

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

⑩ ES	⑪ NUMERO	⑩ A1
	⑫ FECHA DE PRESENTACION	
	460330	

PATENTE DE INVENCION

⑨ PRIORIDADES:	⑬ FECHA	⑭ PAIS
⑩ NUMERO		
P 26 30 054.9	3 de julio de 1976	REPUBLICA FEDERAL ALEMANA

⑮ FECHA DE PUBLICIDAD	⑯ CLASIFICACION INTERNACIONAL	⑰ PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07F/A01N	

⑱ TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DERIVADOS DEL ACIDO 6-OXC-PIRI-MIDINIL-(TICNO)-(TIOL)-FOSFO(-RICO)-(NICO).

⑲ SOLICITANTE (S)
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

⑲ INVENTOR (ES)
Dr. Fritz Maurer., Dr. Hans-Jochem Riebel., Dr. Rolf Schröder., Dr. Ingeborg Hammann., Dr. Wolfgang Behrenz.

⑲ TITULAR (ES)

⑲ REPRESENTANTE
GOMEZ-ACEBO.

20 JUL. 1978

UNE A-4 MOD. 3106

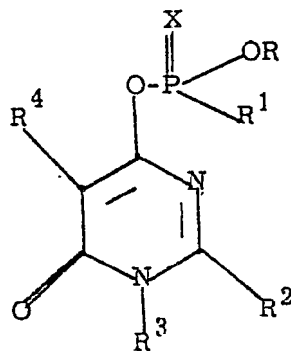
Concedido el Registro de acuerdo
con los datos que figuran en la pre-
sente solicitud según el con-
sultado de la oficina.

UTILICESE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

La presente invención se refiere a nuevos ésteres y amidas-ésteres de ácidos 6-oxo-pirimidinilfosfórico, -tionofosfóricos, -tiolfosfóricos y -tionotiofosfóricos y ésteres de ácidos 6-oxo-pirimidinil-fosfónicos y -tionofosfónicos, a procedimientos para su producción y a su empleo como insecticidas y acaricidas.

Ya es conocido que ésteres O,O-dialquil-O-pirimidinílicos del ácido tionofosfórico, por ejemplo el éster O,O-dietil-O-[2-metiltio- ó 2-isopropil-6-metil-pirimidin(4)ílico] del ácido tionofosfórico, tienen propiedades insecticidas y acaricidas (compárense Patente suiza No. 321.868 y Patente alemana No. 910.652).

Ahora se ha encontrado que los nuevos ésteres y amidas-ésteres de ácidos 6-oxo-pirimidinil-fosfóricos, -tionofosfóricos, -tiolfosfóricos y -tionotiofosfóricos y ésteres de ácidos 6-oxo-pirimidinil-fosfónicos y -tionofosfónicos de fórmula



(I)

en la cual representan

R alquilo,

R¹ alquilo, alcoxi, alquiltio, alquilamino o fenilo,

R² hidrógeno, alquilo, alcoxi, alquiltio o alquilamino,

R³ alquilo o alquenilo,

R⁴ hidrógeno, alquilo o halógeno y

X oxígeno o azufre,

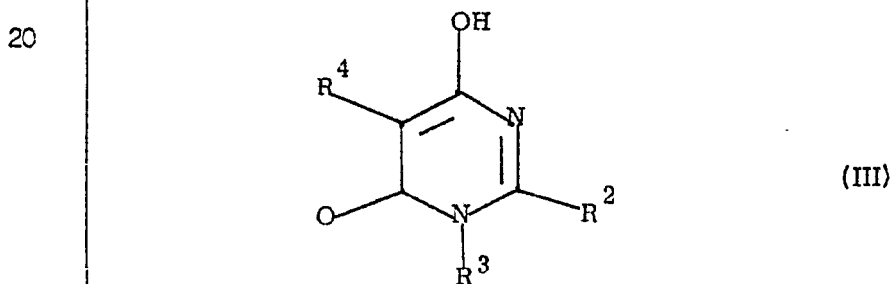
tienen un efecto insecticida y acaricida excelente.

Además se ha encontrado que se obtienen los ésteres y amidas-ésteres de ácidos 6-oxo-pirimidinil-fosfóricos, -tiono-
5 fosfóricos, -tiolfosfóricos y -tionotiofosfóricos y ésteres de ácidos 6-oxo-pirimidinil-fosfónicos y -tionofosfónicos de la fórmula (I), si halogenuros ésteres o halogenuros-amidas-ésteres respectivamente, de los ácidos fosfórico y tiol-, tiono- y tionotiofosfórico, o halogenuros-ésteres de ácidos fosfónicos y tionofosfónicos, respectivamente, de fórmula
10



15 en la cual

R, R¹ y X tienen los significados arriba indicados, y Hal representa halógeno, preferiblemente cloro, se hacen reaccionar con 1,6-dihidro-4-hidroxi-6-oxo-pirimidinas de fórmula



25

en la cual

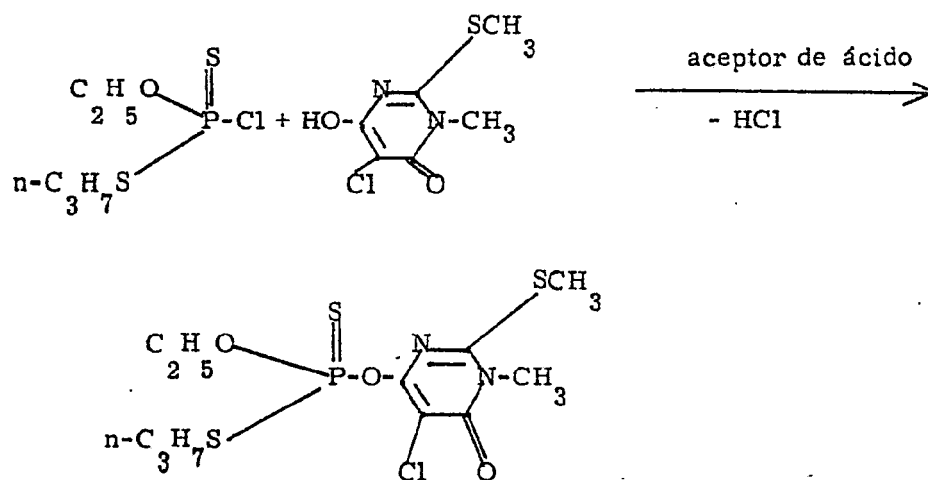
R², R³ y R⁴ tienen los significados arriba indicados, eventualmente en presencia de un aceptor de ácido y eventualmente en presencia de un disolvente.

30

Sorprendentemente los ésteres y amidas-ésteres de

ácidos 6-oxo-pirimidinil-fosfóricos, -tionofosfóricos, -tiol-
fosfóricos y -tionotiofosfóricos y ésteres de ácidos 6-oxo-pi-
rimidinil-fosfónicos y -tionofosfónicos, muestran un efecto in-
secticida y acaricida mejor que los correspondientes ésteres
5 O,O-dialquil-O-pirimidinílicos del ácido tionofosfórico ante-
riormente conocido de constitución análoga y de igual orienta-
ción de actividad. Por consiguiente las sustancias según la
presente invención representan un enriquecimiento real de la
técnica.

10 Si como materiales de partida, a título de ejemplo,
se emplean el cloruro diéster O-etil-S-n-propílico del ácido
tionotiofosfórico y la 5-cloro-1,6-dihidro-4-hidroxi-1-metil-
2-metiltio-6-oxo-pirimidina, el desarrollo de las reacciones
puede ser representado por los siguientes esquemas de fórmulas:



Las sustancias de partida a emplear están definidas
en forma general por las fórmulas (II) y (III). En las mismas,
sin embargo, representan con preferencia:

R alquilo lineal o ramificado con 1 a 4 átomos de carbono;

30 R¹ alquilo lineal o ramificado con 1 a 3, alcoxi, alquiltio o

monoalquilamino lineales o ramificados con 1 a 4 átomos de carbono por cadena alquílica, o fenilo;

5 R² hidrógeno, alquilo lineal o ramificado con 1 a 4, alcoxi o alquiltio lineales o ramificados con 1 a 3 átomos de carbono, o dialquilamino con 1 a 3 átomos de carbono por cadena alquílica;

R³ alquilo o alquenilo con hasta 4 átomos de carbono por cadena alquílica, respectivamente alquenílica;

R⁴ hidrógeno, cloro, bromo, metilo o etilo y

10 X azufre.

Los ésteres y amidas-ésteres de ácidos 6-oxo-pirimidinil-fosfóricos, -tionofosfóricos, -tiolfosfóricos y -tione-
15 tiolfosfóricos y ésteres de ácidos 6-oxo-pirimidinil-fosfónicos y -tionofosfónicos (II) a emplear como sustancias de partida, son conocidos y pueden ser preparados según procedimientos generalmente usuales descritos en la literatura.

Como ejemplos de los mismos, en detalle sean mencionados:

20 los cloruros diésteres O,O-dimetílico, O,O-dietílico, O,O-d-n-propílico, O,O-di-iso-propílico, O,O-di-n-butílico, O,O-di-iso-butílico, O,O-di-sec-butílico, O-metil-O-etílico, O-metil-O-n-propílico, O-metil-O-iso-propílico, O-metil-O-n-butílico, O-metil-O-iso-butílico, O-metil-O-sec-butílico, O-metil-O-ter-butílico, O-etil-O-n-propílico, O-etil-O-iso-propílico, O-etil-O-n-
25 -butílico, O-etil-O-sec-butílico, O-etil-O-iso-butílico, O-n-propil-O-butílico y O-iso-propil-O-butílico del ácido fosfórico y los correspondientes tiono-análogos; además,
30 los cloruros-diésteres O,S-dimetílico, O,S-dietílico, O,S-di-n-propílico, O,S-di-iso-propílico, O,S-d-n-butílico, O,S-d-iso-butílico, O-etil-S-n-propílico, O-etil-S-iso-propílico, O-etil-

5 -S-n-butílico, O-etil-S-sec-butílico, O-n-propil-S-etílico, O-n-propil-S-etílico, O-n-propil-S-iso-propílico, O-n-butyl-S-n-propílico y O-sec-butyl-S-etílico del ácido tiolfosfórico y los correspondientes tiono-análogos; además, los cloruros-ésteres O-metílico, O-etílico, O-n-propílico, O-isopropílico, O-n-butílico, O-iso-butílico, O-sec-butílico y O-ter-butílico de los ácidos metano-, etano-, n-propano, iso-propano-, n-butano-, iso-butano-, ter-butano-, sec-butano y fenil-fosfónico y los correspondientes tiono-análogos; además,

10 los cloruros-ésteres-amidas O-metil-N-metílico, O-metil-N-etílico, O-metil-N-n-propílico, O-metil-N-iso-propílico, O-etil-N-metílico, O-etil-N-etílico, O-etil-N-n-propílico, O-etil-N-iso-propílico, O-n-propil-N-metílico, O-n-propil-N-etílico, O-n-propil-N-n-propílico, O-n-propil-N-iso-propílico, O-iso-propil-N-metílico, O-isopropil-N-etílico, O-iso-propil-N-n-propílico, O-iso-propil-N-iso-propílico, O-n-butyl-N-metílico, O-n-butyl-N-etílico, O-n-butyl-N-n-propílico, O-n-butyl-N-iso-propílico, O-ter-butyl-N-metílico, O-ter-butyl-N-etílico, O-ter-butyl-N-n-propílico, O-ter-butyl-N-iso-propílico, O-iso-butyl-N-metílico, O-iso-butyl-N-etílico, O-sec-butyl-N-metílico y O-sec-butyl-N-etílico del ácido fosfórico y los correspondientes tiono-análogos.

15

20

25 Las 1,6-dihidro-4-hidroxi-6-oxo-pirimidinas (III) a emplear además como materiales de partida pueden ser preparadas según procedimientos conocidos de la literatura.

Como ejemplos de las mismas, en detalle sean mencionadas:

1-metil-, 1-etil-, 1-n-propil-, 1-iso-propil-, 1-n-butyl-, 1-sec-butyl-, 1-iso-butyl-, 1-ter-butyl-, 1-alil-, 1-buten (2) il e 1-buten(3)il-1,6-dihidro-4-hidroxi-6-oxo-pirimidina, además,

30

1-metil-5-cloro-, 1-metil-5-bromo-, 1-metil-5-metil-, 1-metil-
5-etil-, 1-etil-5-cloro-, 1-etil-5-bromo-, 1-etil-5-metil-,
1,5-dietil-, 1-n-propil-5-cloro-, 1-n-propil-5-bromo-, 1-n-pro-
pil-5-metil-, 1-propil-5-etil-, 1-iso-propil-5-cloro-, 1-iso-
5 -propil-5-bromo-, 1-iso-propil-5-metil-, 1-iso-propil-5-etil-,
1-n-butil-5-bromo-, 1-n-butil-5-cloro-, 1-n-butil-5-metil-,
1-n-butil-5-etil-, 1-iso-butil-5-cloro-, 1-iso-butil-5-bromo-,
1-iso-butil-5-metil-, 1-iso-butil-5-etil-, 1-sec-butil-5-cloro-,
1-sec-butil-5-bromo-, 1-sec-butil-5-metil-, 1-sec-butil-5-etil-,
10 1-alil-5-bromo-, 1-alil-5-cloro-, 1-alil-5-metil-, 1-alil-5-
-etil-, 1-buten(2)il-5-bromo-, 1-buten(2)il-5-cloro-, 1-buten-
(2)il-5-metil- y 1-buten(2)il-5-etil-1,6-dihidro-4-hidroxi-5-
oxo-pirimidina; además,
1,2-dimetil-, 1-etil-2-metil-, 1-n-propil-2-metil-, 1-iso-pro-
15 pil-2-metil-, 1-n-butil-2-metil-, 1-iso-butil-2-metil-, 1-sec-
-butil-2-metil-, 1-alil-2-metil-, 1-buten(2)il-2-metil-, 1-bu-
-ten(3)il-2-metil-, 1-metil-2-metil-, 1,2-dietil-, 1-n-propil-
2-etil-, 1-iso-propil-2-etil-, 1-n-butil-2-etil-, 1-iso-butil-
2-etil-, 1-sec-butil-2-etil-, 1-alil-2-etil-, 1-buten(2)il-2-
20 etil-, 1-buten(3)il-2-etil-, 1-metil-2-n-propil-, 1-etil-2-n-
propil-, 1,2-di-n-propilo, 1-iso-propil-2-n-propil-, 1-n-butil-
-2-n-propil-, 1-iso-butil-2-n-propil-, 1-sec-butil-2-n-propil-,
1-alil-2-n-propil-, 1-buten(2)il-2-n-propil-, 1-buten(3)il-2-n-
-propil-, 1-metil-2-iso-propil-, 1-etil-2-iso-propil-, 1-n-pro-
25 pil-2-iso-propil-, 1,2-di-iso-propil-, 1-n-butil-2-iso-propil-,
1-iso-butil-2-iso-propil-, 1-sec-butil-2-iso-propil-, 1-alil-2-
-iso-propil-, 1-buten(2)il-2-iso-propil-, 1-buten(3)il-2-iso-
-propil-, 1-metil-2-n-butil-, 1-etil-2-n-butil-, 1-n-propil-2-
-n-butil-, 1-iso-propil-2-n-butil-, 1,2-di-n-butil-, 1-iso-bu-
30 til-2-n-butil-, 1-sec-butil-2-n-butil-, 1-alil-2-n-butil-, 1-bu

