3,0
			P	7,35	7,21
10	(6)	$n_D^{20,5}$ 1,6060	C	56,00	56,12
			H	5,44	5,25
			N	3,44	3,68
			P	7,60	7,80
15	(7)	$n_D^{20,5}$ 1,6122	C	54,95	54,97
			H	5,12	5,07
			N	3,56	3,63
			P	7,87	8,00
20	(8)	$n_D^{20,0}$ 1,6010	C	56,99	56,67
			H	5,74	5,67
			N	3,32	3,21
			P	7,35	7,10
25	(9)	$n_D^{23,5}$ 1,6319	C	60,64	60,91
			H	4,87	4,89
			N	3,08	3,20
			P	6,80	6,51

1	Compuesto	Const. físicas	Análisis elemental		
			Calc. (%)	Encontrado (%)	
5	(10)	p.de.f. 77-80°C	C	59,85	59,98
			H	4,57	4,61
			N	3,17	3,00
			P	7,01	7,15
10	(11)	$n_D^{22,5}$ 1,6255	C	60,64	60,60
			H	4,87	4,94
			N	3,08	3,15
			P	6,80	6,52
15	(12)	$n_D^{22,5}$ 1,6032	C	52,80	53,10
			H	4,92	4,97
			N	3,42	3,29
			P	7,56	7,28
20	(13)	$n_D^{20,0}$ 1,5801	C	54,90	55,11
			H	5,53	5,63
			N	3,20	3,27
			P	7,08	6,75
25	(14)	$n_D^{20,0}$ 1,5921	C	48,98	49,03
			H	4,52	4,68
			Cl	14,46	14,12
			N	2,86	2,67
			P	6,31	5,90
30					

1	Compuesto	Const. físicas	Análisis elemental	
			Calc. (%)	Encontrado (%)
	Nº			
5	(15)	$n_D^{20,0}$ 1,6052	C 47,90 H 4,23 Cl 14,88 N 2,94 P 6,50	47,64 4,47 14,97 2,84 6,70
10	(16)	$n_D^{20,0}$ 1,5884	C 58,78 H 6,28 N 3,12 P 6,89	58,48 6,41 2,75 6,70
15	(17)	$n_D^{20,0}$ 1,5893	C 58,78 H 6,28 N 3,12 P 6,89	58,98 6,31 3,10 6,56
20	(18)	$n_D^{21,0}$ 1,5972	C 50,97 H 5,06 Cl 13,68 N 2,70 P 5,97	51,10 5,00 13,48 2,60 5,70
25	(19)	$n_D^{20,0}$ 1,5886	C 58,78 H 6,28 N 3,12 P 6,89	58,89 6,25 3,10 6,76
30				

1	Compuesto	Const. físicas	Análisis elemental		
			Calc. (%)	Encontrado (%)	
	Nº				
5	(20)	$n_D^{20,5}$ 1,5873	C	42,95	43,21
			H	3,60	3,55
			Cl	25,35	25,04
			N	2,50	2,48
			P	5,54	5,51
10	(21)	$n_D^{22,0}$ 1,5965	C	50,97	51,18
			H	5,06	5,15
			Cl	13,68	13,79
			N	2,70	2,68
			P	5,97	5,95
15	(22)	$n_D^{23,0}$ 1,6089	C	41,47	41,61
			H	3,83	3,80
			Br	27,59	27,36
			N	2,42	2,60
			P	5,35	5,31
20	(23)	$n_D^{21,0}$ 1,5590	C	60,13	60,22
			H	6,25	6,23
			N	3,34	3,30
			P	7,38	7,15
			25	(24)	$n_D^{21,0}$ 1,5760
H	5,67	5,61			
N	3,58	3,60			
P	7,91	7,90			
30					

1	Compuesto	Const. físicas	Análisis elemental	
			Calc. (%)	Encontrado (%)
	Nº			
5	(25)	$n_{D}^{22,0}$ 1,5710	C 59,25 H 5,97 N 3,46 P 7,64	59,44 6,05 3,41 7,57
10	(26)	$n_{D}^{21,0}$ 1,6019	C 62,86 H 5,05 N 3,19 P 7,05	63,05 5,13 3,24 6,83
15	(27)	$n_{D}^{22,0}$ 1,5784	C 60,35 H 6,75 N 2,93 P 6,48	60,51 6,74 2,89 6,30
20	(28)	$n_{D}^{22,0}$ 1,5791	C 60,35 H 6,75 N 2,93 P 6,48	60,55 6,83 2,90 6,23
25	(29)	$n_{D}^{20,0}$ 1,5890	C 57,91 H 6,02 N 3,22 P 7,11	58,25 6,00 3,18 7,05
30				

