

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

10 ES	11 NUMERO
21	
22	FECHA DE PRESENTACION

468 A1
151

PATENTE DE INVENCION

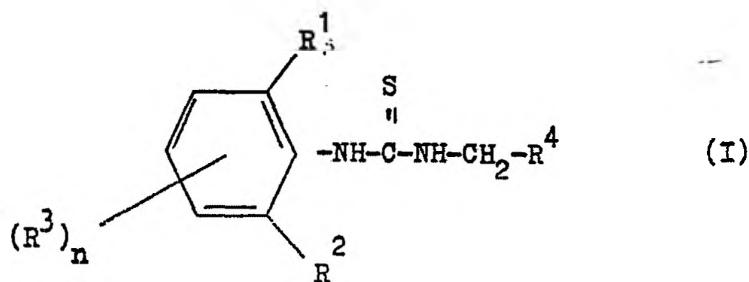
30 PRIORIDADES: 31 NUMERO P. 27 02 235.1			32 FECHA 20 de Enero de 1.977			33 PAIS R. F. Alemana		
47 FECHA DE PUBLICIDAD		51 CLASIFICACION INTERNACIONAL COTC / A01N			62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA			
64 TITULO DE LA INVENCION PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE N-ARIL-N'-ALQUIL-TIOUREAS.								
71 SOLICITANTE (ES) BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana.								
DOMICILIO DEL SOLICITANTE Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.								
72 INVENTOR (ES) Dr. Edgar Enders. Dr. Ingeborg Hammann. Dr. Wilhelm Stendel,								
73 TITULAR (ES)								
74 REPRESENTANTE D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO								

El presente invento se refiere a un procedimiento para preparar nuevas N-aril-N'-alquil-tioureas, útiles como agentes para combatir parásitos animales y vegetales, particularmente como ectoparasiticidas, insecticidas, acaricidas y fungicidas.

5 Ya se ha dado a conocer que ciertas N-aril-N', N'-dialquil-tioureas son eficaces como ectoparasiticidas, particularmente como garrapaticidas, contra garrapatas del género Boophilus (véase al respecto la patente publicada no examinada de la Rep. Fed. de Alemania No. 2.337.122).

10 Frente a los compuestos conocidos y químicamente análogos, las N-aril-N'-alquil-tioureas según el invento muestran un mejor efecto contra garrapatas resistentes a ésteres del ácido fosfórico del género Boophilus, así como un efecto insecticida manifiestamente pronunciado que no existe en los productos comparables de la citada patente alemana. Además, son eficaces en agricultura contra insectos que dañan las plantas y contra ácaros.

15 Ahora se ha encontrado que las nuevas N-aril-N'-alquil-tioureas de fórmula general (I)



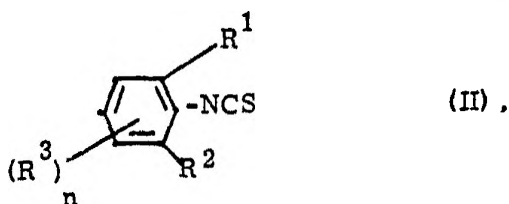
20 en la cual representan

R¹ alquilo ó cicloalquilo;

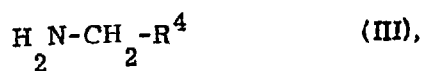
- R^2 , alquilo con por lo menos 2 átomos de carbono o cicloalquilo;
- R^3 , alquilo, cicloalquilo o halógeno;
- n , 0, 1 ó 2, pudiendo los restos R^3 ser iguales o diferentes cuando $n=2$, y
- R^4 , hidrógeno, alquilo, alqueno, cicloalquilo o cicloalqueno, tienen un fuerte efecto contra parásitos animales y vegetales, particularmente un efecto ectoparasitocida, insecticida y acaricida.