ten(2)il-2-n-butyl-, 1-buten(3)il-2-n-butyl-, 1-metil-2-metoxi, 1-etil-2-metoxi, 1-n-propil-2-metoxi-, 1-iso-propil-2-metoxi-, 1-n-butyl-2-metoxi-, 1-iso-butyl-2-metoxi-, 1-sec-butyl-2-metoxi-, 1-alil-2-metoxi-, 1-buten(2)il-2-metoxi-, 1-buten(3)il-2-metoxi, 1-metil-2-etoxi-, 1-etil-2-etoxi, 1-n-propil-2-etoxi-, 1-iso-propil-2-etoxi-, 1-n-butyl-2-etoxi, 1-iso-butyl-2-etoxi-, 1-sec-butyl-2-etoxi-, 1-alil-2-etoxi-, 1-buten(2)il-2-etoxi-, 1-buten(3)il-2-etoxi-, 1-metil-2-n-propoxi-, 1-etil-2-n-propoxi-, 1-n-propil-2-n-propoxi-, 1-iso-propil-2-n-propoxi-, 1-n-butyl-2-n-propoxi-, 1-iso-butyl-2-propoxi-, 1-sec-butyl-2-n-propoxi, 1-alil-2-n-propoxi-, 1-buten(2)il-2-n-propoxi-, 1-buten(3)il-2-n-propoxi-, 1-metil-2-iso-propoxi-, 1-etil-2-iso-propoxi-, 1-n-propil-2-iso-propoxi-, 1-iso-propil-2-iso-propoxi-, 1-n-butyl-2-iso-propoxi-, 1-iso-butyl-2-iso-propoxi-, 1-sec-butyl-2-iso-propoxi-, 1-alil-2-iso-propoxi-, 1-buten(2)il-2-iso-propoxi-, 1-buten(3)il-2-iso-propoxi-, 1-metil-2-metiltio-, 1-etil-2-metiltio-, 1-n-propil-2-metiltio-, 1-iso-propil-2-metiltio-, 1-n-butyl-2-metiltio, 1-iso-butyl-2-metiltio-, 1-sec-butyl-2-metiltio, 1-alil-2-metiltio-, 1-buten(2)il-2-metiltio-, 1-buten(3)il-2-metiltio, 1-metil-2-etiltio-, 1-etil-2-etiltio-, 1-n-propil-2-etiltio-, 1-isopropil-2-etiltio-, 1-n-butyl-2-etiltio-, 1-iso-butyl-2-etiltio-, 1-sec-butyl-2-etiltio-, 1-alil-2-etiltio-, 1-buten(2)il-2-etiltio-, 1-buten(3)il-2-etiltio-, 1-metil-2-n-propiltio-, 1-etil-2-n-propiltio, 1-n-propil-2-n-propiltio-, 1-iso-propil-2-n-propiltio-, 1-n-butyl-2-n-propiltio-, 1-iso-butyl-2-n-propiltio-, 1-sec-butyl-2-n-propiltio-, 1-alil-2-n-propiltio-, 1-buten(2)il-2-n-propiltio-, 1-buten(3)il-2-n-propiltio-, 1-metil-2-iso-propiltio-, 1-etil-2-iso-propiltio-, 1-n-propil-2-iso-propiltio-, 1-iso-propil-2-iso-propiltio-, 1-n-butyl-2-

-iso-propiltio-, 1-iso-butyl-2-isopropiltio-, 1-sec-butyl-2-propiltio-, 1-alil-2-n-propiltio-, 1-buten(2)il-2-isopropiltio-, 1-buten(3)il-2-n-propiltio-, 1-metil-2-dimetilamino-, 1-etil-2-dimetilamino-, 1-n-propil-2-dimetilamino-, 1-iso-propil-2-dimetilamino-, 1-n-butyl-2-dimetilamino-, 1-iso-butyl-2-dimetilamino-, 1-sec-butyl-2-dimetilamino-, 1-alil-2-dimetilamino-, 1-buten(2)il-2-dimetilamino-, 1-buten(3)il-2-dimetilamino-, 1-metil-2-dietilamino-, 1-etil-2-dietilamino-1-n-propil-2-dietilamino-, 1-iso-propil-2-dietilamino-, 1-n-butyl-2-dietilamino-, 1-iso-butyl-2-dietilamino-, 1-sec-butyl-2-dietilamino-, 1-alil-2-dietilamino-, y 1-buten(2)il-2-dietilamino-, ó 1-buten(3)il-2-dietilamino-, 1,6-dihidroxi-4-hidroxi-6-oxo-pirimidina, ademas:

1,2,5-trimetil-, 1,2,5-trietil-, 1-iso-propil-2-metil-5-etil-, 1-isopropil-2-metoxi-5-cloro-, 1-isopropil-2-etoxi-5-cloro-, 1-isopropil-2-propoxi-5-cloro-, 1-isopropil-2-metiltio-5-cloro-, 1-isopropil-2-etiltio-5-cloro-, 1-isopropil-2-n-propiltio-5-cloro-, 1-isopropil-2-dimetilamino-5-cloro-, 1-isopropil-2-isopropiltio-, 5-cloro-1-isopropil-2-dietilamino-5-cloro-, 1-isopropil-2-metoxi-5-bromo-, 1-isopropil-2-n-etoxi-5-bromo-, 1-isopropil-2-n-propoxi-5-bromo-, 1-isopropil-2-metiltio-5-bromo-, 1-isopropil-2-etiltio-5-bromo-, 1-isopropil-2-n-propiltio-5-bromo-, 1-isopropil-2-isopropiltio-5-bromo-, 1-iso-propil-2-dimetilamino-5-bromo-, 1-isopropil-2-dietilamino-5-bromo-, 1-isopropil-2-metoxi-5-metil-, 1-isopropil-2-etoxi-5-metil-, 1-isopropil-2-n-propoxi-5-metil-, 1-isopropil-2-etiltio-5-metilo-, 1-isopropil-2-metiltio-5-metil-, 1-isopropil-2-n-propiltio-5-metil-, 1-isopropil-2-isopropiltio-5-metil-, 1-isopropil-2-dimetilamino-5-metil-, 1-isopropil-2-dietilamino-5-metil-, 1-isopropil-2-metoxi-5-etil-, 1-isopropil-2-etoxi-5-etil-,

1-isopropil-2-n-propoxi-5-etil-, 1-isopropil-2-metiltio-5-etil-,
1-isopropil-2-etiltio-5-etil-, 1-isopropil-2-n-propiltio-5-
etil-, 1-isopropil-2-isopropiltio-5-etil-, 1-isopropil-2-dime-
tilamino-5-etil-, 1-isopropil-2-dietilamino-5-etil-, 1,5-dietil
5 -2-metil-, 1-etil-2-metoxi-5-cloro-, 1-etil-2-etoxi-5-cloro-,
1-etil-2-n-propoxi-5-cloro-, 1-etil-2-metiltio-5-cloro-, 1-etil-
2-etiltio-, 5-cloro-, 1-etil-2-n-propiltio-5-cloro-, 1-etil-2-
-iso-propiltio-5-cloro-, 1-etil-2-dimetilamino-5-cloro-, 1-etil-
2-dietilamino-5-cloro-, 1-etil-2-metil-5-bromo-, 1-etil-2-me-
10 -toxi-5-bromo-, 1-etil-2-etoxi-5-bromo-, 1-etil-2-n-propoxi-5-
bromo-, 1-etil-2-metiltio-5-bromo-, 1-etil-2-etiltio-5-bromo-,
1-etil-2-n-propiltio-5-bromo-, 1-etil-2-isopropiltio-5-bromo-,
1-etil-2-dimetilamino-5-bromo-, 1-etil-2-dietilamino-5-bromo-,
1-etil-2,5-dimetil-, 1-etil-2-metoxi-5-metil-, 1-etil-2-etoxi-
15 5-metil-, 1-etil-2-n-propoxi-5-metil-, 1-etil-2-metiltio-5-me-
til-, 1-etil-2-etiltio-5-metil-, 1-etil-2-n-propiltio-5-metil-,
1-etil-2-isopropiltio-5-metil-, 1-etil-2-dimetilamino-5-metil-,
1-etil-2-dietilamino-5-metil-, 1,5-dietil-2-metoxi-, 1,5-dieto-
xi-, 1,5-dietil-2-n-propoxi-, 1,5-dietil-2-metiltio-, 1,5-die-
20 -til-2-etiltio-, 1,5-dietil-2-n-propiltio-, 1,5-dietil-2-iso-
-propiltio-, 1,5-dietil-2-dimetil-amino-, 1,5-dietil-2-dietil-
amino-, 1-n-propil-2-metil-5-etil-, 1-n-propil-2-metoxi-5-clo-
ro-, 1-n-propil-2-etoxi-5-cloro-, 1-n-propil-2-n-propoxi-5-clo-
ro-, 1-n-propil-2-metiltio-5-cloro-, 1-n-propil-2-etiltio-5-
25 cloro-, 1-n-propil-2-n-propiltio-5-cloro-, 1-n-propil-2-isopro-
piltio-5-cloro-, 1-n-propil-2-dimetilamino-5-cloro-, 1-n-pro-
pil-2-dietilamino-5-cloro-, 1-n-propil-2-metoxi-5-bromo-, 1-n-
propil-2-etoxi-5-bromo-, 1-n-propil-2-n-propoxi-5-bromo-, 1-n-
propil-2-metiltio-5-bromo-, 1-n-propil-2-etiltio-5-bromo-, 1-n-
30 -propil-2-n-propiltio-5-bromo-, 1-n-propil-2-isopropiltio-5-

bromo-, 1-n-propil-2-dimetilamino-5-bromo-, 1-n-propil-2-die-
tilamino-5-bromo-, 1-n-propil-2-metoxi-5-metil-, 1-n-propil-2-
etoxi-5-metil-, 1-n-propil-2-n-propoxi-5-metil-, 1-n-propil-2-
-metiltio-5-metil-, 1-n-propil-2-etiltio-5-metil-, 1-n-propil-
5 2-n-propiltio-5-metil-, 1-n-propil-2-iso-propiltio-5-metil-,
1-n-propil-2-dimetilamino-5-metil-, 1-n-propil-2-dietilamino-5-
-metil-, 1-n-propil-2-metoxi-5-etil-, 1-n-propil-2-etoxi-5-
etil-, 1-n-propil-2-n-propoxi-, 5-etil-, 1-n-propil-2-metil-
tio-5-etil-, 1-n-propil-2-etiltio-5-etil-, 1-n-propil-2-iso-
10 -propiltio-5-etil-, 1-n-propil-2-dimetilamino-5-etil-, 1-n-2-
dietilamino-5-etil-, 1-alil-2-metil-5-cloro-, 1-alil-2-metoxi-
5-cloro-, 1-alil-2-etoxi-5-cloro-, 1-alil-2-n-propoxi-5-cloro-,
1-alil-2-metiltio-5-cloro-, 1-alil-2-etiltio-5-cloro-, 1-alil-
2-n-propiltio-5-cloro-, 1-alil-2-isopropiltio-5-cloro-, 1-alil-
15 2-dimetilamino-5-cloro-, 1-alil-2-dietilamino-5-cloro-, 1-alil-
-2-metil-5-bromo-, 1-alil-2-metoxi-5-bromo-, 1-alil-2-etoxi-5-
bromo-, 1-alil-2-n-propoxi-5-bromo-, 1-alil-2-metiltio-5-bro-
mo-, 1-alil-2-etiltio-5-bromo-, 1-alil-2-n-propiltio-5-bromo-,
1-alil-2-isopropiltio-5-bromo-, 1-alil-2-dimetilamino-5-bromo-,
20 1-alil-2-dietilamino-5-bromo-, 1-alil-2,5-dimetil-, 1-alil-2-
metoxi-5-metil-, 1-alil-2-etoxi-5-metil-, 1-alil-2-n-propoxi-5-
-metil-, 1-alil-2-metiltio-5-metil-, 1-alil-2-etiltio-5-metil-,
1-alil-2-n-propiltio-5-metil-, 1-alil-2-isopropiltio-5-metil-,
1-alil-2-dimetilamino-5-metil-, 1-alil-2-dietilamino-5-metil-,
25 1-alil-2-metil-5-etil-, 1-alil-2-metoxi-5-etil-, 1-alil-2-eto-
xi-5-etil-, 1-alil-2-propoxi-5-etil-, 1-alil-2-metiltio-5-etil-,
1-alil-2-etiltio-5-etil-, 1-alil-2-n-propiltio-5-etil-, 1-alil-
2-isopropiltio-5-etil-, 1-alil-2-dimetilamino-5-etil y 1-alil-
2-dietilamino-5-etil-, 1,6-dihidro-4-hidroxi-6-oxo-pirimidina.

30 El procedimiento para la producción de los compues-

tos según la invención es realizado preferiblemente con el empleo concomitante de disolventes y diluyentes apropiados. Como tales entran en consideración prácticamente todos los disolventes orgánicos inertes. A éstos pertenecen particularmente los hidrocarburos alifáticos y aromáticos, eventualmente clorados, tales como benceno, tolueno, xileno, nafta, cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, clorobenceno, los éteres, por ejemplo éter dietílico y éter dibutílico, dioxano; además las cetonas, por ejemplo acetona, metiletilcetona, metilisopropilcetona y metilisobutilcetona, además los nitrilos, tales como acetonitrilo y propionitrilo.

Como aceptores de ácido pueden encontrar empleo todos los usuales agentes ligadores de ácido. Comprobaron ser eficaces particularmente los carbonatos y alcoholatos de álcali, tales como los carbonatos de sodio y de potasio, los metilatos y etilatos de sodio y de potasio, además las aminas alifáticas, aromáticas o heterocíclicas, por ejemplo trietilamina, trimetilamina, dimetilanilina, dimetilbencilamina y piridina.

La temperatura de reacción puede ser variada dentro de márgenes amplios. Por lo general se trabaja entre 10 y 120°C, preferiblemente entre 35 y 60°C.

Se deja desarrollar la reacción generalmente a la presión normal.

Para la realización del procedimiento, se aplican las sustancias de partida preferiblemente en proporción equimolar. Un exceso de uno u otro de los componentes no aporta ninguna ventaja sustancial. Por lo general se reúnen los componentes de reacción en uno de los disolventes indicados y se los agitan durante una o varias horas, en la mayoría de los ca

sos a una temperatura algo elevada, para completar la reacción.

Subsiguientemente se agrega un disolvente orgánico, por ejemplo tolueno, a la mezcla de reacción y se elabora la fase orgánica según métodos usuales, por lavado secado y eliminación del disolvente por destilación.

Los nuevos compuestos se presentan a menudo en forma de aceites que, en la mayoría de los casos, no pueden ser destilados sin descomposición, pero que pueden ser liberados de los últimos componentes volátiles y así purificados por llamada "destilación incipiente", vale decir, por un calentamiento prolongado bajo presión reducida a temperaturas moderadamente elevadas. Para su caracterización sirve el índice de refracción. Algunos compuestos se presentan en forma cristalina con un punto de fusión neto.

Como ya se ha mencionado varias veces, los ésteres y amidas-ésteres de ácidos 6-oxo-pirimidinil-fosfóricos, -tionofosfóricos, -tiolfosfóricos y -tionotiofosfóricos y ésteres de ácidos 6-oxo-pirimidinil-fosfóricos y -tionofosfónicos de acuerdo con la invención se distinguen por una eficacia insecticida y acaricida sobresaliente. Son eficaces contra parásitos de plantas, antihigiénicos y de provisiones y en el sector de la medicina veterinaria contra ectoparásitos. A una baja fitotoxicidad, tienen un buen efecto contra insectos tanto chupadores, como mordedores y contra ácaros.

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

A una buena tolerabilidad por las plantas y a una favorable toxicidad para animales de sangre caliente, las sustan-

5 cias activas se prestan para combatir parásitos animales, particularmente insectos, arácnidos y nematodos que ocurren en la agricultura, en la silvicultura, en el sector de la protección de provisiones y materiales, así como en el sector de la higiene. Son eficaces contra especies normalmente sensibles y resistentes, así como contra todos los estados o estados individuales de desarrollo.

A los parásitos arriba mencionados pertenecen:

- 10 Del orden de los isópodos, por ejemplo *Oniscus asellus*,
Armadillidium vulgare, *Porcellio scaber*.
Del orden de diplópodos, por ejemplo *Blaniulus guttulatus*,
del orden de quilópodos, por ejemplo *Geophilus carpophagus*,
Scutigera spec.
Del orden de Symphyla, por ejemplo *Scutigera immaculata*,
15 Del orden de los tisanuros, por ejemplo *Lepisma saccharina*,
Del orden de Collembola, por ejemplo *Onychiurus armatus*.
Del orden de ortópteros, por ejemplo *Blatta orientalis*, *Periplaneta americana*, *Leucophaea maderae*, *Blattella germanica*,
Acheta domesticus, *Gryllotalpa spp.*, *Lucusta migratoria migratorioides*, *Melanoplus differentialis*, *Schistocerca gregaria*.
20 Del orden de dermápteros, por ejemplo *Forficula auricularia*,
Del orden de los isópteros, por ejemplo *Reticulitermes spp.*
Del orden de Anoplura, por ejemplo *Phylloxera vastatrix*, *Pemphigus spp.*, *Pediculus humanus corporis*, *Haematopinus spp.*,
25 *Linognathus spp.*
Del orden de Mallophaga, por ejemplo *Trichodectes spp*, *Damalinae spp.*
Del orden de los tisanópteros, por ejemplo *Hercinothrips femoralis*, *Thrips tabaci*.
30 Del orden de los heterópteros, por ejemplo *Eurygaster spp*, *Dys-*

dercus intermedius, *Piesma quadrata*, *Cimex lectularius*, *Rhodnius prolixus*, *Triatoma* spp.