1	Compuesto	Const. físicas	Análisis elemental		
			Calc. (%)	Encontrado (%)	
	Nº				
5	(30)	$n_D^{20,0}$ 1,5500	C	36,55	36,62
			H	5,62	5,63
			Cl	17,98	17,78
			N	3,55	3,62
			P	7,85	7,92
10	(31)	$n_D^{23,5}$ 1,5501	C	36,55	36,61
			H	5,62	5,60
			Cl	17,98	17,75
			N	3,55	3,64
			P	7,85	7,92
15	(32)	$n_D^{23,0}$ 1,5485	C	36,55	36,60
			H	5,62	5,63
			Cl	17,98	17,83
			N	3,55	3,61
			P	7,85	7,94
20	(33)	$n_D^{18,0}$ 1,5178	C	38,24	38,51
			H	5,92	5,88
			Cl	17,36	17,27
			N	3,43	3,40
			P	7,58	7,47
25					
30					

1	Compuesto Nº	Const. físicas	Análisis elemental		
			Calc. (%)	Encontrado (%)	
5	(34)	$n_D^{28,5}$ 1,5536	C	36,55	36,29
			H	5,62	5,51
			Cl	17,98	17,82
			N	3,55	3,37
			P	7,85	7,81
10	(35)	$n_D^{19,0}$ 1,5745	C	38,81	39,19
			H	4,51	4,57
			Cl	17,63	17,43
			N	3,48	3,65
			P	7,70	7,62
15	(36)	$n_D^{21,0}$ 1,5690	C	40,39	40,55
			H	4,84	4,91
			Cl	17,03	17,26
			N	3,37	3,33
			P	7,44	7,36
20	(37)	$n_D^{20,5}$ 1,5643	C	42,26	42,05
			H	4,25	4,22
			Cl	16,63	16,75
			N	3,29	3,30
			P	7,26	7,08
25					
30					

1	Compuesto Nº	Const. físicas	Análisis elemental		
			Calc. (%)	Encontrado (%)	
5	(38)	$n_D^{24,0}$ 1,5973	C	42,06	42,42
			H	4,71	4,81
			Cl	16,55	16,78
			N	3,27	3,20
			P	7,23	7,05
10	(39)	$n_D^{21,0}$ 1,6021	C	40,59	40,82
			H	4,38	4,41
			Cl	17,11	17,39
			N	3,38	3,35
			P	7,47	7,30
15	(40)	$n_D^{29,0}$ 1,5577	C	31,42	31,41
			H	4,75	4,70
			Cl	18,55	18,47
			N	3,66	3,75
			P	8,10	8,19
20	(41)	$n_D^{20,0}$ 1,5648	C	32,79	32,92
			H	4,95	4,91
			Cl	19,36	19,58
			N	3,83	3,85
			P	8,46	8,27

30

1	Compuesto	Const. físicas	Análisis elemental	
			Calc. (%)	Encontrado (%)
	Nº			
5	(42)	$n_D^{20,5}$ 1,5198	C 38,10	38,18
			H 5,86	5,55
			Cl 18,75	18,56
			N 3,70	3,78
			P 8,19	8,40
10	(43)	$n_D^{27,5}$ 1,5179	C 38,10	38,22
			H 5,86	5,81
			Cl 18,75	18,56
			N 3,70	3,89
			P 8,19	8,20
15	(44)	$n_D^{27,5}$ 1,5145	C 38,10	38,34
			H 5,86	6,15
			Cl 18,75	18,96
			N 3,70	3,74
20			P 8,19	8,37
25	(45)	$n_D^{27,5}$ 1,5210	C 38,10	38,26
			H 5,86	6,02
			Cl 18,75	18,56
			N 3,70	3,67
			P 8,19	8,32
30	(46)	$n_D^{27,5}$ 1,5362	C 39,80	40,16
			H 6,17	6,36
			Cl 18,08	18,59

1	Compuesto	Const. físicas	Análisis elemental		
			Calc. (%)	Encontrado (%)	
	<u>Nº</u>				
	(46)		N	3,57	3,57
5			P	7,89	7,90

	(47)	$n_D^{18,0}$ 1,5482	C	40,43	40,44
			H	4,70	4,65
10			Cl	18,36	18,27
			N	3,63	3,90
			P	8,02	8,10