10 Además se ha encontrado que se obtienen las nuevas N-aril-N'-alquil-tioureas de fórmula (I) si se hacen reaccionar

isotiocianatos de arilo de fórmula



15 con alquilaminas de fórmula



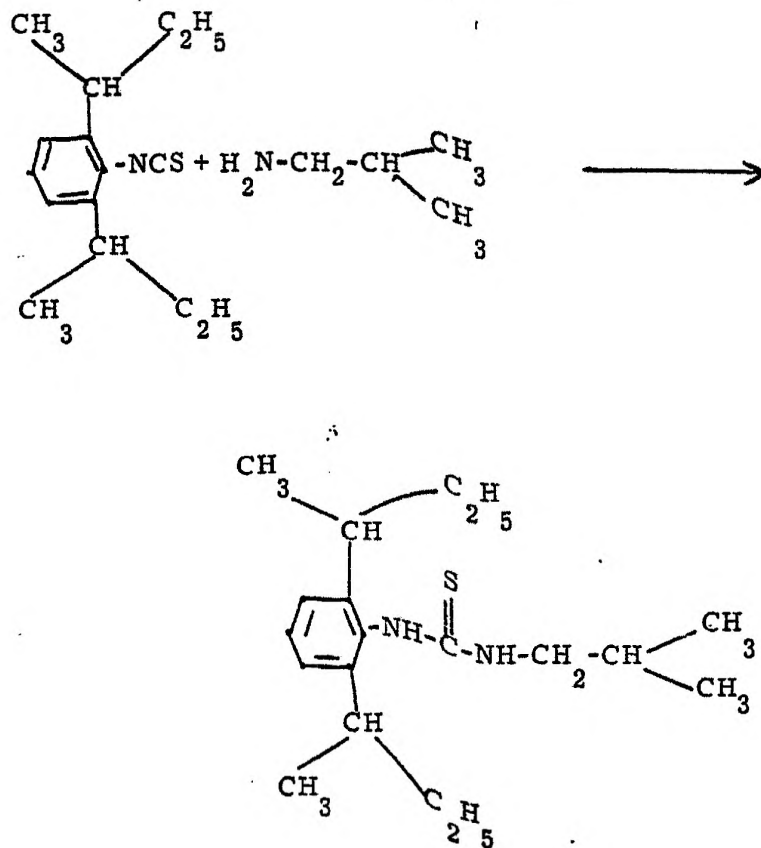
Sorprendentemente las nuevas N-aril-N'-alquil-tioureas según el invento muestran un efecto ectoparasitocida más pronunciado que las N-aril-N', N'-dialquil-tioureas parecidas desde el punto de vista químico de la patente publicada no examinada

20

da de la Rep. Fed. Alemana No. 2.337.122, así como adicionalmente un efecto insecticida, así como un efecto contra ácaros que no tienen los compuestos de la citada patente alemana No. 2.337.122.

5 Por consiguiente los compuestos de acuerdo con la invención representan un enriquecimiento de la técnica.

10 si se emplean como sustancias de partida, isocianato de 2,6-di-sec-butil-fenilo e isobutilamina, el desarrollo de la reacción puede ser representado por el siguiente esquema de fórmulas:



En la fórmula (I), el resto R^1 representa preferiblemente alquilo (C_1-C_6) así como cicloalquilo (C_3-C_7).

Como ejemplos pueden mencionarse:

metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, sec-butilo, iso-butilo.

5 ter-butilo, pentilo-(2), pentilo -(3), ter-pentilo, ciclopentil, hexilo-(2), hexilo-(3), ciclohexilo.

El resto R^2 representa preferiblemente alquilo (C_2-C_6) así como cicloalquilo (C_3-C_7). Como ejemplos pueden mencionarse : etilo, propilo, iso-propilo, butilo, sec-butilo, iso-butilo, ter-butilo, pentilo-(2), pentilo (3), ter-pentilo, ciclopentilo, hexilo-(2), hexilo -(3), ciclohexilo.

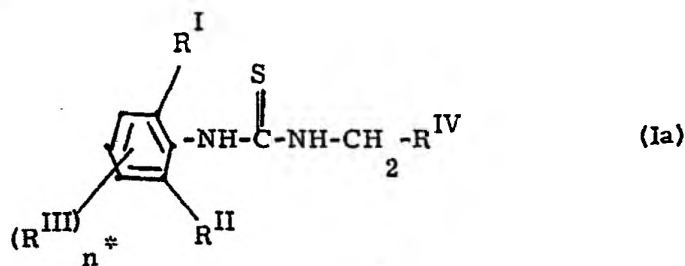
10 El resto R^3 representa preferiblemente alquilo (C_1-C_6), particularmente alquilo (C_1-C_4), por ejemplo: metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, sec-butilo, iso-butilo, ter-butilo, así como n-hexilo, o halógeno, preferiblemente cloro o bromo, Además, R puede representar cicloalquilo, preferiblemente cicloalquilo (C_3-C_7), pudiendo mencionarse: ciclopentilo y ciclohexilo.

