



ESPAÑA

-3 MAYO 1978

**CONCEDIDA**

**PATENTE DE INVENCION**

ES

11	NUMERO	43 25 86
22	FECHA DE PRESENTACION	23 SET. 1977

A1

50	PRIORIDADES:	52	FECHA	53	PAIS
51	NUMERO				
	P 26 43 262.2		25 de septiembre de 1.976		República
	P 27 06 127.4		14 de febrero de 1.977		Federal Alemana

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			COFF/AO 1 N		

54	TITULO DE LA INVENCION
	PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE DERIVADOS DEL ACIDO PIRIMIDIN(5) IL-FOSFORICO.

71	SOLICITANTE (ES)
	BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

72	INVENTOR (ES)
	Fritz Maurer, Rolf Schröder, Ingeborg Hammann, Wolfgang Behrenz y Bernhard Homeyer.

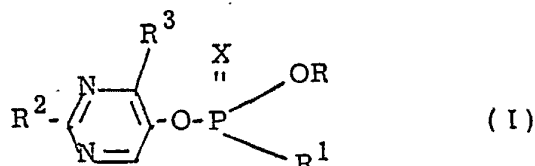
73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	GOMEZ-ACEBO

La presente invención se refiere a nuevos ésteres y amidas-ésteres de los ácidos pirimidin (5) il-fosfórico, -tionofosfórico, -tiofosfórico, -tionotiofosfórico, -fosfónicos y -tionofosfónicos que tienen propiedades insecticidas, acaricidas y nematodidas, así como a un procedimiento para su producción.

Ya es conocido que ésteres pirimidin (6) ílicos de los ácidos tionofosfórico, tiotionofosfórico y tionofosfónicos, por ejemplo los ésteres O, O-dietil-O-[2-isopropil-4-metil-pirimidin (6) ílico] y O-etil-S-n-propil-O-[2-iso-propil-4-metil-pirimidin (6) ílico] del ácido tior-tionofosfórico y el éster O-etil-O-[2, 4-dimetil-pirimidin (6) ílico] del ácido tionoetanofosfónico, tienen propiedades insecticidas y acaricidas (compárese con la patente estadounidense No. 2.754.243, con la patente publicada no examinada de la Rep. Fed. de Alemania No. 2.360.877 y con la patente publicada de la Rep. Fed. de Alemania No. 1.140.580).

Ahora se ha encontrado que los nuevos ésteres y amidas-ésteres de los ácidos pirimidin (5) il-fosfórico, -tionofosfórico, -tiofosfórico, -tionotiofosfórico, -fosfónicos y -tionofosfónicos de fórmula



en la cual representan

R, alquilo;

R<sup>1</sup>, alquilo, alcoxi, alquiltio, monoalquilamino o fenilo;

R<sup>2</sup>, hidrógeno, alquilo o fenilo;

R<sup>3</sup>, hidrógeno o alquilo, y

X, oxígeno o azufre,

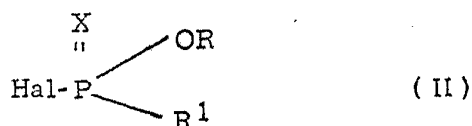
tienen un excelente efecto insecticida, acaricida y nematocida.

5

Además se ha encontrado que se obtienen

los ésteres y amidas-ésteres de los ácidos pirimidin (5) il-fosfórico, -tionofosfórico, -tiofosfórico, -tionotiofosfórico, -fosfónicos y -tionofosfónicos de fórmula ( I ), si halogenuros-ésteres y halogenuros-amidas-ésteres de los ácidos fosfórico, tionofosfórico, tiofosfórico, tionotiofosfórico, fosfónicos y tionofosfónicos, respectivamente de fórmula

10



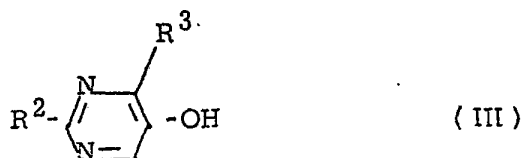
en la cual

R, R<sup>1</sup> y X tienen los significados arriba indicados y

15

Hal representa halógeno, preferiblemente cloro,

se hacen reaccionar con 5-hidroxi-pirimidinas de fórmula



en la cual

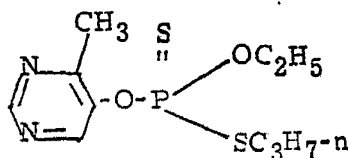
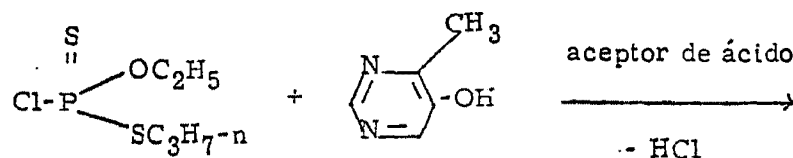
R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> tienen los significados arriba indicados,

20

eventualmente en presencia de un aceptor de ácido o eventualmente en forma de sus sales alcalinas, alcalinotérreas o de amonio, y eventualmente en presencia de un disolvente o de un diluyente.

Sorprendentemente, los ésteres y amidas-  
ésteres de los ácidos pirimidin (5) íl-fosfórico, -tionofosfórico, -tiol-  
fosfórico, -tionotiofosfórico, -fosfónicos y -tionofosfónicos según la  
invencción muestran un efecto insecticida, acaricida y nematocida  
5 mejor que los conocidos ésteres pirimidin (6) ílicos de los ácidos fos-  
fórico, tionofosfórico, tiofosfórico, tionotiofosfórico, fosfónicos y  
tionofosfónicos de constitución análoga y de igual orientación de acti-  
vidad. Por consiguiente, los compuestos de la presente invencción repre-  
sentan un verdadero enriquecimiento de la técnica.

10 Si se emplean como sustancias de partida  
por ejemplo el cloruro-diéster O-etil-S-n-propílico del ácido tionotio-  
fosfórico y la 4-metil-5-hidroxipirimidina, el desarrollo de la reacción  
puede ser representado por el siguiente esquema de fórmulas:



15 Las sustancias de partida a utilizar están de-  
finidas en forma general por las fórmulas ( II ) y ( III ). En las mismas,  
sin embargo, representan de preferencia:

R; alquilo lineal o ramificado con 1 a 6, particularmente con 1 a 4  
20 átomos de carbono;

- $R^1$ , alquilo o alcoxi lineal o ramificado, alquiltio o monoalquilamino con 1 a 6, particularmente 1 a 4 átomos de carbono por resto alquilo, o fenilo;
- 5  $R^2$ , hidrógeno, fenilo o alquilo lineal o ramificado con 1 a 7, particularmente 1 a 5 átomos de carbono;
- $R^3$ , hidrógeno o alquilo lineal o ramificado con 1 a 3 átomos de carbono, particularmente metilo o etilo, y
- X, azufre.