Del orden de los homópteros, por ejemplo *Aleurodes brassicae*, *Bemisia tabaci*, *Trialeurodes vaporariorum*, *Aphis gossypii*,

5 *Brevicoryne brassicae*, *Cryptomyzus ribis*, *Doralis fabae*, *Doralis pomi*, *Eriosoma lanigerum*, *Hyalopterus arundinis*, *Macrosiphum avenae*, *Myzus* spp., *Phorodon humuli*, *Rhopalosiphum padi*, *Empoasca* spp., *Euscelis bilobatus*, *Nephotettis xincticeps*,

10 *Lecanium corni*, *Saissetia oleae*, *Laodelphax striatellus*, *Nilaparvata lugens*, *Aonidiella aurantii*, *Aspidiotus hederæ*, *Pseudococcus* spp., *Psylla* spp,

Del orden de los lepidópteros, por ejemplo *Pectinophora gossypiella*, *Bupalus piniarius*, *Cheimatobia brumata*, *Lithocolletis blancardella*, *Hyponomeuta padella*, *Plutella maculipennis*, *Malacosoma neustria*, *Euproctis chrysorrhoea*, *Lymantria* spp.,

15 *Bucculatrix thurberiella*, *Phyllocnistis citrella*, *Agrotis* spp., *Euxoa* spp., *Feltia* spp., *Earias insulana*, *Heliothis* spp., *Laphygma exigua*, *Mamestra brassicae*, *Panolis flammea*, *Prodenia litura*, *Spodoptera* spp., *Trichoplusiani*, *Carpocapsa pomonella*, *Pieris* spp., *Chilo* spp., *Pyrausta nubilalis*, *Ephestia kuehniella*, *Galleria mellonella*, *Cacoecia podana*, *Capus reticulana*, *Choristoneura fumiferana*, *Clysia ambiguella*, *Homona magnanima*, *Tortrix viridana*.

25 Del orden de los coleópteros, por ejemplo *Anobium punctatum*, *Rhizopertha dominica*, *Bruchidius obtectus*, *Acanthoscelides obtectus*, *Hylotrupes bajulis*, *Agelastica alni*, *Leptinotarsa decemlineata*, *Phaedon cochleariae*, *Diabrotica* spp., *Psylliodes Chrysocephala*, *Epilachna varivestis*, *Atomaria* spp., *Oryzaephilus surinamensis*, *Anthonomus* spp., *Sitophilus* spp., *Otiorrhynchus sulcatus*, *Cosmopolites sordidus*, *Ceuthorrhynchus assisimi-*

30

5 lis, *Hypero postica*, *Dermestes* spp., *Trogoderma* spp., *Anthrenus* spp., *Attagenus* spp., *Lyctus* spp., *Meligethes aeneus*, *Ptinus* spp., *Niptus hololeucus*, *Gibbium psylloides*, *Tribolium* spp., *Tenebrio molitor*, *Agriotes* spp., *Conoderus* spp., *Melolontha melolontha*, *Amphimallon solstitialis*, *Costelytra zealandica*.

Del orden de los himenópteros, por ejemplo *Diprion* spp., *Hopllocampa* spp., *Lasius* spp., *Monomorium pharaonis*, *Vespa* spp.
Del orden de los díperos, por ejemplo *Aedes* spp., *Anopheles* spp.,
10 *Culex* spp., *Drosophila melanogaster*, *Musca* spp., *Fannia* spp., *Calliphora erythrocephala*, *Lucilia* spp., *Chrysomya* spp., *Cuterebra* spp., *Gastrophilus* spp., *Hyppobosca* spp., *Stomoxys* spp., *Oestrus* spp., *Hypoderma* spp., *Tabanus* spp., *Tannia* spp., *Bibio hortulanus*, *Oscinella frit*, *Phorbia* spp., *Pegomyia hyocyanmi*,
15 *Ceratitis capitata*, *Dacus oleae*, *Tipula paludosa*.

Del orden de los sifonápteros, por ejemplo *Xenopsylla cheopis*, *Ceratophyllus* spp.

Del orden de los arácnidos, por ejemplo *Scorpio maurus*, *Latrodectus mactans*.

20 Del orden de los ácaros, por ejemplo *Acarus siro*, *Argas* spp., *Ornithodoros* spp., *Dermanyssus gallinae*, *Eriophyes ribis*, *Phyllocoptura oleiovora*, *Boophilus* spp., *Rhipicephalus* spp., *Amblyomma* spp., *Hyalomma* spp., *Ixodes* spp., *Psoroptes* spp., *Chorioptes* spp., *Sarcoptes* spp., *Tarsonemus* spp., *Bryobia praetiosa*,
25 *Panonychus* spp., *Tetranychus* spp.

La aplicación de las sustancias activas según el invento es efectuada en forma de sus formulaciones corrientes en el comercio y/o de las formas de aplicación preparadas de estas formulaciones.

30 El contenido de sustancia activa de las formas de

aplicación preparadas de las formulaciones corrientes en el comercio, puede variar dentro de límites amplios. La concentración de la sustancia activa de las formas de aplicación puede estar entre 0,0000001 y 100 % en peso de sustancia activa, preferiblemente entre 0,01 y 10 % en peso.

La aplicación procede en una forma usual adaptada a las formas de aplicación.

En la aplicación contra parásitos antihigiénicos y de provisiones, las sustancias activas se distinguen por un sobresaliente efecto residual sobre madera y arcilla, así como por una buena resistencia a álcalis sobre bases encaladas.

Las sustancias activas pueden ser elaboradas, en las formulaciones usuales, tales como soluciones, emulsiones, polvos arrojables, suspensiones, polvos, preparados de espolvorear, espumas, pastas, polvos solubles, granulados, aerosoles, concentrados de suspensión-emulsión, polvos desinfectantes de semilla, sustancias naturales y sintéticas impregnadas con sustancias activas, encapsulaciones finísimas en sustancias poliméricas y en envolturas para semillas; además, en formulaciones para dispositivos de fumigación, tales como cartuchos, latas, espirales y similares de fumigación, así como formulaciones de nebulización en frío y en caliente de volumen ultrabajo.

Estas formulaciones son producidas en forma conocida, por ejemplo por mezclamiento de las sustancias activas con diluyentes, vale decir, disolventes líquidos, gases licuados puestos bajo presión y/o vehículos sólidos, eventualmente con el empleo de agentes tensioactivos, vale decir, emulsivos y/o agentes dispersantes y/o agentes espumantes. En el caso de la utilización del agua como diluyente, pueden emplearse por ejemplo también disolventes orgánicos como disolventes auxiliares.

Entran en consideración esencialmente, como disolventes líquidos: hidrocarburos aromáticos, tales como xileno, tolueno, benceno o alquilnaftalenos; hidrocarburos aromáticos o alifáticos clorados, tales como clorobencenos, cloroetilenos o cloruro de metileno; hidrocarburos alifáticos, tales como ciclohexano, o parafinas por ejemplo fracciones de aceite mineral; alcoholes, tales como butanol o glicol, así como sus ésteres y éteres, cetonas, tales como acetona, metiletilcetona, metilisobutilcetona o ciclohexanona, disolventes fuertemente polares, tales como dimetilformamida y sulfóxido de dimetilo, así como agua; como diluyentes o vehículos gaseosos licuados; líquidos que a la temperatura normal y a la presión normal son gaseosos, por ejemplo gases impelentes de aerosoles, tales como hidrocarburos, halogenados, así como butano, propano, nitrógeno y dióxido de carbono, como vehículos sólidos: minerales naturales molidos, tales como caolines, arcillas, talco, creta, cuarzo, atapulguita, montmorillonita o tierra de diatomeas, y minerales sintéticos molidos, tales como ácido silícico altamente disperso, óxido de aluminio y silicatos; como vehículos sólidos para granulados: piedras naturales quebradas y fraccionadas, tales como calcita, marmol, piedra pómez, sepiolita, dolomita, así como granulados sintéticos de harinas inorgánicas y orgánicas, así como granulados de material orgánico, tales como aserrines, cáscaras de nueces de coco, mazorcas, y tallos de tabaco; como agentes emulsionantes y/o espumantes: emulsivos no ionógenos y aniónicos, tales como ésteres de polioxietileno y ácidos grasos, éteres de polioxietileno y alcoholes grasos, por ejemplo éteres alquilarilpoliglicólicos, sulfonatos de alquilo, sulfatos de alquilo, sulfonatos de arilo, así como hidrolizados de proteínas, como agentes dispersantes: por ejem

plo lignina, lejías de desecho de sulfito y metilcelulosa.

En las formulaciones pueden emplearse agentes adherentes, tales como carboximetilcelulosa, polímeros pulverulentos, granulares o en forma de látices naturales y sintéticos, tales como goma arábiga, alcohol polivinílico, acetato de poli-
5 vinilo.

Pueden emplearse colorantes, tales como pigmentos inorgánicos, por ejemplo óxido de hierro, óxido de titanio, azul de ferrocianuro, y colorantes orgánicos, tales como alizarina, colorantes azoicos de ftalocianina metálica, y micronutrientes, tales como sales de hierro, manganeso, boro, cobre, cobalto, molibdeno y zinc.
10

Por lo general, las formulaciones contienen entre 0,1 y 95 % en peso de sustancia activa, preferiblemente entre 0,5 y 90 %.
15

EJEMPLO A

Ensayo con *Plutella*.

Disolvente: 3 partes en peso de acetona.

Emulgente : 1 parte en peso de éter alquilaril-poliglicólico.
20

Para obtener una preparación adecuada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de la sustancia activa con la cantidad indicada del disolvente y con la cantidad indicada de emulgente y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.
25

La preparación de sustancia activa es rociada sobre hojas de col (*Brassica oleracea*) hasta su mojadura al grado de formación de rocío, y sobre las mismas se colocan orugas del arañuelo de las coles (*Plutella maculipennis*).

Al cabo de los tiempos indicados, se determina la destrucción en %, significando 100 % que fueron matadas todas
30

las orugas, mientras que 0 % significa que no fué matada ninguna oruga.

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

5

T A B L A A
(Ensayo con Plutella)

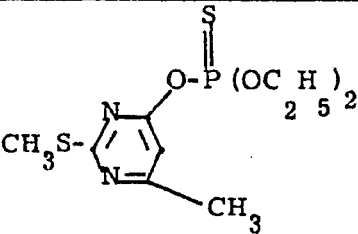
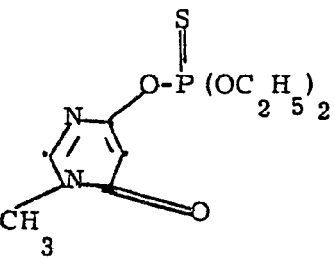
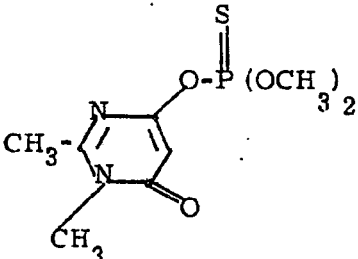
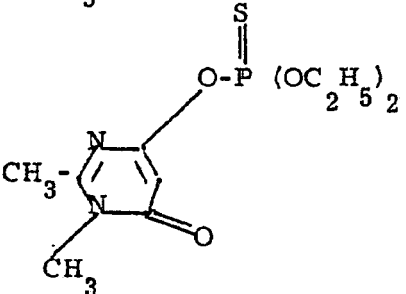
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días.
 <p>(conocido)</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 0</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>

TABLA A (continuación)

(Ensayo con *Plutella*)

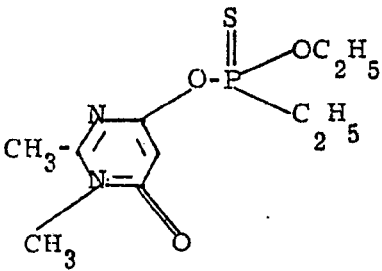
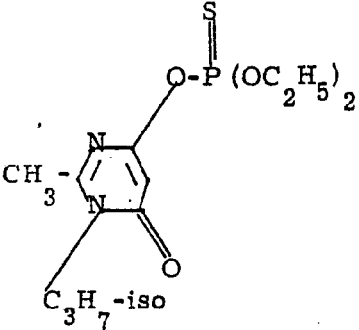
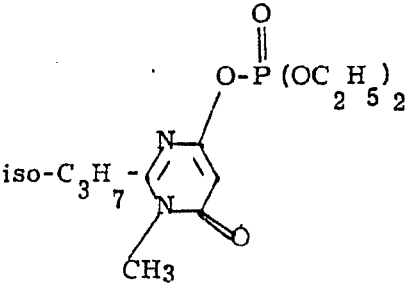
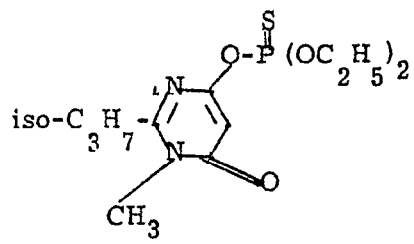
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días.
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>

TABLA A (continuación)

(Ensayo con *Plutella*)

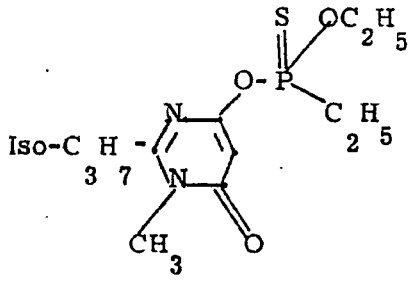
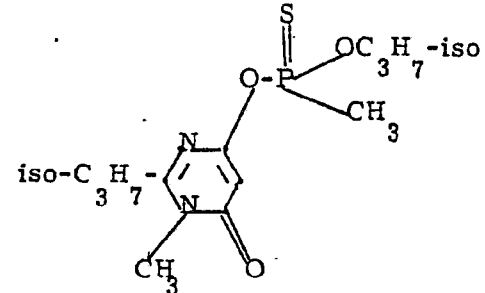
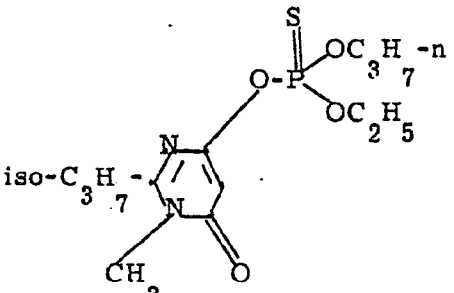
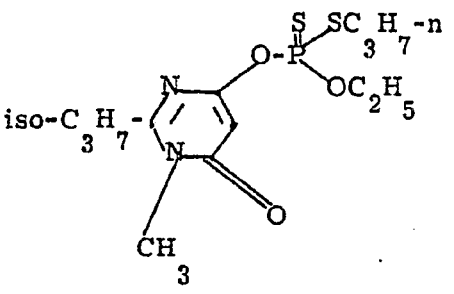
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días
 <p>Iso-C₃H₇- CH₃</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
 <p>iso-C₃H₇- CH₃</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
 <p>iso-C₃H₇- CH₃</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
 <p>iso-C₃H₇- CH₃</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>

TABLA A (continuación)

(Ensayo con *Plutella*)