20 El resto R^4 representa preferiblemente hidrógeno o alquilo (C_1-C_2), por ejemplo : metilo, etilo, propilo, butilo, pentilo, hexilo, heptilo, octilo, decilo o dodecilo. Además, R^4 puede representar preferiblemente alquilo (C_3-C_{12}) ramificado o alquenilo (C_2 a C_{12}). A título de ejemplo pueden mencionarse: isopropilo, sec-butilo, iso-butilo, ter-butilo, 2-metil-butilo, 3-metil-butilo, ter-pentilo, pentilo (2), 3-metil-butilo (2), 2,3-

25

dimetil-butilo (2), 2,3,3-trimetil-butilo-(2), 2,2-dimetil-propilo-
 (1), 2-metil-butilo(2), 4,4-dimetil-pentilo (2), 2,4,4-trimetil-
 pentilo (2), hexilo-(2), hexilo-(3), vinilo, 1-metil-vinilo, 2-
 5 metil-vinilo, 2,2-dimetil-vinilo, 1,2-dimetil-vinilo, 1,2,2-trimetil-
 vinilo, alilo, crotilo, 1-metil-alilo, 1,1-dimetil-alilo, 2-isopropil-
 vinilo, 2-ter-butyl-vinilo, 2-butyl-vinilo, 3,3-dimetil-alilo, 3-
 hexil-alilo. Finalmente R⁴ puede representar cicloalquilo o ciclo
 alqueno (preferiblemente en cada caso con 3 a 7 átomos de carbono).
 A título de ejemplo pueden mencionarse: ciclopropilo, ciclobutilo,
 10 ciclopentilo, ciclohexilo, ciclopropen-(1)-ilo-(1), ciclopenten-(1)
 ilo-(3)- ciclohexen-(1)-ilo(3) y 1-metil-ciclopentilo-(1).

Particularmente preferidos son los com-
 puestos según la invención de fórmula

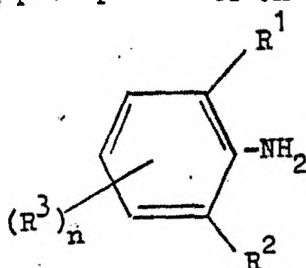


15 en la cual representan

- R^I, alquilo (C₁-C₆) o cicloalquilo (C₃-C₇);
- R^{II}, alquilo (C₂-C₆) o cicloalquilo (C₃-C₇);
- R^{III}, alquilo (C₁-C₆), cicloalquilo (C₃-C₇), cloro o bromo;
- n, 0 ó 1, y

R^{IV} , hidrógeno, alquilo (C_1-C_{12}), alqueno (C_2-C_{12}), cicloalquilo (C_3-C_7) o cicloalqueno (C_3-C_7).

Los isotiocianatos de arilo de fórmula (II), usados como sustancias de partida son conocidos o pueden ser preparados según métodos conocidos, por ejemplo: por reacción de arilaminas de fórmula general (V)



(V) ó alquilaminas de fórmula gene-

ral (III) con tiofosgeno; por reacción de sales de ácidos N-aril- ó N-alquil-ditiocarbónicos con fosgeno o agentes de oxidación, o a partir de olefinas y sulfocianuro de hidrógeno (véase al respecto entre otros, Houben-Weyl, "Methoden der organischen Chemie", Tomo IX, páginas 867-873).

Como compuestos de partida para obtener los isotiocianatos de arilo de fórmula general (II) a aplicar según la ecuación de reacción A, pueden mencionarse por ejemplo:

- isotiocianato de 2,6-dimetil-fenilo,
- isotiocianato de 2-metil-6-etil-fenilo,
- isotiocianato de 2,6-dietil-fenilo,
- isotiocianato de 2-etil-6-isopropil-fenilo,
- isotiocianato de 2,6-di-isopropil-fenilo,

- isotiocianato de 2,6-di-sec-butil-fenilo,
- isotiocianato de 2-metil-6-sec-butil-fenilo,
- isotiocianato de 2-etil-6-sec-butilfenilo,
- isotiocianato de 2-isopropil-6-sec-butil-fenilo,
- 5 isotiocianato de 2-metil-6-isopropil-fenilo,
- isotiocianato de 2-metil-6-ciclopentil-fenilo,
- isotiocianato de 2-etil-6-ciclopentil-fenilo,
- isotiocianato de 2-isopropil-6-ciclopentil-fenilo,
- isotiocianato de 2,6-di-ciclopentil-fenilo,
- 10 isotiocianato de 2-metil-6-ter-butil-fenilo,
- isotiocianato de 2-etil-6-ter-butil-fenilo,
- isotiocianato de 2-metil-6-ciclohexil-fenilo,
- isotiocianato de 2-etil-6-ciclopentil-fenilo,
- isotiocianato de 2,4-dimetil-6-etil-fenilo,
- 15 isotiocianato de 2,4-dimetil-6-isopropil-fenilo,
- isotiocianato de 2,4-dimetil-6-sec-butil-fenilo,
- isotiocianato de 2,4-dimetil-6-ter-butil-fenilo,
- isotiocianato de 2,4,6-trimetil-fenilo,
- isotiocianato de 2,6-dietil-4-metil-fenilo,
- 20 isotiocianato de 2,6-diisopropil-4-metil-fenilo,
- isotiocianato de 3,5-dimetil-2,6-dietil-fenilo,
- isotiocianato de 3-metil-2,6-dietil-fenilo,
- isotiocianato de 3-cloro-2,6-dietil-fenilo,
- isotiocianato de 4-metil-x2,6-di-sec-butil-fenilo,
- 25 isotiocianato de 2,4,6-trietil-fenilo,