Los halogenuros-ésteres y halogenuros-amidas-ésteres de los ácidos fosfórico, tionofosfórico, tiolfosfórico, tionotiofosfórico, fosfónicos y tionofosfónicos ( II ), son conocidos y también técnicamente bien preparables según procedimientos conocidos de la literatura. Como ejemplos de los mismos sean mencionados en detalle:

10 cloruro-diéster O, O-dimetílico, O, O-dietílico, O, O-di-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-etil-O-n-propílico, O-etil-O-iso-propílico, O-etil-O-n-butílico, O-etil-sec-butílico, O-etil-O-iso-butílico, O-n-propil-O-butílico u O-iso-propil-O-butílico del ácido fosfórico y los correspondientes

15 tiono-análogos; además cloruro-diéster O, S-dimetílico, O, S-dietílico, O, S-di-n-propílico, O, S-di-iso-propílico, O, S-di-n-butílico, O, S-di-iso-butílico, O-etil-S-n-propílico, O-etil-S-iso-propílico

20

O-etil-S-n-butílico, O-etil-S-sec-butílico, O-n-propil-S-etílico,  
O-n-propil-S-iso-propílico, O-n-butil-S-n-propílico y O-sec-butil-S-  
etílico del ácido tiolfosfórico y los correspondientes tiono-análogos;  
además cloruros-ésteres O-metílico, O-etílico, O-n-propílico,  
5 O-iso-propílico, O-n-butílico, O-iso-butílico u O-sec-butílico de  
los ácidos metano-, etano-, n-propano-, iso-propano-, n-butano-,  
iso-butano-, sec-butano o fenilfosfónico y los correspondientes tio-  
no-análogos; y cloruro-amida-monoéster O-metil-N-metílico,  
O-metil-N-etílico, O-metil-N-n-propílico, O-metil-N-iso-propílico,  
10 O-etil-N-metílico, O-etil-N-etílico, O-etil-N-n-propílico,  
O-etil-N-isopropílico, 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-iso-propil-N-etílico, O-iso-propil-N-n-propílico,  
O-iso-propil-N-iso-propílico, O-n-butil-N-metílico, O-n-butil-N-etí-  
15 lico, O-n-butil-N-n-propílico, O-n-butil-N-iso-propílico, O-iso-butil-  
N-metílico, O-iso-butil-N-etílico, O-iso-butil-N-n-propílico,  
O-iso-butil-N-iso-propílico, O-sec-butil-N-metílico, O-sec-butil-N-  
etílico, O-sec-butil-N-n-propílico u O-sec-butil-N-iso-propílico del  
ácido fosfórico y los correspondientes tiono-análogos,

20 Las 5-hidroxi-pirimidinas ( III ) a ampear  
además como sustancias de partida son en parte nuevas, pero pueden  
ser preparadas según procedimientos conocidos de la literatura.

Como ejemplos de las mismas sean mencio-  
nadas en detalle:

25 5-hidroxi-pirimidina, 2-fenil-, 2-metil-, 2-etil-, 2-n-propil-,

2-iso-propil-, 2-n-butil-, 2-iso-butil-, 2-sec-butil-, 2-ter-butil-,  
2-n-pentil-, 2-fenil-4-metil-, 2,4-dimetil-, 2-etil-4-metil-,  
2-n-propil-4-metil-, 2-iso-propil-4-metil-, 2-n-butil-4-metil-,  
2-iso-butil-4-metil-, 2-sec-butil-4-metil-, 2-ter-butil-4-metil-,  
5 2-fenil-4-etil-, 2-metil-4-etil-, 2,4-di-etil-, 2-n-propil-4-etil-,  
2-iso-propil-4-etil-, 2-n-butil-4-etil-, 2-iso-butil-4-etil-, 2-sec-  
butil-4-etil-, 2-ter-butil-4-etil- o 2-n-fenil-4-etil-5-hidroxi-pirimi-  
dina.

El procedimiento para la producción de los compuestos  
10 según la invención es realizado preferiblemente con el empleo de  
disolventes o diluyentes apropiados. Como tales entran en conside-  
ración prácticamente todos los disolventes orgánicos inertes. A és-  
tos pertenecen particularmente los hidrocarburos alifáticos y aro-  
máticos eventualmente clorados, tales como benceno, tolueno, xileno,  
15 nafta, cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono,  
clorobenceno; los éteres, por ejemplo éter dietílico, éter dibutílico,  
dioxano; además, las cetonas, por ejemplo acetona, metiletilcetona,  
metilisopropilcetona y metilisobutilcetona; además, los nitrilos, tales  
como acetonitrilo y propionitrilo.

20 Como aceptores de ácidos, pueden encontrar  
empleo todos los usuales agentes ligadores de ácidos. Resultaron  
ser particularmente eficaces los carbonatos y alcoholatos alcalinos,  
tales como carbonato, metilato y etilato de sodio y de potasio; ade-  
más, las aminas alifáticas, aromáticas o heterocíclicas, por ejem-  
25 plo trietilamina, trimetilamina, dimetilanilina, dimetilbencilamina y

piridina.

La temperatura de reacción puede ser variada entre márgenes amplios. Por lo general se trabaja a temperaturas de entre 0 y 100°C, preferiblemente de 20 a 60°C.

5 Por lo general se deja desarrollar la reacción a la presión normal.

10 Para la realización del procedimiento se aplican los materiales de partida, en la mayoría de los casos, en proporciones equivalentes. Un exceso de uno u otro de los componentes no aporta ninguna ventaja esencial. Los componentes de la reacción son reunidos generalmente en uno de los disolventes arriba citados en presencia de un aceptor de ácidos y agitados durante una o varias horas a una temperatura más elevada para completar la reacción. Entonces la mezcla de reacción se mezcla con un disolvente orgánico, por ejemplo tolueno, y se elabora la fase orgánica en forma usual por lavado, deshidratación y destilación del disolvente.

15 Los nuevos compuestos se presentan 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 la llamada "destilación incipiente", vale decir, por calentamiento prolongado bajo presión reducida a temperaturas moderadamente elevadas. Para su caracterización sirve el índice de refracción.