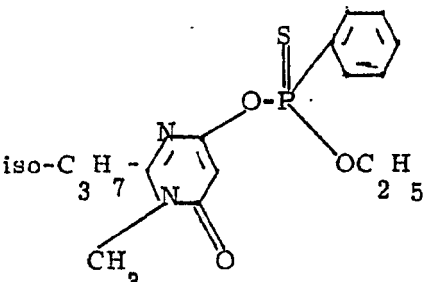
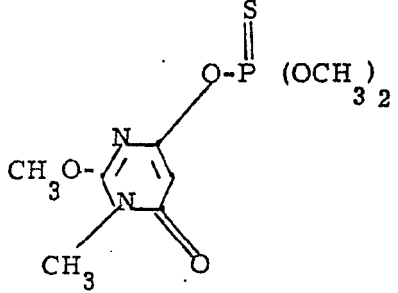
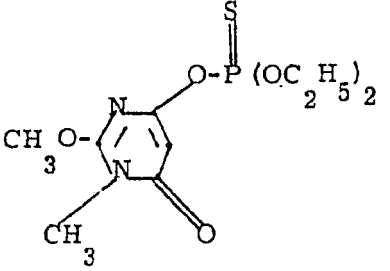
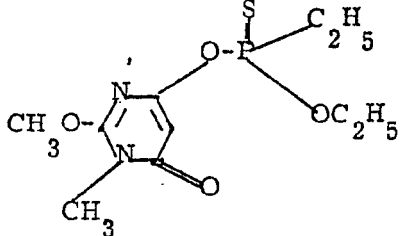
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días
 <p>Chemical structure: A pyridinone ring with a methyl group at position 3, an isopropyl group at position 7, and a phenyl phosphonate group at position 2. The phosphonate group is represented as $\text{O}-\text{P}(=\text{S})(\text{C}_6\text{H}_5)-\text{O}-\text{C}_2\text{H}_5$.</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
 <p>Chemical structure: A pyridinone ring with a methyl group at position 3, a methoxy group at position 3, and a dimethyl phosphonate group at position 2. The phosphonate group is represented as $\text{O}-\text{P}(=\text{S})(\text{OCH}_3)_2$.</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
 <p>Chemical structure: A pyridinone ring with a methyl group at position 3, a methoxy group at position 3, and a diethyl phosphonate group at position 2. The phosphonate group is represented as $\text{O}-\text{P}(=\text{S})(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$.</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
 <p>Chemical structure: A pyridinone ring with a methyl group at position 3, a methoxy group at position 3, and a diethyl phosphonate group at position 2. The phosphonate group is represented as $\text{O}-\text{P}(=\text{S})(\text{C}_2\text{H}_5)_2$.</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>

TABLA A (continuación)

(Ensayo con Plutella)

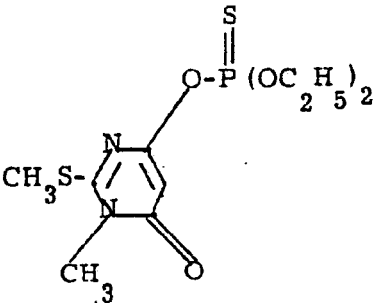
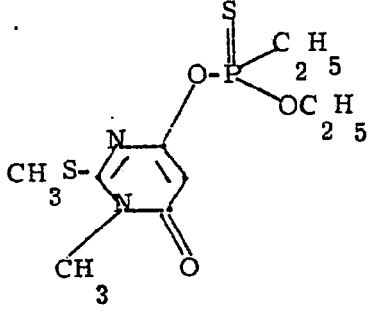
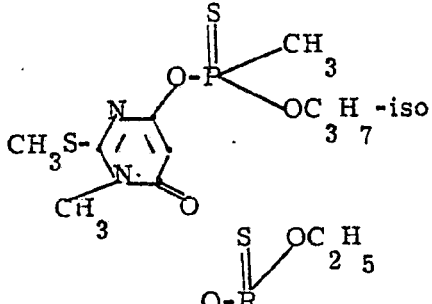
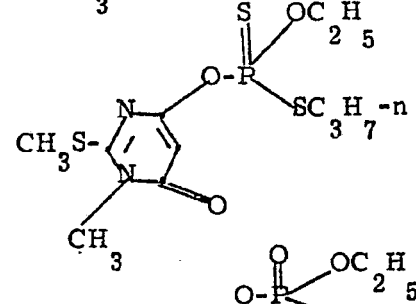
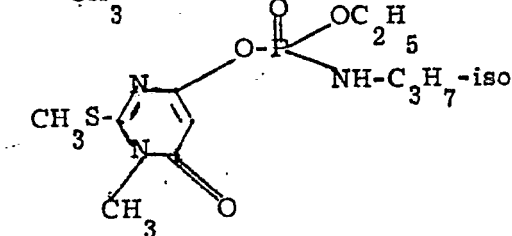
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>

TABLA A (continuación)

(Ensayo con *Plutella*)

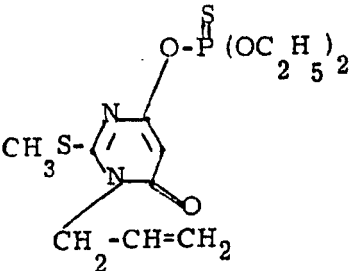
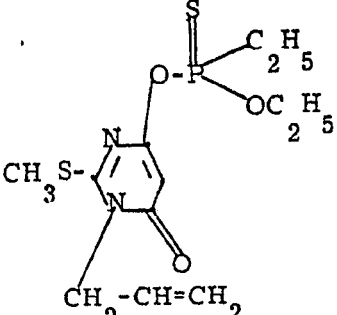
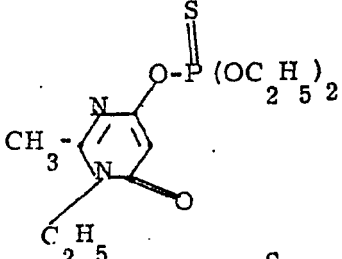
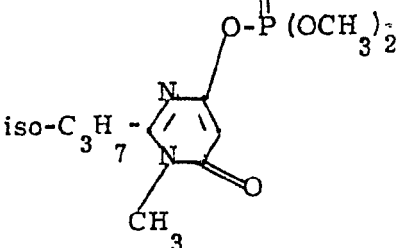
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>

TABLA A (continuación)

(insectos nocivos para plantas)

(Ensayo con Plutella)

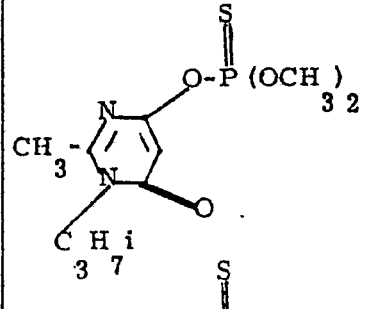
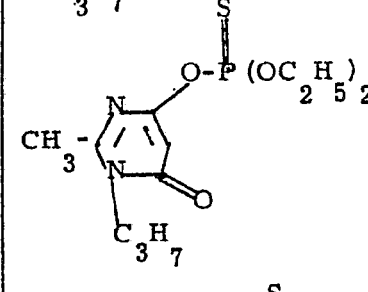
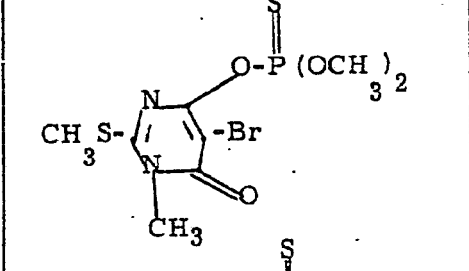
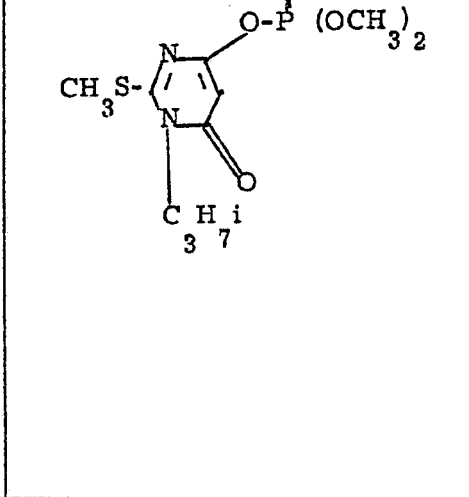
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días.
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>

TABLA A (continuación)

(insectos nocivos para plantas)

(Ensayo con *Plutella*)

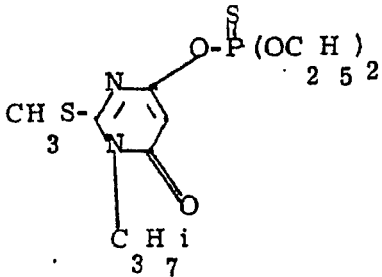
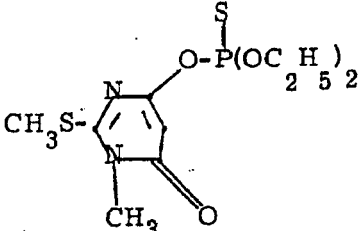
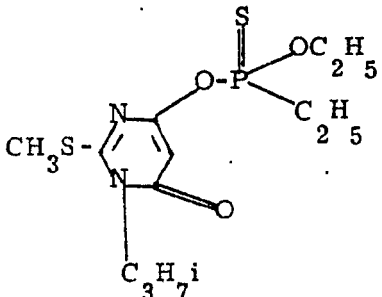
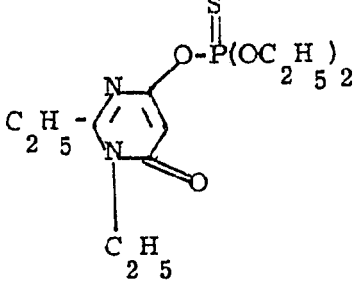
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 90</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>

TABLA A (continuación)

(insectos nocivos para plantas)

(Ensayo con *Plutella*)

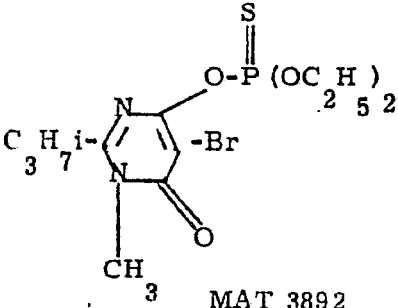
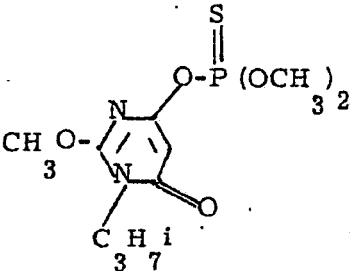
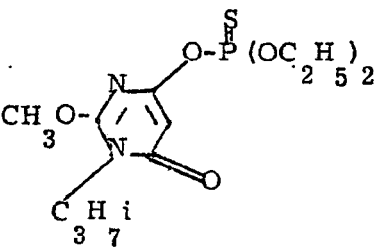
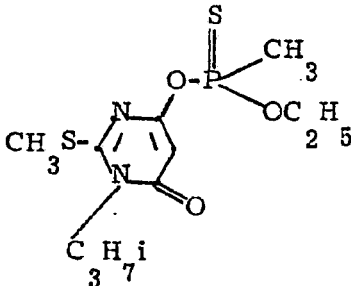
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días
 <p style="text-align: center;">MAT 3892</p>	0,1 0,01	100 100
	0,1 0,01	100 100
	0,1 0,01	100 100
	0,1 0,01	100 100

TABLA A (continuación)
(Insectos nocivos para plantas)
(Ensayo con Plutella)

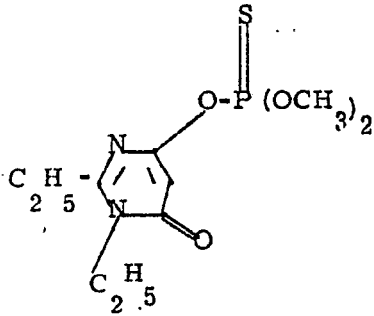
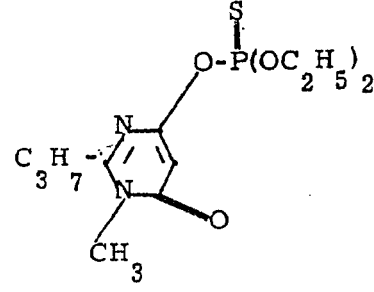
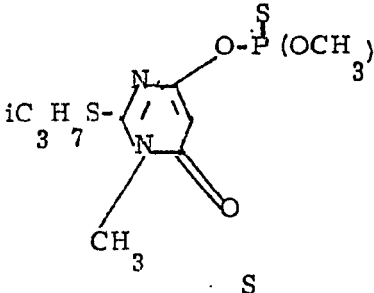
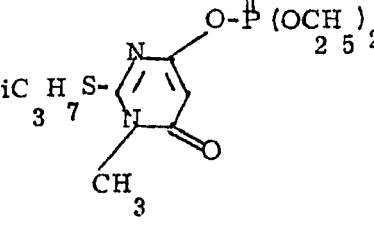
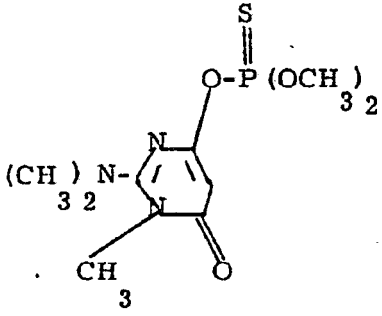
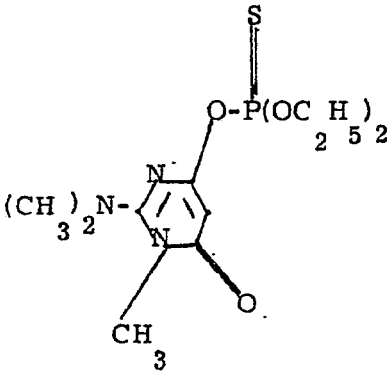
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>

TABLA A (continuación)

(Insectos nocivos para plantas)

(Ensayo con Plutella)

Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción den % al cabo de 3 días.
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>

EJEMPLO B

Ensayo con Tetranychus (resistente).

Disolvente: 3 partes en peso de acetona.

Emulgente : 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 y la cantidad indicada del emulgente y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

10 Con la preparación de sustancia activa, unas plantas de habichuelas (*Phaseolus vulgaris*) fuertemente atacadas por todos los estados de desarrollo del ácaro hilador común o ácaro hilador de habichuelas (*Tetranychus urticae*), son rociadas hasta su grado de mojadura de formación de gotas.

15 Al cabo de los tiempos indicados, la destrucción es determinada en %, significando 100 % que fueron matados todos los ácaros hiladores; 0 % significa que no fueron matados ningunos ácaros.