- isotiocianato de 2, 4, 6-tri-isopropil-fenilo.
- isotiocianato de 3-cloro-4-metil-2, 6-dietil-fenilo,
- isotiocianato de 3, 4-dimetil-2, 6-dietil-fenilo,
- isotiocianato de 4-cloro-2, 6-dietil-fenilo,
- 5 isotiocianato de 4-cloro-3-metil-2, 6-dietil-fenilo,
- isotiocianato de 4-metil-2, 6-di-ciclopentil-fenilo;
- isotiocianato de 4-n-butil-2, 6-dietil-fenilo,
- isotiocianato de 4-isobutil-2, 6-dietil-fenilo,
- isotiocianato de 4-ter-butil-2, 6-dietil-fenilo,
- 10 isotiocianato de 4-n-propil-2, 6-dietil-fenilo,
- isotiocianato de 4-ciclohexil-2, 6-dietil-fenilo,
- isotiocianato de 2-metil-4, 6-di-ter-butil-fenilo,
- isotiocianato de 4-pentil-(3)-2, 6-dietil-fenilo,
- isotiocianato de 4-n-hexil-2, 6-dietil-fenilo,

15 De acuerdo con la invención se hacen reaccionar, como ya se ha mencionado arriba, los isotiocianatos de arilo sustituidos de fórmula general (II) con las alquilaminas de fórmula general (III).

20 La reacción procede en proporciones molares o aproximadamente molares, pudiendo ser aplicado en exceso por ejemplo del 5 al 50 % el componente más fácilmente volátil o el menos valioso. Sin embargo, en una

forma de realización preferida, también es posible aplicar, por ejemplo las alquilaminas de fórmula general (III) en un gran exceso, a saber 2 a 20 moles por cada mol de isotiocianato de arilo (II). Así sirven al mismo tiempo de disolvente para las tioureas de fórmula (I) en formación y pueden ser recuperados en gran parte por destilación una vez terminada la reacción. En la realización de la reacción pueden agregarse bases orgánicas terciarias para acelerar la reacción. Se trabaja, por ejemplo a temperaturas de 10° a 120°C, particularmente de 20° a 60°C. La reacción de los isotiocianatos sustituidos de fórmula general (II) con las alquilaminas de fórmula general (III), puede efectuarse sin disolvente, en masa fundida o agregando un disolvente o diluyente. Como tal pueden emplearse, por ejemplo: los hidrocarburos o los hidrocarburos halogenados, tales como éter de petróleo, nafta para lavar, ligroina, ciclohexano, benceno, tolueno, clorobenceno, cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono; disolventes hidrosolubles tales como metanol, etanol, acetona, acetonitrilo, dimetilformamida. En caso necesario pueden agregarse a las mezclas de reacción bases inorgánicas o, como ya se ha mencionado anteriormente, bases orgánicas, como aceleradores; por ejemplo trietilamina, 1,4-diaza-biciclo $\left[\begin{array}{c} 2, 2 \\ \bar{2} \end{array} \right]$ -octano (DABCO), 1,5-diaza-

biciclo-[4,3,0]-noneno-(5) (DBN), 1,8-diaza-biciclo-[5,4,0]-undeceno-(7) (DBU), hidróxido de potasio, hidróxido de sodio, hidruro de sodio, óxido de sodio. Según los compuestos de partida las reacciones pueden desarrollarse exotérmicamente y, de acuerdo con la presencia o no de diluyente y de su volumen deben mantenerse bajo control por refrigeración, o bien deben ser aceleradas por calentamiento, por ejemplo a temperaturas de 40 a 150°C, preferiblemente de 50 a 100°C. Por consiguiente, las condiciones de reacción son diferentes en cada caso y dependen de la clase y cantidad de los materiales de partida aplicados, así como de los disolventes empleados.