25 Como ya se ha mencionado varias veces, los ésteres y amidas-ésteres de los ácidos pirimidin (5) il-

fósforo, -tionofósforo, -tiofosfórico, -tionotiofosfórico, -fosfónicos y -tionofosfónicos de acuerdo con la invención se distinguen por un sobresaliente efecto insecticida, acaricida y nematocida. Son eficaces contra parásitos de plantas, antihigiénicos y de provisiones y en el sector de la medicina veterinaria. Unido a una baja fitotoxicidad, tienen un buen efecto contra insectos tanto chupadores como mordedores y también contra ácaros.

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

A una buena tolerabilidad por las plantas y a una favorable toxicidad para animales de sangre caliente, las sustancias 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 contra estados individuales de desarrollo.

A los parásitos arriba mencionados pertenecen:

del orden de los isópodos, por ejemplo *Oniscus asellus*, *Armadillidium vulgare*, *Porcellio scaber*.

Del orden de los diplópodos, por ejemplo *Blaniulus guttulatus*.

Del orden de los quillópodos, por ejemplo *Geophilus carpophagus*,

*Scutigera spec.*

- Del orden de Symphyla, por ejemplo *Scutigereilla immaculata*,
- Del orden de los tisanuros, por ejemplo *Lepisma saccharina*.
- Del orden de Collembola, por ejemplo *Onychiuros armatus*.
- Del orden de ortópteros, por ejemplo *Blatta orientalis*, *Periplaneta*
- 5 americana, *Leucophaea maderae*, *Blattella germanica*, *Acheta domesticus*, *Gryllotalpa* spp., *Locusta migratoria migratorioides*, *Melanoplus differentialis*, *Schistocerca gregaria*.
- Del orden de dermápteros, por ejemplo *Forficula auricularia*.
- Del orden de los isópteros, por ejemplo *Reticulitermes* spp.
- 10 Del orden de Anoplura, por ejemplo *Phylloxera vastatrix*, *Pemphigus* spp., *Pediculus humanus corporis*, *Haematopinus* spp., *Linognathus* spp.
- Del orden de Mallophaga, por ejemplo *Trichodectes* spp., *Damalinea* spp.
- 15 Del orden de los tisanópteros, por ejemplo *Hercinothrips femoralis*, *Thrips tabaci*.
- Del orden de los heterópteros, por ejemplo *Eurygaster* spp., *Dysdercus intermedius*, *Piesma quadrata*, *Cimex lectularius*, *Rhodnius prolixus*, *Triatoma* spp.
- 20 Del orden de los homópteros, por ejemplo *Aleurodes brassicae*, *Bemisia tabaci*, *Trialeurodes vaporariorum*, *Aphis gossypii*, *Brevicoryne brassicae*, *Cryptomyzus ribis*, *Doralis fabae*, *Doralis pomi*, *Eriosoma lanigerum*, *Hyalopterus arundinis*, *Macrosiphum avenae*, *Myzus* spp., *Phorodon humuli*, *Rhopalosiphum padi*, *Empoasca* spp., *Euscelis bilobatus*,
- 25 *Nephotettix cincticeps*, *Lecanium corni*, *Saissetia oleae*,

*Laodelphax striatellus*, *Nilaparvata lugens*, *Aonidiella aurantii*, *Aspidiotus hederae*, *Pseudococcus* spp., *Psylla* spp.

Del orden de los lepidópteros, por ejemplo *Pectinophora gossypiella*,  
*Bupalus piniarius*, *Cheimatobia brumata*, *Lithocolletis blancardella*,

5 *Hyponomeuta padella*, *Plutella maculipennis*, *Malacosoma neustria*,  
*Euproctis chrysorrhoea*, *Lymantria* spp., *Bucculatrix thurberiella*,  
*Phyllocnistis citrella*, *Agrotis* spp., *Euxoa* spp., *Feltia* spp., *Earias*  
*insulana*, *Heliothis* spp., *Laphygma exigua*, *Mamestra brassicae*,  
*Panolis flammea*, *Prodenia litura*, *Spodoptera* spp., *Trichoplusia ni*,  
10 *Carpocapsa pomonella*, *Pieris* spp., *Chilo* spp., *Pyrausta nubilalis*,  
*Ephestia kuehniella*, *Galleria mellonella*, *Cacoecia podana*, *Capua re-*  
*ticulana*, *Choristoneura fumiferana*, *Clysis ambiguella*, *Homona mag-*  
*nanima*, *Tortrix viridana*.

Del orden de los coleópteros, por ejemplo *Anobium punctatum*, *Rhizo-*  
15 *pertha dominica*, *Bruchidius obtectus*, *Acanthoscelides obtectus*,

*Hylotrupes bajulus*, *Agelastica alni*, *Leptinotarsa decemlineata*, *Phae-*  
*don cochleariae*, *Diabrotica* spp., *Psylliodes chrysocephala*, *Epilachna*  
*varivestis*, *Atomaria* spp., *Oryzaephilus surinamensis*, *Anthonomus*  
*spp.*, *Sitophilus* spp., *Otiorrhynchus sulcatus*, *Cosmopolites sordidus*,  
20 *Ceuthorrhynchus assimilis*, *Hyperopostica*, *Dermestes* spp., *Trogoder-*  
*ma* 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*.

25 Del orden de los himenópteros, por ejemplo *Diprion* spp., *Hoplocampa*

spp., *Lasius* spp., *Monomorium pharaonis*, *Vespa* spp.

Del orden de los dípteros, por ejemplo *Aedes* spp., *Anopheles* spp.,

*Culex* spp., *Drosophila melanogaster*, *Musca* spp., *Fannia* spp.,

*Calliphora erythrocephala*, *Lucilia* spp., *Chrysomyia* spp., *Cuterebra*

5 spp., *Gastrophilus* spp., *Hyppobosca* spp., *Stomoxys* spp., *Oestrus*

spp., *Hypoderma* spp., *Tabanus* spp., *Tannia* spp., *Bibio hortulanus*,

*Oscinella frit*, *Phorbia* spp., *Pegomyia hyosciami*, *Ceratitis capitata*,

*Dacus oleae*, *Tipula paludosa*.

Del orden de los sifonápteros, por ejemplo *Xenopsylla cheopis*, *Cera-*

10 *tophyllus* spp.

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

Del orden de los ácaros, por ejemplo *Acarus siro*, *Argas* spp.,

*Ornithodoros* spp., *Dermanyssus gallinae*, *Eriophyes ribis*, *Phyllocop-*

15 *truta oleivora*, *Boophilus* spp., *Rhipicephalus* spp., *Amblyomma* spp.,

*Hyalomma* spp., *Ixodes* spp., *Psoroptes* spp., *Chorioptes* spp.,

*Sarcoptes* spp., *Tarsonemus* spp., *Bryobia praetiosa*, *Panonychus* spp.,

*Tetranychus* spp.