	(48)	$n_D^{25,5}$ 1,5670	C	43,70	43,41
15			H	4,89	5,20
			Cl	17,20	17,49
			N	3,40	3,22
			P	7,51	7,80

	(49)	$n_D^{21,0}$ 1,5489	C	36,74	36,54
20			H	5,14	5,05
			Cl	18,07	18,25
			N	3,57	3,51
			P	7,89	8,16

	(50)	$n_D^{21,0}$ 1,5271	C	36,37	36,56
25			H	6,10	6,03
			Cl	17,89	17,76
			N	3,53	3,48
			P	7,81	7,92
30	-----				

1	Compuesto	Const. físicas	Análisis elemental		
			Calc. (%)	Encontrado (%)	
	Nº				
5	(51)	$n_D^{24,0}$ 1,5149	C	36,37	36,58
			H	6,10	6,08
			Cl	17,89	17,91
			N	3,53	3,48
			P	7,81	7,66
10	(52)	$n_D^{21,0}$ 1,5320	C	32,61	32,99
			H	5,47	5,47
			Cl	19,25	19,02
			N	3,80	3,51
			P	8,41	8,80
15	(53)	$n_D^{23,0}$ 1,5216	C	39,62	39,95
			H	6,65	6,77
			Cl	16,71	16,96
			N	3,30	3,25
			P	7,30	7,50
20	(54)	$n_D^{26,5}$ 1,5164	C	38,31	38,24
			H	5,36	5,33
			Cl	18,85	18,59
			N	3,72	3,70
			P	8,23	8,28

1	Compuesto	Const. físicas	Análisis elemental		
			Calc. (%)	Encontrado (%)	
	Nº				
5	(55)	n ^{21,0} _D 1,5457	C	39,81	39,78
			H	6,21	6,32
			Cl	16,79	16,55
			N	3,32	3,40
			P	7,33	7,40

10	(56)	n ^{28,5} _D 1,5557	C	34,74	34,54
			H	5,30	5,21
			Cl	18,65	18,46
			N	3,68	3,47
			P	8,14	8,10

15	(57)	n ^{18,0} _D 1,5230	C	36,27	36,10
			H	5,53	5,59
			Cl	19,47	19,24
			N	3,85	3,75
			P	8,50	8,70

20	(58)	n ^{22,0} _D 1,5428	C	42,01	42,30
			H	5,04	5,30
			Cl	17,72	17,52
			N	3,50	3,40
			P	7,74	7,80

25					
30					

1	Compuesto Nº	Const. físicas	Análisis elemental		
			Calc. (%)	Encontrado (%)	
5	(59)	$n_D^{22,0}$ 1,5471	C	42,01	42,26
			H	5,04	5,08
			Cl	17,72	17,39
			N	3,50	3,60
			P	7,74	7,81
10	(60)	$n_D^{24,5}$ 1,5341	C	43,49	43,25
			H	5,35	5,61
			Cl	17,12	17,25
			N	3,38	3,26
			P	7,48	7,72
15	(61)	$n_D^{24,5}$ 1,5382	C	42,01	42,40
			H	5,04	5,41
			Cl	17,72	17,59
			N	3,50	3,42
			P	7,74	8,00
20	(62)	$n_D^{27,5}$ 1,4961	C	37,90	38,00
			H	6,36	6,62
			Cl	18,65	18,48
			N	3,68	3,51
			P	8,14	8,50

1	Compuesto	Const. físicas	Análisis elemental		
			Calc. (%)	Encontrado (%)	
	Nº				
5	(63)	$n_D^{19,0}$ 1,6016	C	34,91	35,21
			H	3,83	3,54
			Cl	15,85	15,77
			N	6,26	6,45
			P	6,92	7,00
10	(64)	$n_D^{21,0}$ 1,5632	C	41,86	41,72
			H	5,15	5,29
			Cl	16,48	16,36
			N	3,26	3,34
			P	7,20	7,30
15	(65)	$n_D^{20,0}$ 1,5380	C	40,00	39,65
			H	5,75	5,54
			Cl	16,87	16,62
			N	3,33	3,31
			P	7,37	7,50
20	(66)	$n_D^{23,0}$ 1,5413	C	39,81	39,86
			H	6,21	5,93
			Cl	16,79	16,97
			N	3,32	3,28
			P	7,33	7,50