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

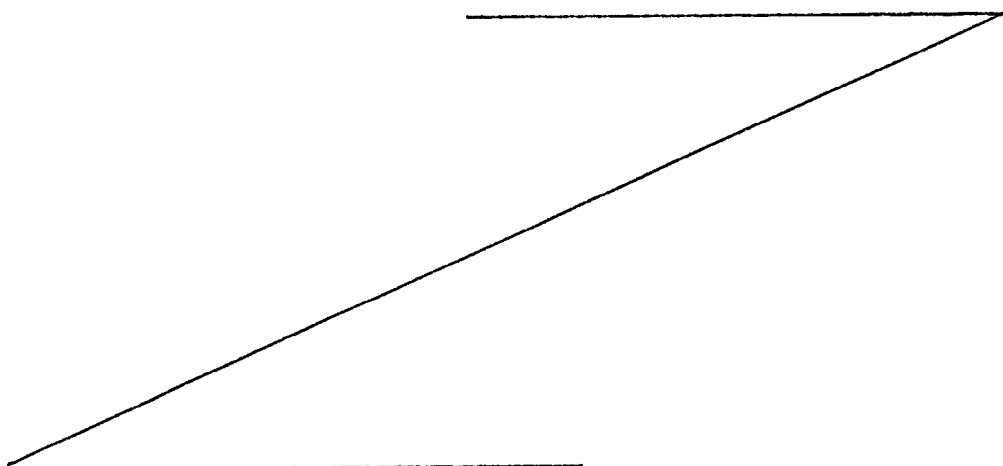


TABLA B

(Ensayo con Tetranychus)

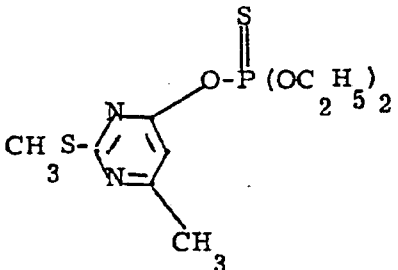
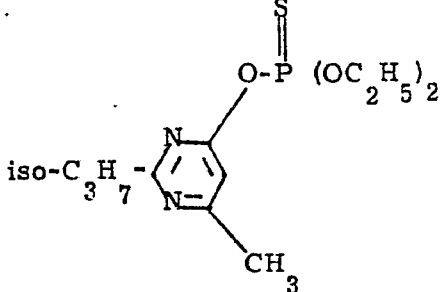
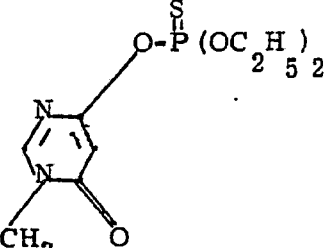
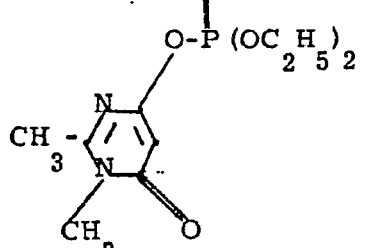
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 2 días
 <p>(conocido)</p>	0,1	0
 <p>(conocido)</p>	0,1 0,01	95 0
	0,1 0,01	100 100
	0,1 0,01	100 100

TABLA B (continuación)

(Ensayo con Tetranychus)

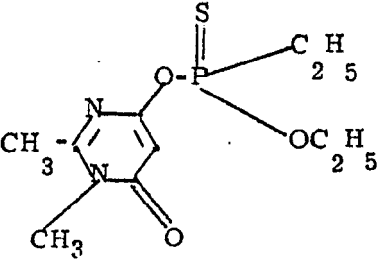
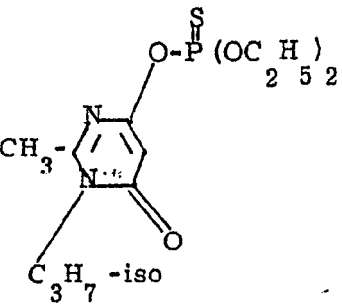
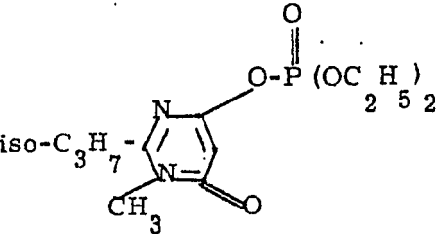
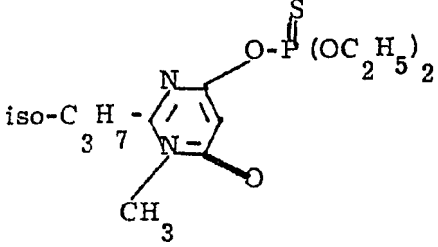
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 2 días
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 90</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>

TABLA B (continuación)

(Ensayo con *Tetranychus*)

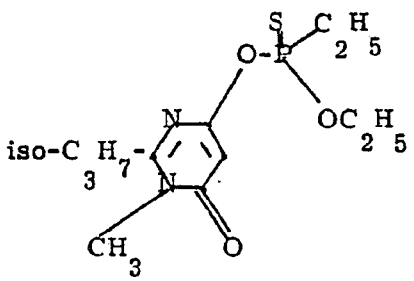
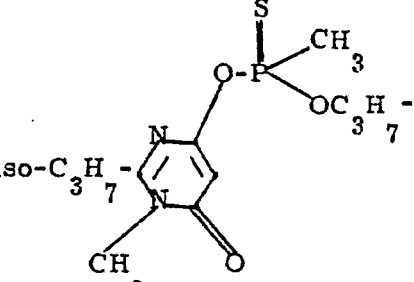
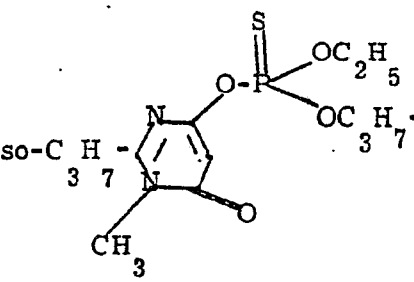
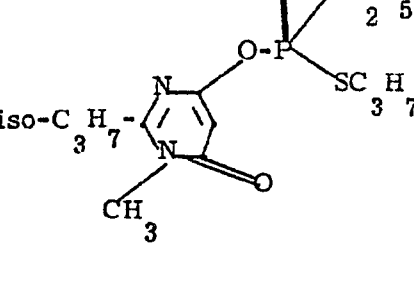
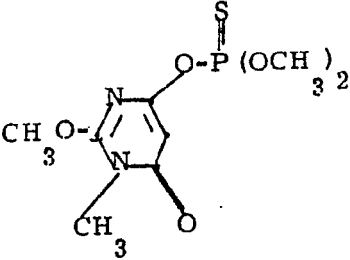
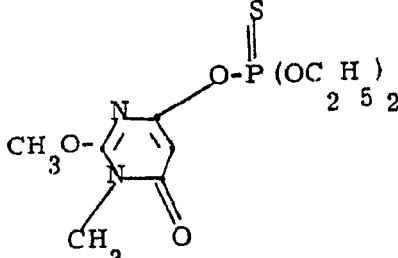
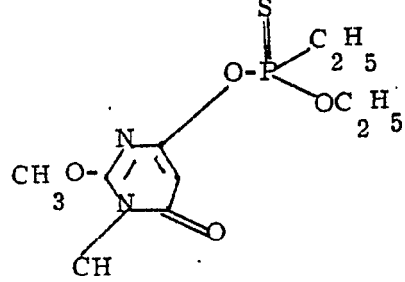
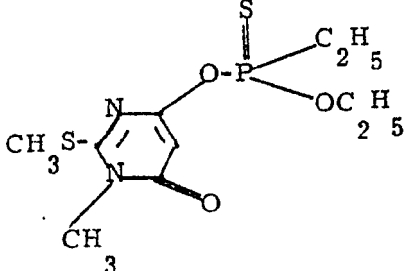
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 2 días
 <p>Chemical structure: A pyridinone ring with a methyl group (CH₃) at position 3 and an isopropyl group (iso-C₃H₇) at position 4. The nitrogen atom is double-bonded to an oxygen atom. A phosphorus atom (P) is bonded to the nitrogen atom via an oxygen atom (O-P). The phosphorus atom is also bonded to a sulfur atom (S), a methyl group (CH₃), and a propyl group (OC₂H₅).</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
 <p>Chemical structure: A pyridinone ring with a methyl group (CH₃) at position 3 and an isopropyl group (iso-C₃H₇) at position 4. The nitrogen atom is double-bonded to an oxygen atom. A phosphorus atom (P) is bonded to the nitrogen atom via an oxygen atom (O-P). The phosphorus atom is also bonded to a sulfur atom (S), a methyl group (CH₃), and an isopropyl group (OC₃H₇-iso).</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
 <p>Chemical structure: A pyridinone ring with a methyl group (CH₃) at position 3 and an isopropyl group (iso-C₃H₇) at position 4. The nitrogen atom is double-bonded to an oxygen atom. A phosphorus atom (P) is bonded to the nitrogen atom via an oxygen atom (O-P). The phosphorus atom is also bonded to a sulfur atom (S), an ethyl group (OC₂H₅), and an n-propyl group (OC₃H₇-n).</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
 <p>Chemical structure: A pyridinone ring with a methyl group (CH₃) at position 3 and an isopropyl group (iso-C₃H₇) at position 4. The nitrogen atom is double-bonded to an oxygen atom. A phosphorus atom (P) is bonded to the nitrogen atom via an oxygen atom (O-P). The phosphorus atom is also bonded to a sulfur atom (S), an ethyl group (OC₂H₅), and an n-propyl group (SC₃H₇-n).</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 95</p>

TABLA B (continuación)

(Ensayo con Tetranychus)

Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 2 días
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>

T A B L A B (continuación)

(Ensayo con Tetranychus)

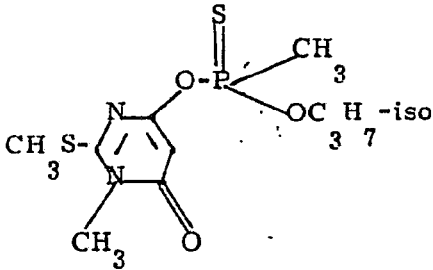
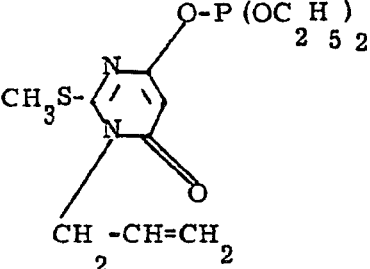
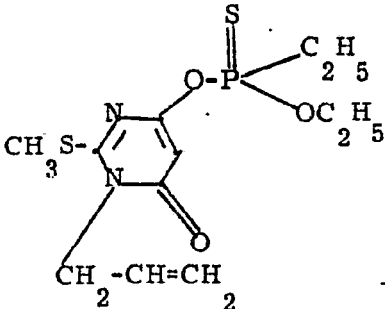
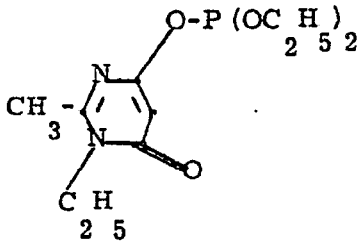
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 2 días
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 99</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 98</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 95</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>

TABLA B (continuación)

(Ensayo con Tetranychus)

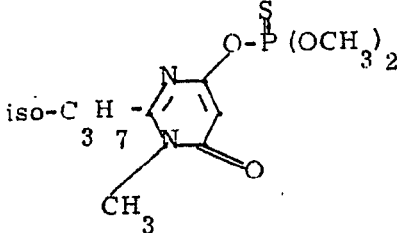
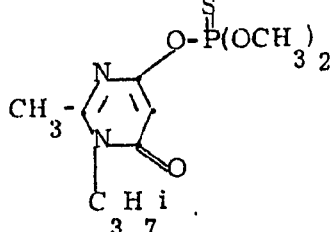
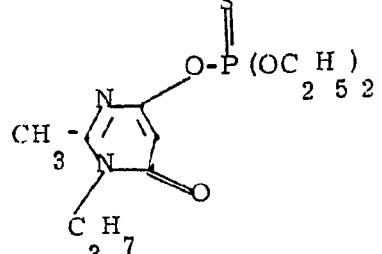
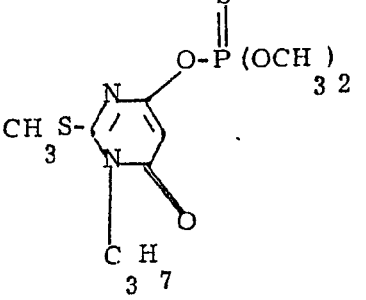
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 2 días
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 99</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 90</p>

TABLA B (continuación)

(Ensayo con Tetranychus)

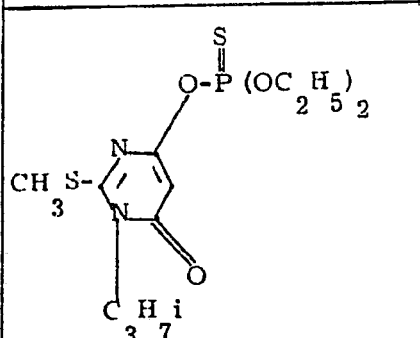
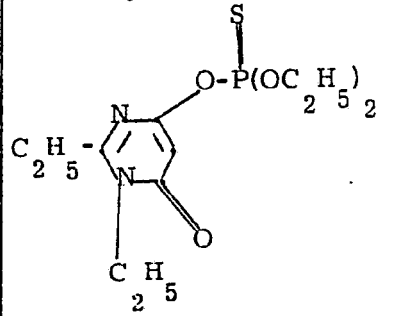
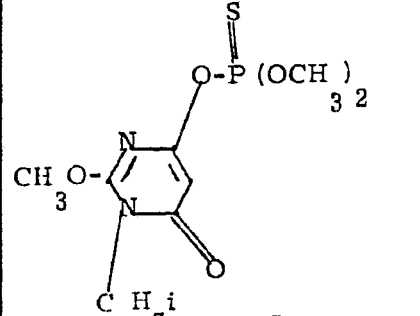
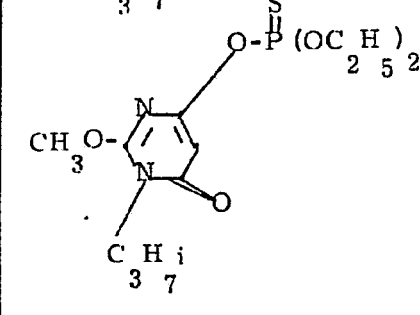
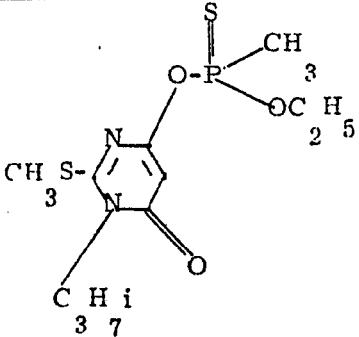
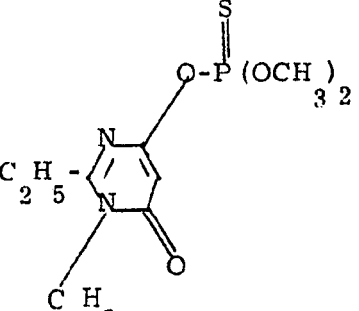
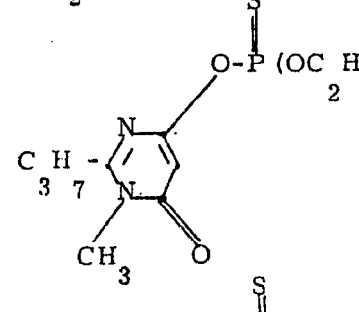
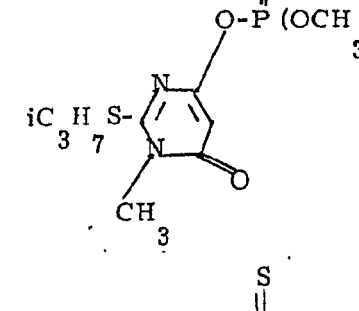
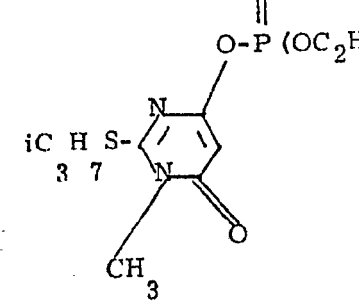
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 2 días
 <p>Chemical structure: A pyridinone ring with a methyl group (CH₃) at position 3, a methyl group (CH₃) at position 7, and a diethyl phosphorothioate group (-O-P(=S)(OC₂H₅)₂) at position 5.</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>98 90</p>
 <p>Chemical structure: A pyridinone ring with a methyl group (CH₃) at position 2, a methyl group (CH₃) at position 5, and a diethyl phosphorothioate group (-O-P(=S)(OC₂H₅)₂) at position 4.</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
 <p>Chemical structure: A pyridinone ring with a methyl group (CH₃) at position 3, a methyl group (CH₃) at position 7, and a dimethyl phosphorothioate group (-O-P(=S)(OCH₃)₂) at position 5.</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
 <p>Chemical structure: A pyridinone ring with a methyl group (CH₃) at position 3, a methyl group (CH₃) at position 7, and a diethyl phosphorothioate group (-O-P(=S)(OC₂H₅)₂) at position 4.</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>

TABLA B (Continuación)
(Ensayo con Tetranychus)

Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 2 días
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 99</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 90</p>

EJEMPLO C

Ensayo con larvas de mosquitos.

Animales de ensayo: larvas de *Aedes aegypti*.

Disolvente: 99 partes en peso de acetona.

5 Emulgente: 1 parte en peso de éter bencilhidroxidifenilpoli-
glicólico.

10 Para obtener una preparación adecuada de sustancia activa, se disuelven 2 partes en peso de la sustancia activa en 1000 partes en volumen del disolvente que contiene el emul-
sivo en la cantidad arriba indicada. La solución así obteni-
da es diluida con agua hasta las concentraciones menores de sea-
das.