A los nematodos parasitarios

20 de plantas pertenecen: *Pratylenchus* spp., *Radopholus similis*, *Ditylenchus dipsaci*, *Tylenchulus semipenetrans*, *Heterodera* spp., *Meloidogyne* spp., *Aphelenchoides* spp., *Longidorus* spp., *Xiphinema* spp., *Trichodorus* spp.

La aplicación de las sustancias

25 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.

5 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.

10 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.

15 Las sustancias activas pueden ser elaboradas en las formulaciones usuales, tales como soluciones, emulsiones, polvos para rociar, suspensiones, polvos, preparados de espolvorear, espumas, pastas, polvos solubles, granulados, aerosoles, concentrados de suspensión y de emulsión, polvos desinfectantes de semilla, sustancias naturales y sintéticas impregnadas con sustancias activas; en microcapsulaciones, en sustancias polímeras 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.

25 Estas formulaciones son produ-

cidas en forma conocida, por ejemplo por mezclamiento de las sustancias activas con diluyentes, vale decir, disolventes líquidos, gases licuados bajo presión y/o vehículos sólidos, eventualmente con el empleo de agentes tensioactivos, vale decir, emulgentes 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; los hidrocarburos aromáticos, tales como xileno, tolueno, benceno o alquilnaftalenos; los hidrocarburos aromáticos o alifáticos clorados, tales como clorobencenos, cloroetilenos o cloruro de metileno; los hidrocarburos alifáticos, tales como ciclohexano, o parafinas por ejemplo fracciones de petróleo los alcoholes, tales como butanol o glicol, así como sus éteres y ésteres; 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, entendiéndose como tales aquellos líquidos que a la temperatura normal y a la presión normal son gaseosos: 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, mármol, piedra pómez, sepiolita, dolomita, así como granulados sintéticos de harinas inorgánicas y orgánicas, así como granulados de material orgánico, tales como aserrines, cáscaras de coco; mazorcas y tallos de tabaco; como agentes emulsionantes y/o 5 espumantes: emulgentes 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 10 de proteínas como agentes dispersantes: por ejemplo 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 polivinilo. 15

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 azóicos de ftalocianina metálica, y micronutrientes, 20 tales como sales de hierro, manganeso, boro, cobre, cobalto, molibdeno y zinc.

Por lo general, las formulaciones contienen entre 0,1 y 95 % en peso de sustancia activa, preferiblemente entre 0,5 y 90 %. 25

La aplicación de las sustancias activas según el invento se efectua en forma de sus formulaciones comerciales y/o de las formas de aplicación preparadas de estas formulaciones.

5 El contenido de sustancia activa de las formas de aplicación preparadas a partir de las formulaciones comerciales, puede variar dentro de margenes amplios. La concentración de sustancia activa de las formas de aplicación puede ser de 0,0000001 hasta 100 % en peso de sustancia activa, preferiblemente entre 0,01 y 10 % en peso.

10 La aplicación es efectuada de la manera usual, adaptada a las formas de aplicación.

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

Ejemplo A

Ensayo con larvas de Phaedon

20 Disolvente: 3 partes en peso de acetona

Emulgente: 1 parte en peso de éter alquilaril-poliglicólico

Para obtener una preparación adecuada de 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 gotas y sobre estas hojas se colocan larvas de la crisomela del rábano picante (*Phaedon cochleariae*).

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

Las sustancias activas, sus concentraciones, los tiempos de evaluación y los resultados constan en la siguiente Tabla 1.

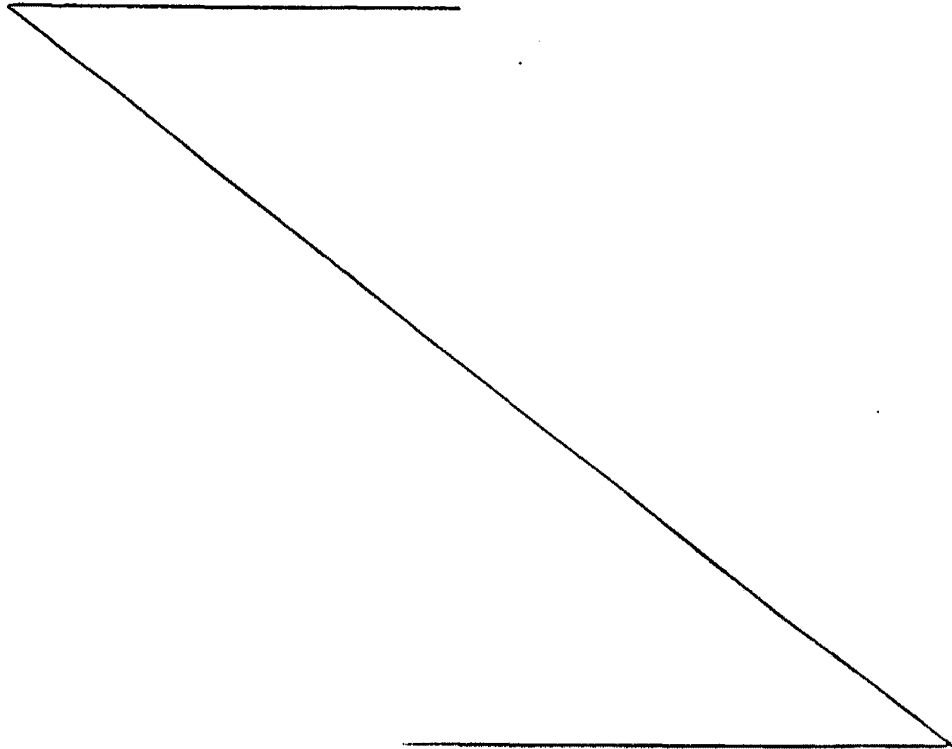


Tabla 1

(Ensayo con larvas de Phaeton)