30

1	Compuesto	Const. físicas	Análisis elemental	
			Calc. (%)	Encontrado (%)
	Nº			
5	(67)	$n_D^{20,5}$ 1,5419	C 40,00 H 5,75 Cl 16,87 N 3,33 P 7,37	40,02 5,66 16,64 3,43 7,60
10	(68)	$n_D^{20,5}$ 1,5683	C 41,86 H 5,15 Cl 16,48 N 3,26 P 7,20	42,10 5,00 16,26 3,43 7,30
15	(69)	$n_D^{21,0}$ 1,5128	C 41,39 H 6,45 Cl 17,45 N 3,45 P 7,62	41,62 6,57 17,61 3,40 7,50
20	(70)	$n_D^{22,0}$ 1,5402	C 30,85 H 4,75 Br 34,21 N 3,00 P 6,63	31,08 4,83 34,60 3,05 6,46
25				
30				

1	Compuesto Nº	Const. físicas	Análisis elemental		
			Calc. (%)	Encontrado (%)	
5	(71)	n ^{21,0} _D 1,5709	C	29,83	30,14
			H	4,59	4,72
			Br	33,07	33,19
			N	2,90	2,88
			P	6,41	6,72
10	(72)	n ^{27,5} _D 1,5362	C	42,01	42,35
			H	5,04	5,31
			Cl	17,72	17,92
			N	3,50	3,70
			P	7,74	7,13

20

REIVINDICACIONES

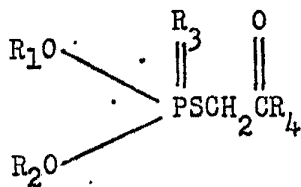
25

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

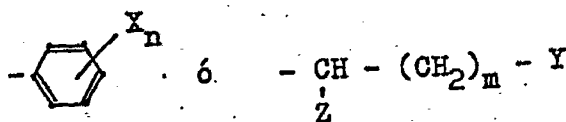
30

1ª.- Un procedimiento para preparar fosforotio
latos de amida de fórmula:

1



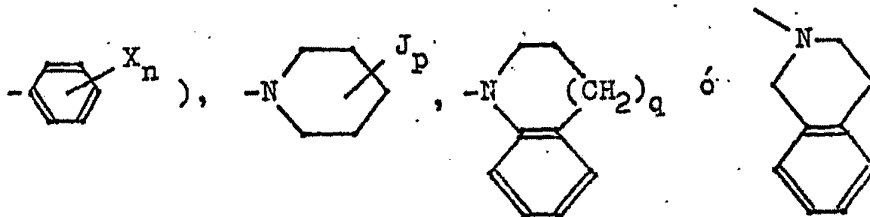
5 en la que R_1 y R_2 son, individualmente, un grupo de fórmula



10

(donde X es un grupo alcoholo inferior o un átomo de halógeno, Y es un átomo de halógeno, Z es un átomo de hidrógeno o un grupo metilo, m es un número entero de 1 a 2, n es un número entero de 0 a 2), R_3 es un átomo de oxígeno o azufre; R_4 es un grupo de fórmula $\text{---} \text{N} \begin{array}{l} \text{A} \\ \text{B} \end{array}$ (salvo que R_1 y R_2 sean individualmente un grupo de fórmula

15

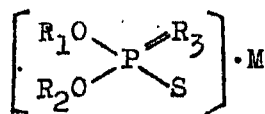


20

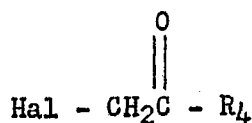
25

(en que A y B son individualmente un alcoholo inferior, alqueno inferior, alquino inferior, bencilo, fenilo, nitro o un grupo fenilo sustituido por alcoholo; J es un grupo alcoholo inferior; p es un número entero de 0 a 2; q es un número entero de 0 a 1), o un grupo pirrolidino, hexametenimino, morfolino o dimetilmorfolino, que comprende hacer reaccionar un compuesto de fórmula

30



5 donde R_1 , R_2 y R_3 son individualmente como se han definido anteriormente y M es un átomo de metal alcalino o un radical amonio, con un compuesto de fórmula



10 donde R_4 es como se ha definido anteriormente, y Hal es un átomo de halógeno.

15 2ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que la reacción se efectúa en presencia de un disolvente seleccionado del grupo que consta de agua, alcoholes y cetonas.

20 3ª.- Un procedimiento según la reivindicación 1ª, en el que la reacción se efectúa a una temperatura de 20°C a 100°C durante de 1 hora a varias horas.

4ª.- UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR FOSFORO
TICLATOS DE AMIDAS.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que

25

30

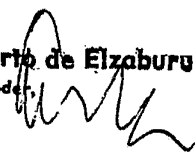
1 antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de cincuenta y ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 22. OCT. 1975

P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder.



5

10

15

20

25

30