15 Se introducen las preparaciones líquidas de sustan-
cia activa en unos vasos y subsiguientemente en cada vaso se
colocan unas 25 larvas de mosquitos.

Al cabo de 24 horas, se determina la destrucción en
%, significando 100 % que fueron matadas todas las larvas,
mientras que 0 % significa que no fué matada ninguna larva.

20 Las sustancias activas, sus concentraciones, los
animales de ensayo y los resultados constan en la siguiente
tabla C:

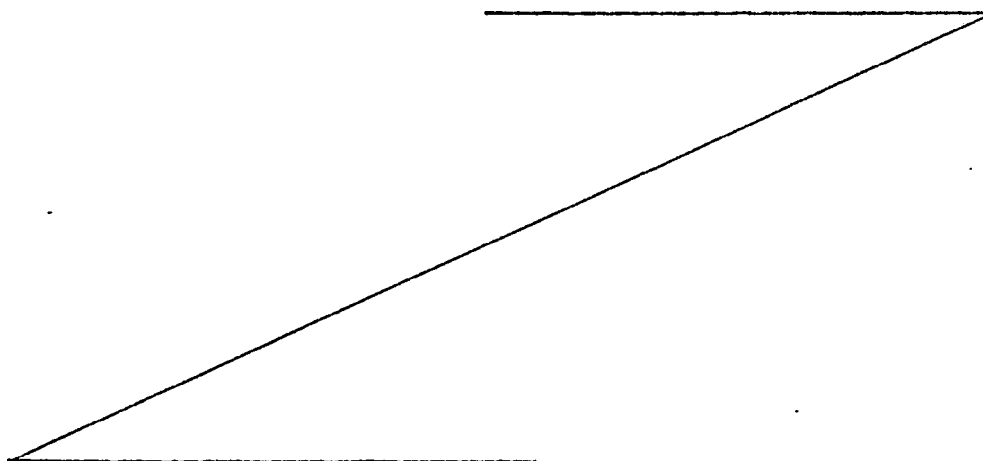


TABLA C

(Ensayo con larvas de mosquitos)

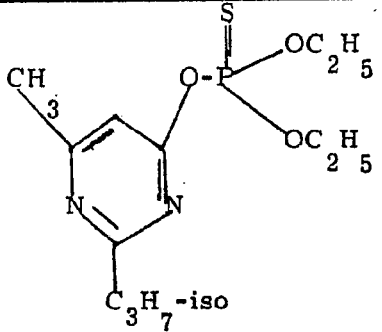
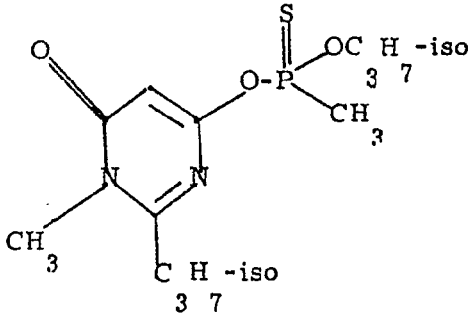
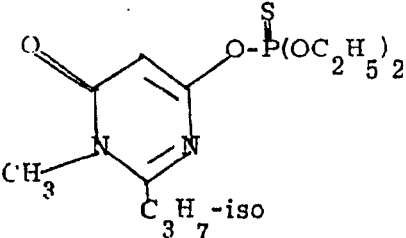
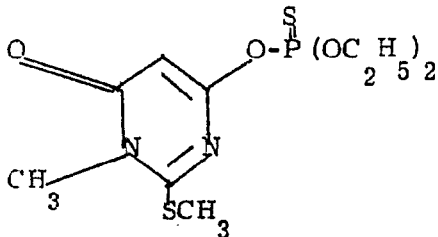
Substancia activa	concentración de la substancia activa en la solución en ppm	grado de destrucción en %
 <p>(conocido)</p>	<p>10 1</p>	<p>100 0</p>
	<p>1</p>	<p>100</p>
	<p>0,1</p>	<p>100</p>
	<p>1</p>	<p>100</p>

TABLA C (continuación)

(Ensayo con larvas de mosquitos)

Substancia activa	concentración de la substancia activa en la solución en ppm.	grado de destrucción en %
	1	100
	1	100
	1	100
	1	100

TABLA C (continuación)

(Ensayo con larvas de mosquitos)

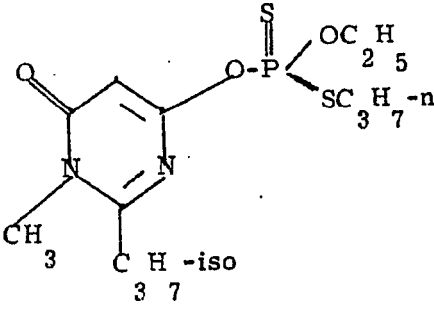
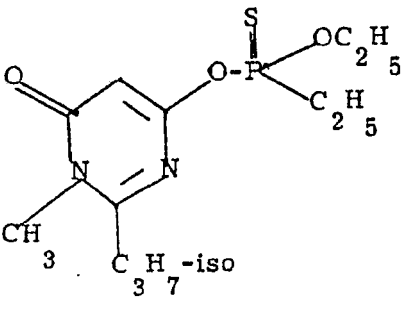
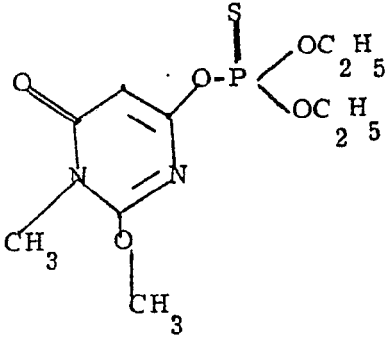
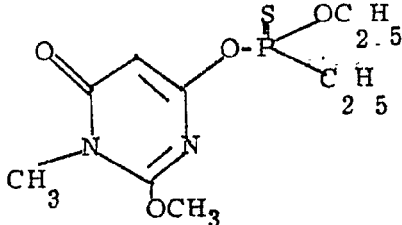
Substancia activa	concentración de la substancia activa en la solución en ppm.	grado de destrucción en %
	1	100
	1	100
	1	100
	1	100

TABLA C (continuación)

(Ensayo con larvas de mosquitos)

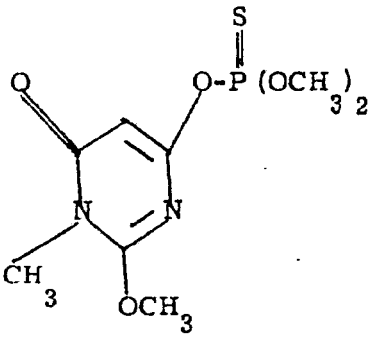
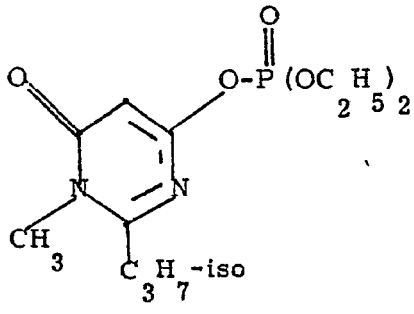
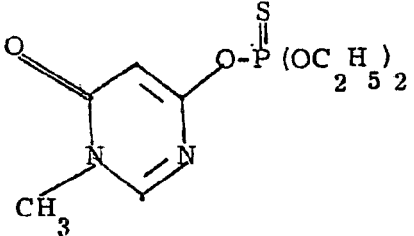
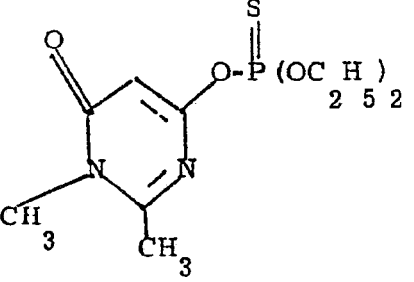
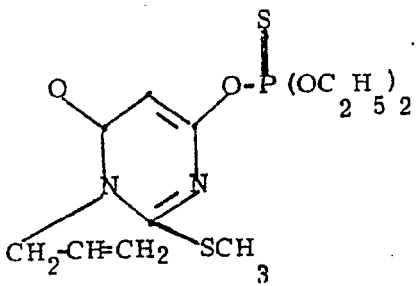
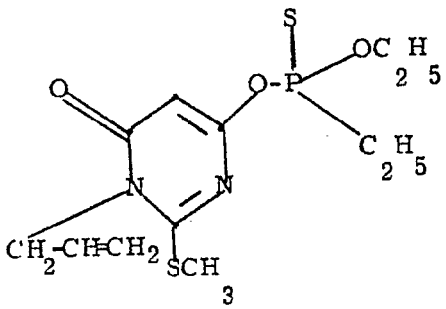
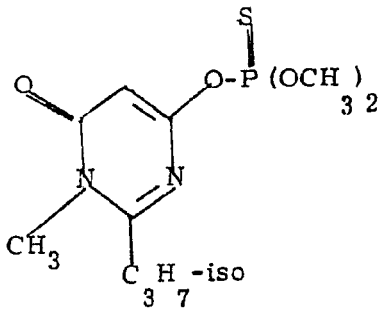
Substancia activa	concentración de la substancia activa en la solución en ppm.	grado de destrucción en %
 <p>Chemical structure of 1-methyl-2-methoxy-4-(dimethylphosphorylthio)pyridin-3(1H)-one. The pyridine ring has a carbonyl group at position 3, a methyl group at position 1, a methoxy group at position 2, and a dimethylphosphorylthio group at position 4. The phosphorus atom is double-bonded to a sulfur atom and single-bonded to two methoxy groups.</p>	1	100
 <p>Chemical structure of 1-methyl-2-isopropyl-4-(diethylphosphoryl)pyridin-3(1H)-one. The pyridine ring has a carbonyl group at position 3, a methyl group at position 1, an isopropyl group at position 2, and a diethylphosphoryl group at position 4. The phosphorus atom is double-bonded to an oxygen atom and single-bonded to two ethyl groups.</p>	1	100
 <p>Chemical structure of 1-methyl-4-(diethylphosphorylthio)pyridin-3(1H)-one. The pyridine ring has a carbonyl group at position 3, a methyl group at position 1, and a diethylphosphorylthio group at position 4. The phosphorus atom is double-bonded to a sulfur atom and single-bonded to two ethyl groups.</p>	1	100
 <p>Chemical structure of 1,2-dimethyl-4-(diethylphosphoryl)pyridin-3(1H)-one. The pyridine ring has a carbonyl group at position 3, methyl groups at positions 1 and 2, and a diethylphosphoryl group at position 4. The phosphorus atom is double-bonded to an oxygen atom and single-bonded to two ethyl groups.</p>	1	100

TABLA C (continuación)
(Ensayo con larvas de mosquitos)

Substancia activa	concentración de la substancia activa en la solución en ppm.	grado de destrucción en %
 <p>Chemical structure of a pyridine derivative. The pyridine ring has a methyl group at position 2, an allyl group (-CH₂-CH=CH₂) at position 3, and a diethylphosphorylthio group (-O-P(OC₂H₅)₂-S-) at position 4.</p>	1	100
 <p>Chemical structure of a pyridine derivative. The pyridine ring has a methyl group at position 2, an allyl group (-CH₂-CH=CH₂) at position 3, and a diethylphosphorylthio group (-O-P(OC₂H₅)₂-S-) at position 4.</p>	1	100
 <p>Chemical structure of a pyridine derivative. The pyridine ring has a methyl group at position 2, an isopropyl group (-C₃H₇-iso) at position 3, and a dimethylphosphorylthio group (-O-P(OCH₃)₂-S-) at position 4.</p>	1	100

EJEMPLO D

Ensayo de concentración límite / efecto sistémico por vía de las raíces I.

Insecto de ensayo: *Myzus persicae*.

5 Disolvente: 3 partes en peso de acetona.

Emulgente: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.

10 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, se agrega la cantidad indicada de emulgente y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

15 La preparación de sustancia activa es mezclada íntimamente con el suelo, siendo prácticamente sin importancia la concentración de la sustancia activa en la preparación; es decisiva solamente la cantidad en peso de sustancia activa por unidad de volumen de suelo, que se indica en ppm (= mg/l). Se carga la tierra tratada en macetas y en éstas se planta col (repollo) (*Brassica oleracea*). Así la sustancia activa puede ser absorbida por las raíces de las plantas del suelo y puede ser transportada a las hojas.

20 Para la comprobación del efecto sistémico por vía de las raíces al cabo de 7 días se colocan los animales de ensayo arriba mencionados exclusivamente sobre las hojas. Al cabo de otros 2 días se procede a la evaluación, contándose o estimándose el número de animales muertos. De la cantidad destruida se deduce el efecto sistémico por vía de las raíces de la sustancia activa. El mismo es de un 100 % si están destruidos todos los animales de ensayo, y de un 0 % si sigue viviendo exactamente igual número de insectos de ensayo que en las plantas testigos que crecen en tierra no tratada.

30

Las sustancias activas, las cantidades de aplicación y los resultados constan en la siguiente tabla D.

T A B L A D

Ensayo de concentración límite / efecto sistémico por vía de las raíces

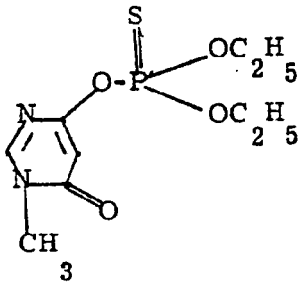
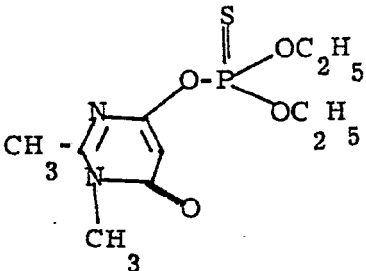
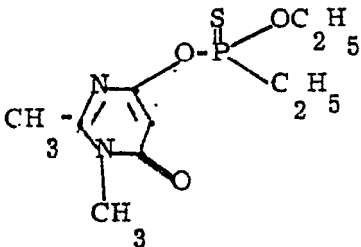
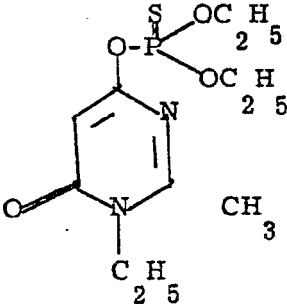
MYZUS PERSICAE

Substancia activa	grado de destrucción en % a una concentración de la substancia activa de 20 ppm.
<p>(conocido)</p>	0
	100
	100
	100

TABLA D (continuación)

Ensayo de concentración límite, efecto sistémico por vía de las raíces.

MYZUS PERSICAE

Substancia activa	grado de destrucción en % a una concentración de la substancia activa de 20 ppm.
 <p>Chemical structure: A pyridinone ring with a phosphate group at the 2-position and a methyl group at the 3-position. The phosphate group is shown as a phosphorus atom double-bonded to a sulfur atom and single-bonded to two ethoxy groups (OC₂H₅) and an oxygen atom attached to the ring. The methyl group is labeled CH₃.</p>	100
 <p>Chemical structure: A pyridinone ring with a phosphate group at the 3-position and methyl groups at the 2 and 4 positions. The phosphate group is shown as a phosphorus atom double-bonded to a sulfur atom and single-bonded to two ethoxy groups (OC₂H₅) and an oxygen atom attached to the ring. The methyl groups are labeled CH₃.</p>	100
 <p>Chemical structure: A pyridinone ring with a phosphate group at the 2-position and methyl groups at the 3 and 4 positions. The phosphate group is shown as a phosphorus atom double-bonded to a sulfur atom and single-bonded to one ethoxy group (OC₂H₅) and one ethyl group (C₂H₅), and an oxygen atom attached to the ring. The methyl groups are labeled CH₃.</p>	100
 <p>Chemical structure: A pyridinone ring with a phosphate group at the 4-position, a methyl group at the 2-position, and an ethyl group at the 3-position. The phosphate group is shown as a phosphorus atom double-bonded to a sulfur atom and single-bonded to two ethoxy groups (OC₂H₅) and an oxygen atom attached to the ring. The methyl group is labeled CH₃ and the ethyl group is labeled C₂H₅.</p>	100

EJEMPLO E

Ensayo de concentración límite / efecto sistémico por vía de las raíces II.