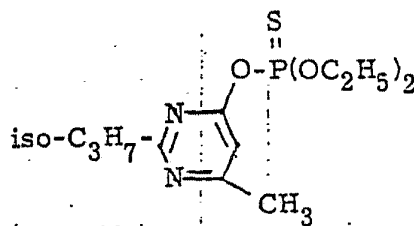
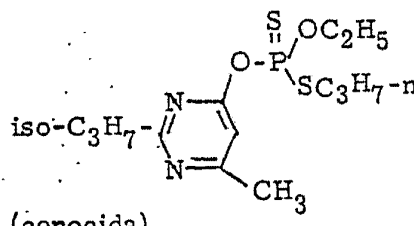
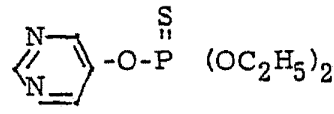
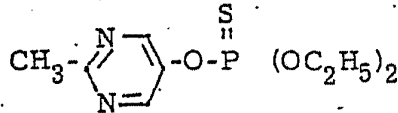
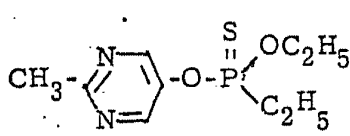
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado destrucción en % al cabo de 3 días
 <p>iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>- (conocida)</p>	0,01 0,001	100 0
 <p>iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>- (conocida)</p>	0,01 0,001	100 0
	0,01 0,001	100 100
	0,01 0,001	100 100
	0,01 0,001	100 100

Tabla 1 (Continuación)

(Ensayo con larvas de Phaeton)

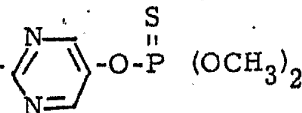
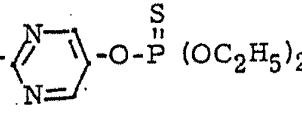
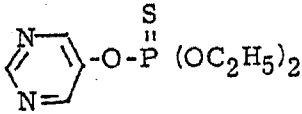
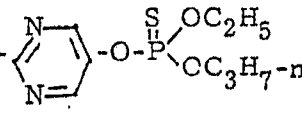
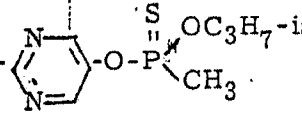
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado destrucción en % al cabo de 3 días
$\text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-}$  $(\text{OCH}_3)_2$	0,01	100
	0,001	100
$\text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-}$  $(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$	0,01	100
	0,001	100
$\text{iso-C}_3\text{H}_7$  $(\text{OC}_2\text{H}_5)_2$	0,01	100
	0,001	100
$\text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-}$ 	0,01	100
	0,001	100
$\text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-}$ 	0,01	100
	0,001	100

Tabla 1 (Continuación)

(Ensayo con larvas de Phaedon)

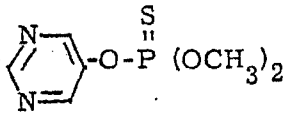
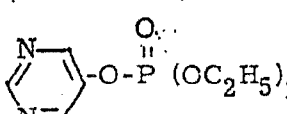
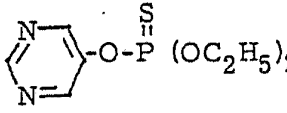
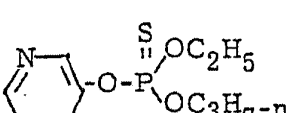
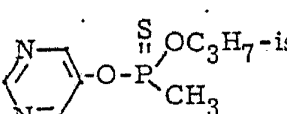
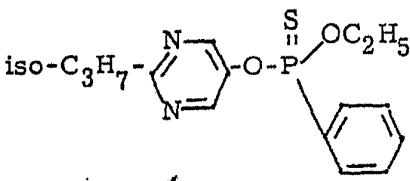
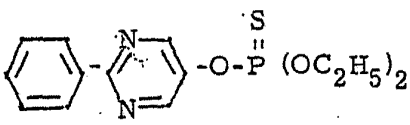
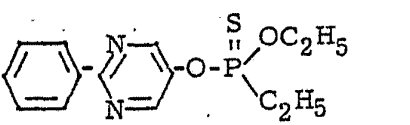
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado destrucción en % al cabo de 3 días
$\text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-}$ 	0,01	100
	0,001	100
$\text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-}$ 	0,01	100
	0,001	100
$\text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-}$ 	0,01	100
	0,001	100
$\text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-}$ 	0,01	100
	0,001	100
$\text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-}$ 	0,01	100
	0,001	100

Tabla 1 (Continuación)

(Ensayo con larvas de Phaedon)

Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado destrucción en % al cabo de 3 días
	0,01	100
	0,001	100
	0,01	100
	0,001	100
	0,01	100
	0,001	100

Ejemplo B

Ensayo con Tetranychus (resistente)

Disolvente: 3 partes en peso de acetona

Emulgente: 1 parte en peso de éter alquilaril-poliglicólico

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, una planta 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.2:

Tabla 2

(Ensayo con Tetranychus)

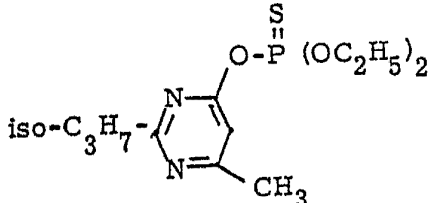
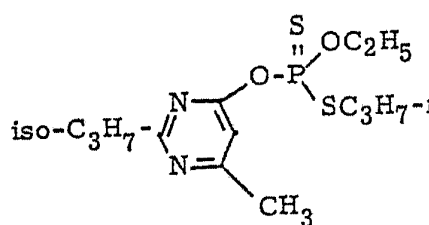
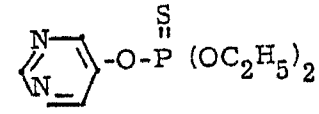
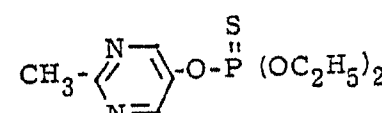
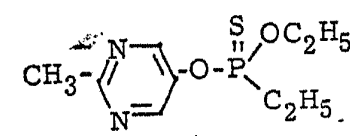
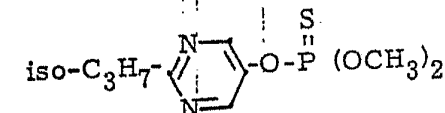
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado destrucción en % al cabo de 2 días
 iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> - (conocida)	0,1	95
	0,01	0
 iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> - (conocida)	0,1	98
	0,01	0
	0,1	100
	0,01	90
	0,1	100
	0,01	95
	0,1	100
	0,01	70
 iso-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -	0,1	100
	0,01	90

Tabla 2 (Continuación)

(Ensayo con Tetranychus)

Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado destrucción en % al cabo de 2 días
$\text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-} \begin{array}{c} \diagup \text{N} \\ \diagdown \text{N} \end{array} \text{-O-P} \begin{array}{l} \text{S} \\ \parallel \\ (\text{OC}_2\text{H}_5)_2 \end{array}$	0,1	98
	0,01	80
$\text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-} \begin{array}{c} \diagup \text{N} \\ \diagdown \text{N} \end{array} \text{-O-P} \begin{array}{l} \text{S} \\ \parallel \\ \text{OC}_3\text{H}_7\text{-iso} \\ \text{CH}_3 \end{array}$	0,1	100
	0,01	90
$\text{iso-C}_3\text{H}_7\text{-} \begin{array}{c} \diagup \text{N} \\ \diagdown \text{N} \end{array} \text{-O-P} \begin{array}{l} \text{S} \\ \parallel \\ \text{OC}_2\text{H}_5 \\ \text{SC}_3\text{H}_7\text{-n} \end{array}$	0,1	100
	0,01	90

Ejemplo C

Ensayo de dosis letal DL<sub>100</sub>

Animales de ensayo: *Sitophilus granarius*

Disolvente: acetona

5

2 partes en peso de la substancia activa son recogidos en 1000 partes en volumen del disolvente. La solución así obtenida es diluida con solvente ulterior hasta la concentración deseada.