Insecto de ensayo: larvas de *Phaedon cochleariae*.

5 Disolvente: 3 partes en peso de acetona.

Emulgente : 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.

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, se agrega la cantidad indicada de emulgente y se diluye el concentrado con 10 agua hasta la concentración deseada.

La preparación de sustancia activa es mezclada íntimamente con el suelo, siendo prácticamente sin importancia la concentración de la sustancia activa en la preparación; es decisiva solamente la cantidad en peso de sustancia activa por 15 unidad de volumen de suelo, que se indica en ppm (= mg/l). Se carga la tierra tratada en macetas y en éstas se planta col (repollo) (*Brassica oleracea*). Así la sustancia activa puede ser absorbida por las raíces de las plantas desde el suelo y 20 puede ser transportada a las hojas.

Para la comprobación del efecto sistémico por vía de las raíces al cabo de 7 días, se colocan los animales de ensayo arriba mencionados exclusivamente sobre las hojas. Al cabo de otros 2 días se procede a la evaluación, contándose o 25 estimándose el número de animales muertos. De la cantidad destruida se deduce el efecto sistémico por vía de las raíces de la sustancia activa. El mismo es de un 100 % si están destruidos todos los animales de ensayo, y de un 0 % si sigue viviendo exactamente igual número de insectos de ensayo que en las 30 plantas testigos que crecen en tierra no tratada.

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

T A B L A E

Ensayo de concentración límite, efecto sistémico por vía de las raíces.

(Larvas de *Phaedon cochleariae*)

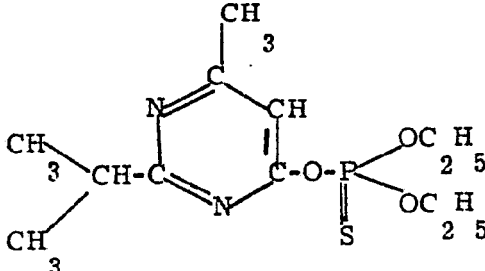
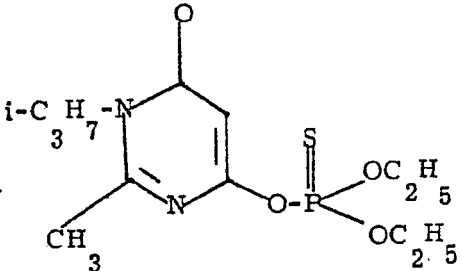
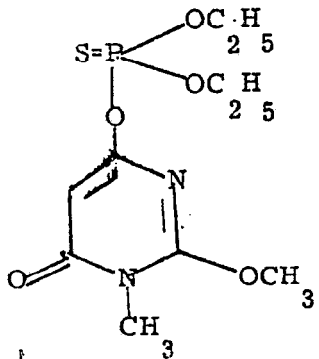
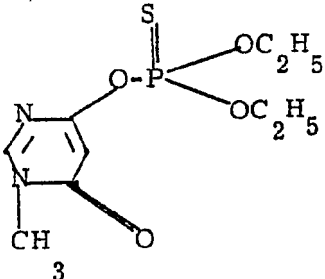
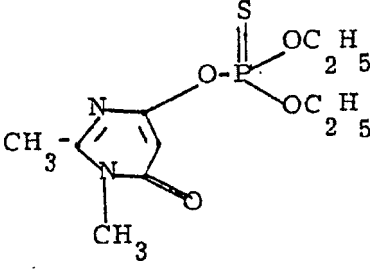
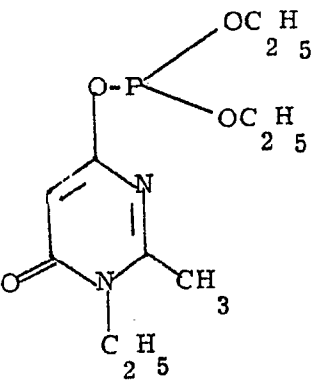
Substancia activa	grado de destrucción en % a una concentración de la substancia activa de 20 ppm.
 <p>(conocido)</p>	0
	100
	100

TABLA E (continuación)

Ensayo de concentración límite, efecto sistémico por vía de las raíces

(Larvas de *Phaedon cohleariae*)

Substancia activa	grado de destrucción en % a una concentración de la substancia activa de 20 ppm.
	100
	100
	100

EJEMPLO F

Ensayo de concentración límite / nematodos.

Nematodo de ensayo: *Meloidogyne incognita*.

Disolvente: 3 partes en peso de acetona.

5 Emulgente: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.

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

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

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

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

TABLA F

Ensayo de concentración límite / nematodos

(Meloidogyne incognita)

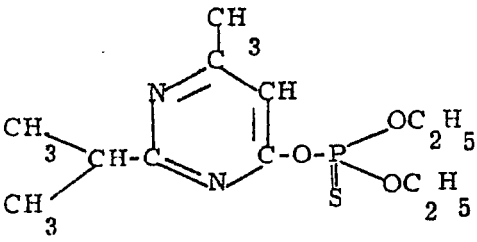
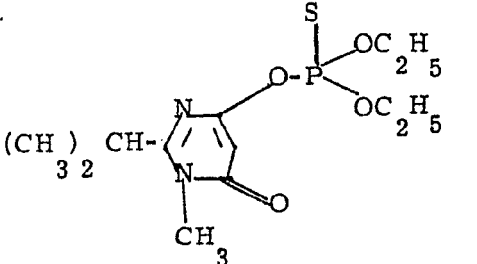
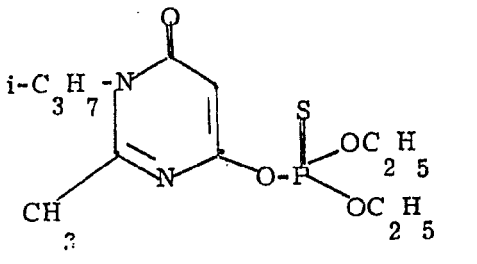
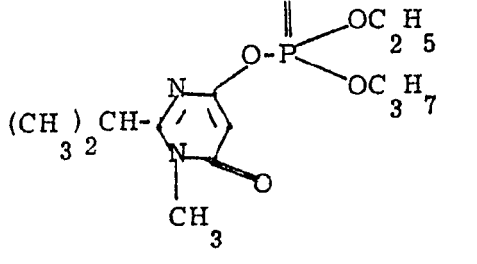
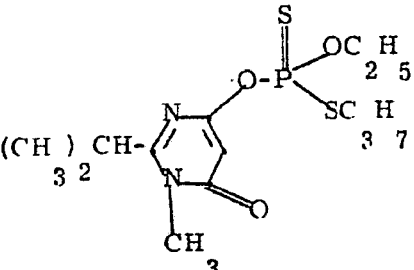
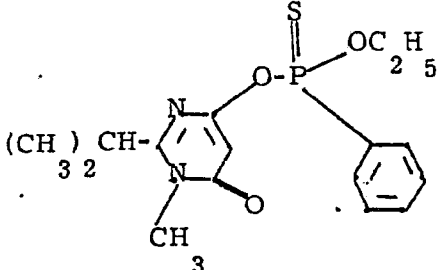
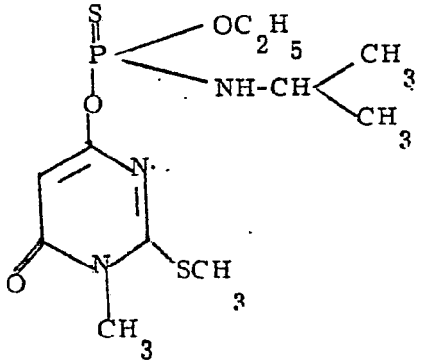
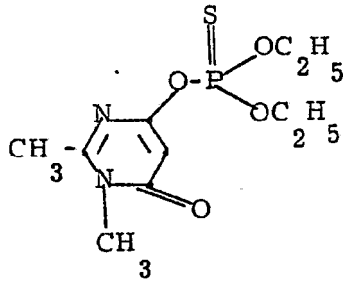
Substancia activa	grado de destrucción en % a una concentración de la substancia activa de 5 ppm
 <p>(conocido)</p>	0
	100
	100
	100

TABLA F (continuación)

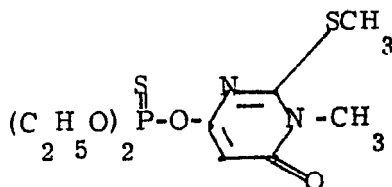
Ensayo de concentración límite / nematodos

(*Meloidogyne incognita*)

Substancia activa	grado de destrucción en % a una concentración de la substancia activa de 5 ppm.
	100
	100
	100
	100

Ejemplo de Preparación

Ejemplo 1:



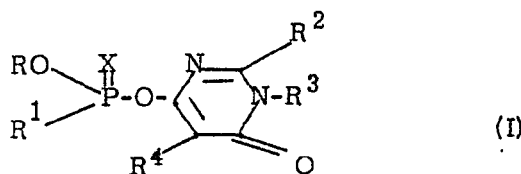
10 Una mezcla de 17,2 g (0,1 mol) de 1,6-dihidro-4-hidroxi-1-metil-2-metiltio-6-oxo-pirimidina, de 20,7 g (0,15 moles) de carbonato de potasio y de 18,8 g (0,1 mol de cloruro diéster 0,0-dietílico del ácido tionofosfórico es agitada durante 12 horas a 45°C. Entonces se vierte la mezcla de reacción en 500 ml de tolueno y se la lava dos veces, cada vez con 300 ml de agua. La solución toluénica es deshidratada con sulfato de sodio y concentrada por evaporación en vacío. Se frota el residuo con éter de petróleo y, después de la recristalización, se recoge el producto por succión. De esta manera se obtienen 11,3 g (35 % de la teoría) del éster 0,0-dietil-0,0-[1,6-dihidro-1-metil-2-metiltio-6-oxo-pirimidin (4)ílico] del ácido tionofosfórico en forma de cristales incoloros de punto de fusión 74°C.



15



20

En forma análoga a la descrita en el ejemplo 1, pueden producirse los siguientes compuestos de fórmula:

25



Ejemplo No	R	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	X	Rendimiento (% de la teoría)	Datos físicos (índice de refracción: punto de fusión °C)
2	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H	S	62	n _D ²⁶ : 1,5253
3	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H	S	73	n _D ²³ : 1,5150
4	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	SCH ₃	CH ₃	H	S	53	94
5	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	SCH ₃	CH ₃	H	S	55	n _D ²¹ : 1,5713
6	C ₂ H ₅		SCH ₃	CH ₃	H	S	65	87
7	C ₂ H ₅	SC ₃ H ₇ -n	SCH ₃	CH ₃	H	S	41	n _D ²² : 1,5684
8	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	CH ₃	C ₃ H ₇ -iso	H	S	50	n _D ²² : 1,5162
9	C ₂ H ₅	OC ₃ H ₇ -n	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H	S	75	n _D ²² : 1,5153
10	C ₂ H ₅	SC ₃ H ₇ -n	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H	S	79	n _D ²² : 1,5457
11	C ₂ H ₅		C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H	S	84	n _D ²² : 1,5740
12	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H	S	90	n _D ²² : 1,5302
13	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	OCH ₃	CH ₃	H	S	37	54
14	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	OCH ₃	CH ₃	H	S	79	n _D ²⁰ : 1,5449
15	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	CH ₃	H	S	61	n _D ²¹ : 1,5459
16	C ₂ H ₅	NH-C ₃ H ₇ -iso	SCH ₃	CH ₃	H	S	6	91
17	C ₂ H ₅	NH-C ₃ H ₇ -iso	SCH ₃	CH ₃	H	O	60	39

Ejemplo No	R	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	X	Rendimiento
2	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H	S	
3	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H	S	
4	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	SCH ₃	CH ₃	H	S	
5	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	SCH ₃	CH ₃	H	S	
6	C ₂ H ₅		SCH ₃	CH ₃	H	S	
7	C ₂ H ₅	SC ₃ H ₇ -n	SCH ₃	CH ₃	H	S	
8	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	CH ₃	C ₃ H ₇ -iso	H	S	
9	C ₂ H ₅	OC ₃ H ₇ -n	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H	S	
10	C ₂ H ₅	SC ₃ H ₇ -n	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H	S	
11	C ₂ H ₅		C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H	S	
12	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H	S	
13	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	OCH ₃	CH ₃	H	S	
14	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	OCH ₃	CH ₃	H	S	
15	CH ₃	OCH ₃	OCH ₃	CH ₃	H	S	
16	C ₂ H ₅	NH-C ₃ H ₇ -iso	SCH ₃	CH ₃	H	S	
17	C ₂ H ₅	NH-C ₃ H ₇ -iso	SCH ₃	CH ₃	H	O	

R ³	R ⁴	X	Rendimiento (% de la teoría)	Datos físicos (índice de refracción: punto de fusión °C)
CH ₃	H	S	62	n _D ²⁶ : 1,5253
CH ₃	H	S	73	n _D ²³ : 1,5150
CH ₃	H	S	53	94
CH ₃	H	S	55	n _D ²¹ : 1,5713
CH ₃	H	S	65	87
CH ₃	H	S	41	n _D ²² : 1,5684
C ₃ H ₇ -iso	H	S	50	n _D ²² : 1,5162
CH ₃	H	S	75	n _D ²² : 1,5153
CH ₃	H	S	79	n _D ²² : 1,5457
CH ₃	H	S	84	n _D ²² : 1,5740
CH ₃	H	S	90	n _D ²² : 1,5302
CH ₃	H	S	37	54
CH ₃	H	S	79	n _D ²⁰ : 1,5449
CH ₃	H	S	61	n _D ²¹ : 1,5459
CH ₃	H	S	6	91
CH ₃	H	O	60	39

Ejemplo No.	R	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	X	Rendimiento (% de la teoría)	Datos físicos (índice de refracción; punto de fusión OC)
18	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H	O	54	n _D ¹⁸ : 1,4882
19	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	H	S	55	42
20	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	H	S	25	84
21	CH ₃	OCH ₃	CH ₃	CH ₃	H	S	30	n _D ²⁰ : 1,5437
22	CH ₃	OCH ₃	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H	S	23	n _D ²² : 1,5322
23	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	H	S	71	n _D ²² : 1,5140
24	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	SCH ₃	-CH ₂ -CH=CH ₂	H	S	62	n _D ²² : 1,5566
25	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	SCH ₃	-CH ₂ -CH=CH ₂	H	S	68	n _D ²² : 1,5721
26	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	SCH ₃	C ₃ H ₇ -iso	H	S	68,2	n _D ²⁴ : 1,5485
27	CH ₃	OCH ₃	SCH ₃	C ₃ H ₇ -iso	H	S	74	n _D ²⁴ : 1,5340
28	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	SCH ₃	C ₃ H ₇ -iso	H	S	67,5	n _D ²⁴ : 1,5486
29	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	SCH ₃	CH ₃	Br	S	51	60
30	CH ₃	OCH ₃	SCH ₃	CH ₃	Br	S	32	76
31	CH ₃	OCH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -iso	H	S	64	41
32	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	SCH ₃	CH ₃	CH ₃	S	63	64
33	CH ₃	OCH ₃	SCH ₃	CH ₃	CH ₃	S	63	62

Ejemplo No.	R	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	X	Re le
18	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H	O	
19	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	H	S	
20	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	CH ₃	H	S	
21	CH ₃	OCH ₃	CH ₃	CH ₃	H	S	
22	CH ₃	OCH ₃	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	H	S	
23	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	CH ₃	C ₂ H ₅	H	S	
24	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	SCH ₃	-CH ₂ -CH=CH ₂	H	S	
25	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	SCH ₃	-CH ₂ -CH=CH ₂	H	S	
26	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	SCH ₃	C ₃ H ₇ -iso	H	S	
27	CH ₃	OCH ₃	SCH ₃	C ₃ H ₇ -iso	H	S	
28	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	SCH ₃	C ₃ H ₇ -iso	H	S	
29	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	SCH ₃	CH ₃	Br	S	
30	CH ₃	OCH ₃	SCH ₃	CH ₃	Br	S	
31	CH ₃	OCH ₃	CH ₃	C ₃ H ₇ -iso	H	S	
32	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	SCH ₃	CH ₃	CH ₃	S	
33	CH ₃	OCH ₃	SCH ₃	CH ₃	CH ₃	S	