10

Con una pipeta se colocan 2,5 ml de la solución de substancia activa en un platillo de Petri. Sobre el fondo del platillo de Petri se encuentra un papel para filtrar de un diámetro de unos 9,5 cm. El platillo de Petri permanece abierto hasta que el disolvente se haya evaporado totalmente. Según la concentración de la solución de substancia activa, resulta distinta la cantidad de substancia activa por m<sup>2</sup> de papel para filtrar. Seguidamente se introducen unos 25 animales de ensayo en el platillo de Petri y se lo cubre con una tapa de vidrio.

15

20

El estado de los animales de ensayo es contralorado al cabo de 3 días a contar del comienzo del ensayo. Se determina la destrucción en %, significando 100% que fueron matados todos los animales de ensayo, mientras que 0% significa que no fue matado ningún animal de ensayo.

25

Las substancias activas, sus concentraciones, los animales de ensayo y los resultados, constan en la siguiente tabla 3:

Tabla 3

(Ensayo de dosis letal  $DL_{100}$ /Sitophilus granarius)

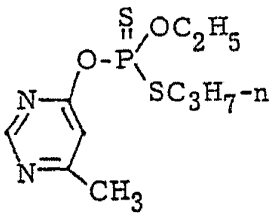
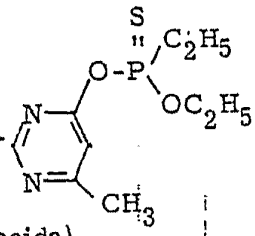
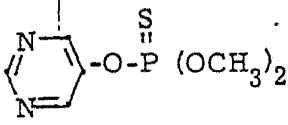
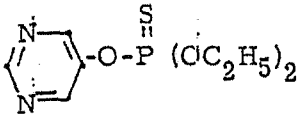
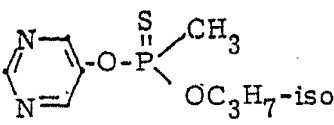
Substancia activa	concentración de la sustancia activa en la solución en %	grado de destrucción en %
 <p>iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>- (conocida)</p>	0,002	0
 <p>CH<sub>3</sub>- (conocida)</p>	0,002	0
 <p>iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>-</p>	0,002	100
 <p>iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>-</p>	0,002	100
 <p>iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>-</p>	0,002	100



Tabla 4

/Ensayo de dosis letal DL<sub>100</sub>/Blatta orientalis)

Substancia activa	concentración de la sustancia activa en la solución en %	grado de destrucción en %
<p>iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>- (conocida)</p>	0,02	0
<p>iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>-</p>	0,02	100
<p>iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>-</p>	0,002	100
<p>iso-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>-</p>	0,02	100

Ejemplo E

- 28 -

Ensayo de concentración límite.

Nematodo de ensayo: *Meloidogyne incognita*

Disolvente: 3 partes en peso de acetona

Emulgente: 1 parte en peso de éter alquilaril-poliglicólico

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.

La preparación de sustancia activa es mezclada intimamente 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 la macetas a una temperatura de invernáculo de 27°C.

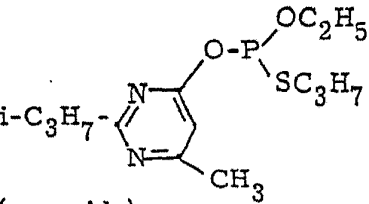
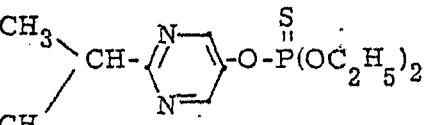
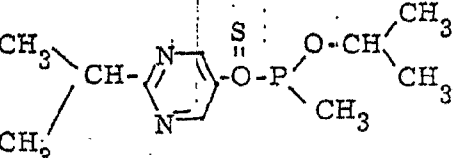
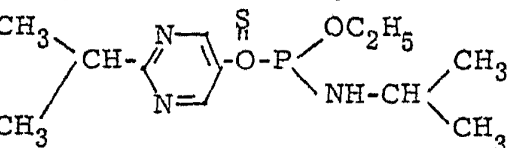
Al cabo de cuatro semanas, se examinan las raíces de la lechuga en cuanto a su ataque por nematodos (agallas de raíces), y se determina en % el grado de efecto de la sustancia activa. El grado de efecto es de un 100%, si es totalmente evitado el ataque, mientras que es de un 0%, si el ataque es exactamente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

Las sustancias activas, las cantidades de aplicación y los resultados, constan en la siguiente tabla 5:

Tabla 5

Nematocida

Meloidogyne incognita

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

Ejemplo F

Ensayo de concentración límite / insectos del suelo.

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

Disolvente: 3 partes en peso de acetona

5 Emulgente: 1 parte en peso de éter alquilaril-poliglicólico

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 el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

10

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

15

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

20

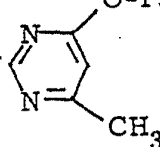
25

Las sustancias activas, sus cantidades de aplicación y los resultados constan en la siguiente tabla 6:

Tabla 6

Insectos del suelo

Larvas de Tenebrio molitor en el suelo.

Substancia activa (constitución)	grado de destrucción en % a una concentración de la substancia activa en ppm
$\begin{array}{c} \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \\ \text{C}_2\text{H}_5\text{O} \end{array} \text{P}(\text{S})-\text{O}-\text{C} \begin{array}{l} \text{CH}-\text{CCH}_3=\text{N} \\ \text{N}=\text{C}-\text{CH}(\text{CH}_3)_2 \end{array}$ <p>(conocida)</p>	0 %
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ \text{O}-\text{P} \\ \text{OC}_2\text{H}_5 \\ \text{SC}_3\text{H}_7 \end{array}$ <p><i>i</i>-C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>--CH<sub>3</sub></p> <p>(conocida)</p>	0 %
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{array} \text{CH}-\text{N} \begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ \text{O}-\text{P}(\text{OC}_2\text{H}_5)_2 \end{array}$	100 %
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{array} \text{CH}-\text{N} \begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ \text{O}-\text{P} \end{array} \begin{array}{l} \text{O}-\text{CH}(\text{CH}_3)_2 \\ \text{CH}_3 \end{array}$	100 %
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{array} \text{CH}-\text{N} \begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ \text{O}-\text{P} \end{array} \begin{array}{l} \text{OC}_2\text{H}_5 \\ \text{OC}_3\text{H}_7 \end{array}$	100 %

Ejemplo G

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

Insecto de ensayo: Larvas de *Phaedon cochleariae*.

Disolvente: 3 partes en peso de acetona

5 Emulgente: 1 parte en peso de éter alquilaril-poliglicólico

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

10

La preparación de substancia activa es mezclada íntimamente con el suelo, siendo prácticamente sin importancia la concentración de la substancia activa en la preparación; es decisiva solamente la cantidad en peso de substancia 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 substancia activa puede ser absorbida por las raíces de las plantas del suelo y puede ser transportada a las hojas.

15

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 destruída se deduce el efecto sistémico por vía de las raíces de la substancia activa. El mismo es de un 100% si están destruídos todos los animales de ensayo, y de un 0% si

20

25

sigue viviendo exactamente igual número de insectos de ensayo que en las plantas testigos que crecen en tierra no tratada.

Las sustancias activas, las cantidades de aplicación y los resultados constan en la siguiente tabla 7:

5

Tabla 7

Efecto sistémico por vía de las raíces

Larvas de Phaedon cochleariae

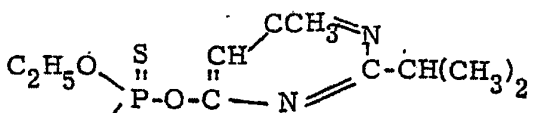
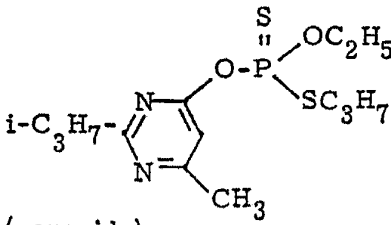
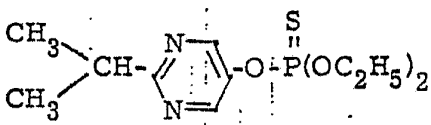
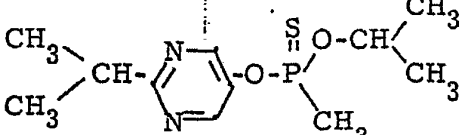
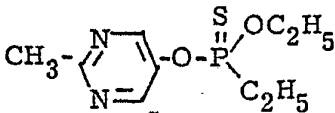
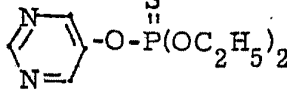
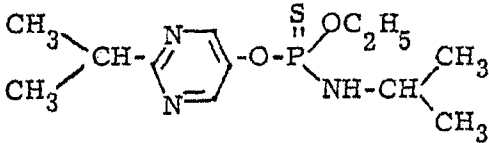
Sustancia activa (constitución)	grado de destrucción en % a una concentración de la sustancia activa en ppm
20 ppm	
 <p>(conocida)</p>	0 %
 <p>(conocida)</p>	0 %
	100 %
	100 %
	100 %
	100 %

Tabla 7 (Continuación)

Efecto sistémico por vía de las raíces

Larvas de Phaedon cochleariae

Substancia activa (constitución)	grado de destrucción en % a una concentración de la substancia activa en ppm
 <chem>CC(C)C1=CN=CC=C1OP(=S)(OCC)NC(C)C</chem>	100 %

Ejemplo H

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

Insecto de ensayo: *Myzus persicae*.

Disolvente: 3 partes en peso de acetona.

5 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 agua hasta la concentración deseada

10 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 ( $\frac{g}{l}$  mg/l). Se carga la tierra tratada en mace-  
15 tas 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.

Para la comprobación del efecto sistémico por vía de las raíces, al cabo de 7 días se colocan los animales de ensayo  
20 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 destruída se deduce el efecto sistémico por vía de las raíces de la sustancia activa. El mismo es de un 100% si están destruídos todos los animales de ensayo, y de un 0% si sigue  
25 viviendo exactamente igual número de insectos de ensayo que en las plan-

tas testigos que crecen en tierra no tratada.

Las sustancias activas, las cantidades

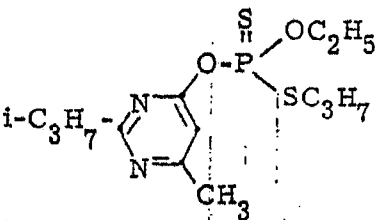
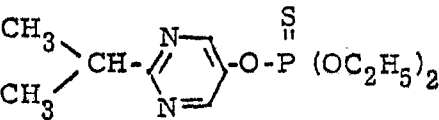
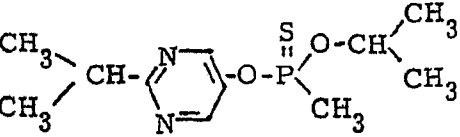
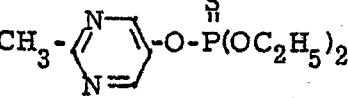
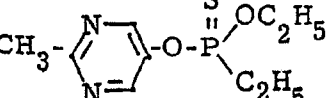
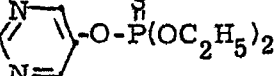
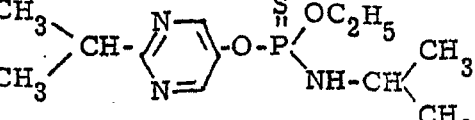
de aplicación y los resultados constan en la siguiente tabla 8:

Tabla 8

Efecto sistémico por vía de las raíces.