R ⁴	X	Rendimiento (% de la teoría)	Datos físicos (índice de refracción; punto de fusión °C)
H	O	54	n _D ¹⁸ : 1,4882
H	S	55	42
H	S	25	84
H	S	30	n _D ²⁰ : 1,5437
H	S	23	n _D ²² : 1,5322
H	S	71	n _D ²² : 1,5140
i ₂ H	S	62	n _D ²² : 1,5566
i ₂ H	S	68	n _D ²² : 1,5721
H	S	68,2	n _D ²⁴ : 1,5485
H	S	74	n _D ²⁴ : 1,5340
H	S	67,5	n _D ²⁴ : 1,5486
Br	S	51	60
Br	S	32	76
H	S	64	41
CH ₃	S	63	64
CH ₃	S	63	62

Ejemplo No.	R	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	X	Rendimiento (% de la teoría)	Datos físicos (índice de refracción; punto de fusión °C)
34	CH ₃	OCH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	S	73	54
35	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	SCH ₃	CH ₃	Cl	S		
36	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	Br	S	45	n _D ²² : 1,5402
37	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	H	S		
38	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	H	S	92	n _D ²⁴ : 1,5216
39	CH ₃	OCH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃	H	S		
40	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	S	76	n _D ²⁸ : 1,5212
41	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	C ₃ H ₇ -n	CH ₃	H	S		
42	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	CH ₃	C ₃ H ₇ -n	H	S	82	n _D ¹⁹ : 1,5215
43	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	N(CH ₃) ₂	CH ₃	H	S		
44	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	N(CH ₃) ₂	CH ₃	H	S		
45	CH ₃	OCH ₃	N(CH ₃) ₂	CH ₃	H	S		
46	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	N(C ₂ H ₅) ₂	CH ₃	H	S		
47	CH ₃	OCH ₃	N(C ₂ H ₅) ₂	CH ₃	H	S		

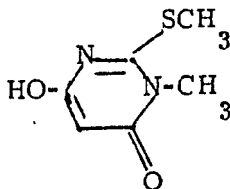
Ejemplo No.	R	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	X	Rendimiento (% de)
34	CH ₃	OCH ₃	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	S	
35	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	SCH ₃	CH ₃	Cl	S	
36	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	C ₃ H ₇ -iso	CH ₃	Br	S	
37	CH ₃	OCH ₃	H	CH ₃	H	S	
38	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	C ₂ H ₅	CH ₃	H	S	
39	CH ₃	OCH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃	H	S	
40	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	S	
41	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	C ₃ H ₇ -n	CH ₃	H	S	
42	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	CH ₃	C ₃ H ₇ -n	H	S	
43	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	N(CH ₃) ₂	CH ₃	H	S	
44	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	N(CH ₃) ₂	CH ₃	H	S	
45	CH ₃	OCH ₃	N(CH ₃) ₂	CH ₃	H	S	
46	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	N(C ₂ H ₅) ₂	CH ₃	H	S	
47	CH ₃	OCH ₃	N(C ₂ H ₅) ₂	CH ₃	H	S	

X	Rendimiento (% de la teoría)	Datos físicos (índice de refracción; punto de fusión °C)
S	73	54
S	45	$n_D^{22} : 1,5402$
S	92	$n_D^{24} : 1,5216$
S	76	$n_D^{28} : 1,5212$
S	82	$n_D^{19} : 1,5215$
S		
S		
S		
S		
S		

Las 1,6-dihidro-4-hidroxi-6-oxo-piridinas a emplear como materiales de partida, pueden ser preparados por ejemplo como sigue:

a)

5



10

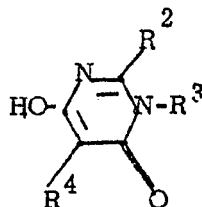
15

20

Una mezcla de 45 g (0,5 moles) de N-metiltiourrea, de 54 g (1 mol) de metilato de sodio, de 200 ml de metanol y de 80 g (0,5 moles) de éster dietílico de ácido malónico, es calentada durante 3 horas a la temperatura de ebullición con reflujo. Entonces a aproximadamente 50°C se instilan 71 g (0,5 moles) de yoduro de metilo y se agita la mezcla todavía durante media hora más a 50°C. La sal separada por cristalización es recogida por succión y entonces es disuelta en 400 ml de agua. Por adición de ácido acético glacial se neutraliza; subsiguientemente se recoge por succión el precipitado y así se obtienen 80 g (93 % de la teoría) de 1,6-dihidro-4-hidroxi-1-metil-2-metiltio-6-oxo-pirimidina en forma de un polvo incoloro de punto de fusión 198°C.

En forma análoga pueden prepararse los siguientes compuestos de fórmula

25

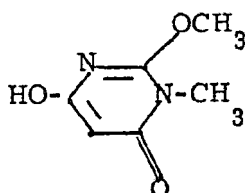


(III)

30

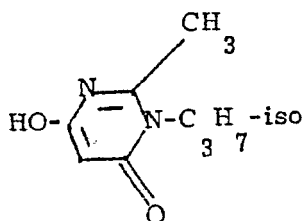
R ²	R ³	R ⁴	rendimiento (% de la teoría)	datos físicos (índice de refracción, punto de fusión °C)
SCH ₃	-CH ₂ -CH=CH ₂	H	51	176
SCH ₃	CH ₃ -iso	H	70	198
SCH ₃	CH ₃	CH ₃	82	225
SCH ₃	CH ₃	Cl		

b)



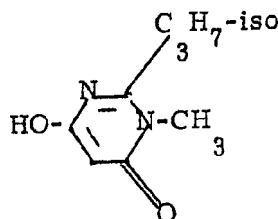
Una mezcla de 172 g (1 mol) de 1,6 dihidro-4-hidroxi-1-metil-2-metiltio-6-oxo-pirimida, de 700 ml de metanol y de 5 ml de una solución de cloruro de hidrógeno en éter, es calentada durante 10 días a la temperatura de ebullición con reflujo. Entonces se filtra la mezcla de reacción todavía caliente y se concentra el filtrado por evaporación en vacío. Se frota el residuo con éter y se recoge por succión el producto cristalino. De esta manera se obtienen 71 g (40 % de la teoría) de 1,6-dihidro-4-hidroxi-1-metil-2-metoxi-6-oxo-pirimidina en forma de cristales incoloros de punto de fusión 170-171 °C.

c)



Una solución de 61,8 g (0,5 moles) de hidrocioruro del éster acetimidofílico y de 44,2 g (0,75 moles) de isopropilamina en 500 ml de etanol, es agitada durante 2 días a la temperatura ambiente y entonces es concentrada por evaporación en vacío. Se disuelve el residuo en 400 ml de metanol, y se mezcla la solución con 54 g (1 mol) de metilato de sodio y 80 g (0,5 moles) de éster dietílico de ácido malónico. Subsiguientemente se calienta la mezcla durante 7 horas a la temperatura de ebullición con reflujo y entonces se la concentra en vacío. Se disuelve el residuo en 200 ml de agua, se agrega ácido clorhídrico concentrado hasta que se haya alcanzado un pH de 5, y se recoge por succión el producto precipitado. Así se obtienen 20 g (24 % de la teoría) de 1-isopropil-2-metil-4-hidroxi-6-oxo-1,6-dihidro-pirimidina en forma de un polvo cristalino incoloro con el punto de fusión de 245°C (descomposición).

d)



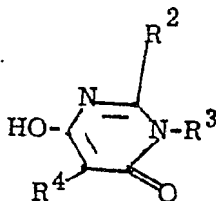
6 g (0,033 moles) de 1-metil-2-iso-propil-4-metoxi-6-oxo-1,6-dihidro-pirimidina (preparación, véase bajo e) son disueltos en 30 ml de acetona y, por adición de ácido clorhídrico etéreo, son transformados en el hidrocioruro. La sal es recogida por succión y, después del secado, es calentada durante 20 minutos a 150-155°C. Terminado el desprendimiento del cloruro de metilo se enfría y, después del frotamiento con éter, se recoge por succión. De esta manera se obtienen 3,9 g (92 % de la teoría) de 1-metil-2-isopropil-4-hidroxi-6-oxo-1,6-dihidro-pirimidina en forma de un polvo incoloro con el punto de fu-

si3n de 159°C.

La 1-metil-2-iso-propil-4-metoxi-6-oxo-1,6-dihidro-pirimidina a emplear como material de partida es preparada como sigue:

5 Una mezcla de 16,8 g (0,1 mol) de 2-isopropil-4-metoxi-6-hidroxi-pirimidina (preparaci3n v3ase: Patente publicada no examinada de la Rep3blica Federal de Alemania No. 2.412.903), de 15,2 g de carbonato de potasio, de 12,6 g (0,1 mol) de sulfato de dimetilo y 200 ml de acetonitrilo, es agitada durante 4
10 horas a 45°C. Entonces se filtra la mezcla de reacci3n y se concentra el filtrado por evaporaci3n en vac3o. El residuo es tratado con agua y recogido por succi3n. Asi se obtienen 10 g (55 % de la teor3a) de un polvo incoloro de punto de fusi3n 91°C.

15 An3logamente a las prescripciones c) y d) pueden prepararse los siguientes compuestos de f3rmula



20

25

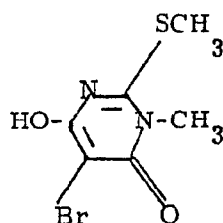
30

R ²	R ³	R ⁴	Rendimien- to (% de la teor3a)	Datos f3sicos (3ndice de re- fracci3n; punto de fusi3n °C)
CH ₃	CH ₃	H	40	135 (descomposi- ci3n) (sal s3dica)
C ₃ H ₇ -iso	C ₂ H ₅	H	37	137
CH ₃	C ₂ H ₅	H	8	192 (descomposi- ci3n)
CH ₃	C ₃ H ₇ -n	H	24	203

Continuación

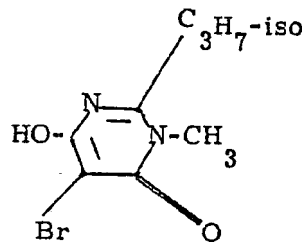
R ²	R ³	R ⁴	Rendimiento (% de la teoría)	Datos físicos (índice de re- fracción; pun- to de fusión °C)
C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	36	106 (descompo- sición)
H	CH ₃	H		
C ₂ H ₅	CH ₃	H		

e)



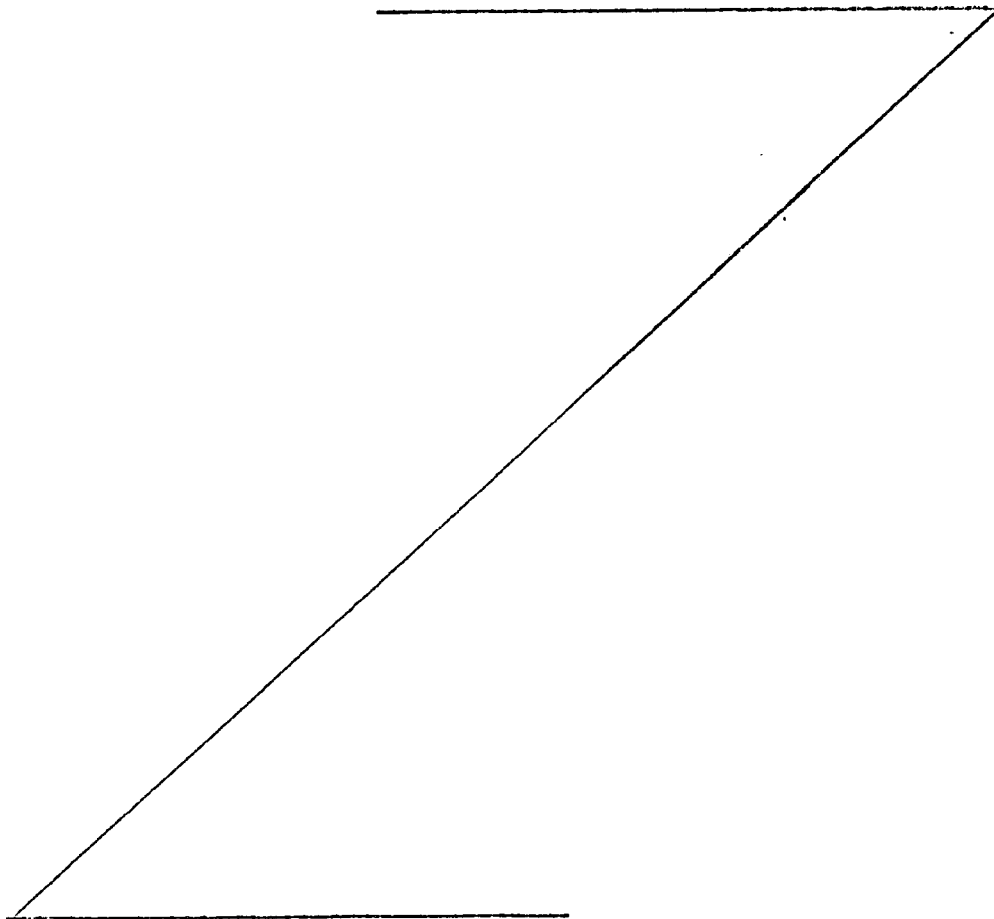
Una solución de 17,2 g (0,1 mol) de 1-metil-2-metil-
tio-4-hidroxi-6-oxo-1,6-dihidro-pirimidina en 110 ml de lejía
de soda cáustica 1-normal es mezclada a la temperatura ambien-
te con 16 g (0,1 mol) de bromo. Terminada la adición la mez-
cla de reacción es agitada todavía durante media hora más y
entonces enfriada hasta 5°C. El producto precipitado es reco-
gido por succión y lavado con agua. Así se obtienen 18 g (76%
de la teoría) de 1-metil-2-metiltio-4-hidroxi-5-bromo-6-oxo-1,6-
-dihidro-pirimidina en forma de cristales débilmente amarillos
de punto de fusión 184°C (descomposición).

Análogamente puede obtenerse el compuesto



con un rendimiento al 69 % y con un punto de fusión de 198°C (descomposición).

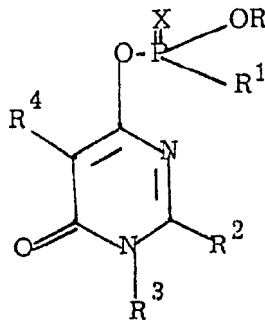
10 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.



REIVINDICACIONES

1ª.- Procedimiento para la obtención de derivados del ácido 6-oxo-pirimidinil-(tiol)-fosfo(-rico)-(nico), de fórmula general:

5



(I)

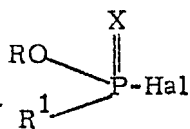
10

en la cual representan R alquilo, R¹ alquilo, alcoxi, alquiltio, alquilamino o fenilo, R² hidrógeno, alquilo, alcoxi, alquiltio o alquilamino, R³ alquilo o alquenilo, R⁴ hidrógeno, alquilo o halógeno y X oxígeno o azufre, caracterizados porque:

15 halogenuros ésteres o halogenuros amidas-ésteres respectivamente de los ácidos fosfórico y tiol-, tiono- y tionotiofosfórico, o halogenuros-ésteres de ácidos fosfónicos y tionofosfónicos, respectivamente de fórmula:

15

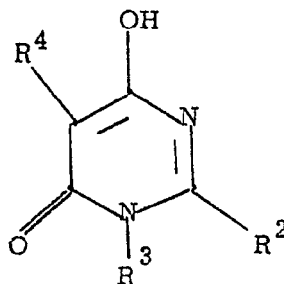
20



(II)

en la cual R, R¹ y X tienen los significados indicados y Hal representa halógeno, preferiblemente cloro, se hacen reaccionar con 1,6-dihidro-4-hidroxi-6-oxo-pirimidinas de fórmula:

25



(III)

30

en la cual, R^2 , R^3 y R^4 tienen los significados indicados, eventualmente en presencia de un aceptor de ácidos y eventualmente en presencia de un disolvente o ésteres o amidas-ésteres.

5 2ª.- Procedimiento para la obtención de derivados del ácido 6-oxo-pirimidinil-(tiono)-(tiol)-fosfo(-rico)-(nico), tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 66 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 29 MAYO 1978

10

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