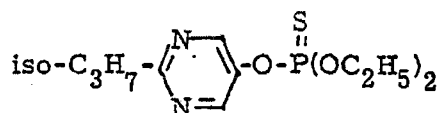
Myzus persicae

5

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

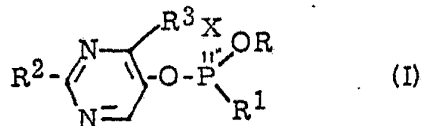
Ejemplos de preparación

Ejemplo 1:






Una mezcla de 300 ml de acetonitrilo,  
 5 13,8 g (0,1 mol) de 2-iso-propil-5-hidroxi-pirimidina, 20,7 g  
 (0,15 moles) de carbonato de potasio y 18,8 g (0,1 mol) de cloruro-  
 diéster 0,0-dietílico del ácido tionofosfórico, es agitada durante 2  
 horas a 45°C. Entonces se vierte la mezcla de reacción en 400 ml  
 de tolueno y se la lava dos veces con 300 ml de agua cada vez. La  
 10 solución toluénica es deshidratada con sulfato de sodio y concentrada  
 por evaporación en vacío. Se destila el residuo en alto vacío. Así se  
 obtienen 17,4 g (62% de la teoría) del éster 0,0-dietil-0-[2-iso-  
 propil-pirimidin(5)ílico] del ácido tionofosfórico en forma de aceite  
 pardo con índice de refracción  $n_D^{21}$ : 1,4970.

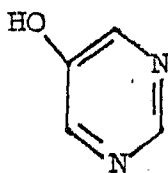
15 En forma análoga pueden prepararse  
 los siguientes compuestos de fórmula



Ejem- plo No.	R	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>3</sup>	X	rendimiento (% de la teoría)	Indice. de re- fracción
2	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -iso	CH <sub>3</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -iso	H	S	74	$n_D^{21}$ : 1,5102
3	CH <sub>3</sub>	OCH <sub>3</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -iso	H	S	66	$n_D^{24}$ : 1,5080

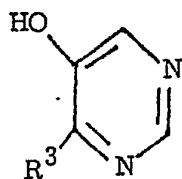
Ejem- plo No.	R	R <sup>1</sup>	R <sup>2</sup>	R <sup>3</sup>	X	rendimiento (% de la teoría)	índice de refracción
4	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	SC <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -n	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -iso	H	S	69	n <sub>D</sub> <sup>26</sup> : 1,5284
5	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -iso	H	S	74	n <sub>D</sub> <sup>26</sup> : 1,5570
6	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -iso	H	O	82	n <sub>D</sub> <sup>32</sup> : 1,4630
7	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	NH-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -iso	C <sub>3</sub> -H <sub>7</sub> -iso	H	S	57	n <sub>D</sub> <sup>32</sup> : 1,5057
8	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -n	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -iso	H	S	73	n <sub>D</sub> <sup>32</sup> : 1,4929
9	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	H	S	92	n <sub>D</sub> <sup>32</sup> : 1,4992
10	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	CH <sub>3</sub>	H	S	80	n <sub>D</sub> <sup>32</sup> : 1,5169
11	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		H	S	80	n <sub>D</sub> <sup>32</sup> : 1,5643
12	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>		H	S	80	n <sub>D</sub> <sup>32</sup> : 1,5827
13	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	H	S	72	n <sub>D</sub> <sup>32</sup> : 1,5028
14	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H	S		
15	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -n	H	S		
18	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -n	H	S		
17	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -iso	CH <sub>3</sub>	S		

Las 5-hidroxi-pirimidinas (III) a emplear como materiales de partida, pueden ser preparadas como sigue:




Una solución de 49,5 g (0,45 moles) de 5-metoxi-pirimidina [preparación: véase H.Bredereck y colaboradores, Chem.Ber. 91, (1958), página 2848] y 38 g (0,68 moles) de hidróxido de potasio en una mezcla de 80 ml de agua y de 170 ml de metanol, es calentada en un autoclave durante 3 horas a 190°C. Entonces se elimina el metanol por destilación en vacío, se mezcla el residuo con 50 ml de agua helada y se lleva la solución por adición de ácido clorhídrico bajo refrigeración a un pH de 4,5. Al cabo de 30 minutos se recoge por succión el producto cristalizado y así se obtienen 30 g (70% de la teoría) de 5-hidroxi-pirimidina como polvo cristalino de color débilmente pardo, con punto de fusión 208°C.

Análogamente pueden prepararse los siguientes compuestos de fórmula



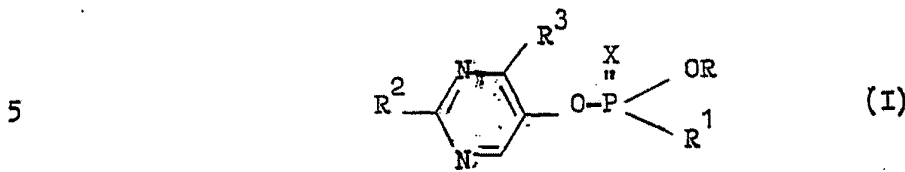
(III)

Ejemplo	R <sup>2</sup>	R <sup>3</sup>	rendimiento (% de la teoría)	punto de fusión (°C)
b)	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -iso	H	72	185
c)	CH <sub>3</sub>	H	64	173
d)		H	94	144
e)	C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	H		
f)	C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> -n	H		
g)	C <sub>4</sub> H <sub>9</sub> -n	H		

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse 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

1.- Procedimiento para la obtención de derivados del ácido pirimidin(5)il-fosfórico, de fórmula:



en la cual representan:

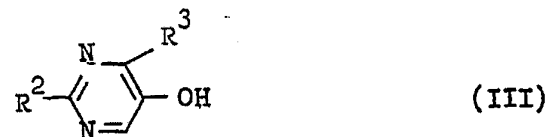
R alquilo; R<sup>1</sup> alquilo, alcoxi, alquiltio, monoalquilamino o fenilo; R<sup>2</sup> hidrógeno, alquilo o fenilo; R<sup>3</sup> hidrógeno o alquilo, y X oxígeno o azufre, caracterizado porque se hace reaccionar un compuesto de fórmula:

10



en la cual R, R<sup>1</sup> y X tienen los significados indicados anteriormente y Hal representa halógeno, preferiblemente cloro, se hacen reaccionar con 5-hidroxi-pirimidinas de fórmula:

15



en la cual R<sup>2</sup> y R<sup>3</sup> tienen los significados indicados anteriormente, eventualmente en presencia de un aceptor de ácido o eventualmente en forma de sus sales alcalinas, alcalinotérreas

o de amonio, y eventualmente en presencia de un disolvente  
o de un diluyente.

5 2.- Procedimiento para la  
obtención de derivados del ácido pirimidin(5)il-fosfórico,  
tal y como queda sustancialmente descrito en la presente  
Memoria.

Esta Memoria consta de 42  
hojas escritas a máquina por una sola cara.

10

Madrid, 23 SET. 1977  
BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

~~E. M. GONZÁLEZ ACEDERO F. POBLETE~~  
~~P. de Fernando J. Suarez-Alber~~