El producto de la reacción se procesa ya sea por destilación de los disolventes y recristalización o bien, viértiéndolo en agua o en ácidos minerales acuosos diluidos, filtrándolo y secándolo.

Entre las nuevas, N-aril-N'-alquil-tioureas de fórmula general (I) pueden citarse los siguientes compuestos:

N-(2,6-dietil-fenil)-N'-metil-tiourea	p. fus. 103-105°C.
N-(2,6-dietil-fenil)-N'-etil-tiourea	p. fus. 72-73°C.
N-(2,6-dietil-fenil)-N'-propil-tiourea	p. fus. 58-60°C.
N-(2,6-dietil-fenil)-N'-butil-tiourea	p. fus. 41-43°C.
N-(2,6-dietil-fenil)-N'-isobutil-tiourea	p. fus. 68-70°C.
N-(2,6-dietil-fenil)-N'-neopentil-tiourea	p. fus. 87-89°C.
N-(2,6-dietil-fenil)-N'-pentil-tiourea	p. fus. < 30°C.
N-(2,6-dietil-fenil)-N'-hexil-tiourea	P. fus. 102-103°C.
N-(2,6-dietil-fenil)-N'-heptil-tiourea	P. fus. < 30°C.

- N-(2,6-dietil-fenil)-N'-octil-tiourea
- N-(2,6-dietil-fenil)-N'-decil-tiourea,
- N-(2,6-dietil-fenil)-N'-dodecil-tiourea,
- N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-metil-tiourea, p.fus. 97-100^oC
- 5 N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-etil-tiourea,
- N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-propil-tiourea
- N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-butil-tiourea aceite p.fus. < 30^oC
- N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-isobutil-tiourea p.fus. 60-61^oC
- N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-neopentil-tiourea p.fus. 106-107^oC
- 10 N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-pentil-tiourea
- N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-hexil-tiourea
- N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-(2,2-dimetil-butil)-
tiourea
- N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-(2,3-dimetil-butil)-
15 tiourea,
- N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-(2,2,3-trimetil-
butil)-tiourea
- N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-(2,3,3-trimetil-
butil)-tiourea,
- 20 N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-(2,2,3,3-tetrametil-
butil)-tiourea,
- N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-(3-metil-pentil)-
tiourea,
- N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-(2-isopropil-butil)-
25 tiourea,

- N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-(2,4,4-trimetil-pentil)-
tiourea,
- N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-(2,2,4,4-tetrametil-pentil)-
tiourea,
- 5 N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-alil-tiourea ,
N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-metalil-tiourea, p. fus. 86-89 °C.
N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-crotil-urea,
N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-(3,3-dimetil-alil)
tiourea
- 10 N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-(2,3-dimetil-alil)-tiourea
N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-[buten-(3)-il-(1)]-tiourea,
N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-[2,2-dimetil-buten-(3)-il-(1)]-
tiourea,
N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-(3-isopropil-alil)-tiourea,
- 15 N-(3-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-(3-ter-butil-alil)-tiourea,
N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-(3-hexil-alil)-tiourea,
N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-ciclopropil-metil)-tiourea,
N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-ciclopentil-metil)-tiourea,
N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-[ciclopenten-(1)-il-metil]-
tiourea,
- 20 N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-ciclohexil-tiourea,
N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-[ciclohexen-3-il-(1)-metil]-
tiourea,
N-(2,6-dietil-fenil)-N'-(2,3-dimetil-butil)-tiourea,
- 25 N-(2,6-dietil-fenil)-N'-(2,2,3-trimetil-butil)-tiourea,

- N-(2,6-dietil-fenil)-N'-(3-metil-fenil)-tiourea,
N-(2,6-dietil-fenil)-N'-(2,2,4,4-tetrametil-pentil)-tiourea,
N-(2,6-dietil-fenil)-N'-(3,3-dimetil-alil)-tiourea,
N-(2,6-dietil-fenil)-N'-(2,3-dimetil-alil)-tiourea,
5 N-(2,6-dietil-fenil)-N'-metalil-tiourea,
N-(2,6-dietil-fenil)-N'-(ciclopentil-metil)-tiourea,
N-(2,6-dietil-fenil)-N'-(ciclohexil-metil)-tiourea,
N-(3-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-propil-tiourea,
N-(3-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-isobutil-tiourea,
10 N-(3-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-neopentil-tiourea, p. fus. 102-104^o C
N-(3-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-pentil-tiourea,
N-(3-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-metalil-tiourea, p. fus. 105-106^o C
N-(3-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-(3-metil-butil-
tiourea,
15 N-(3-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-(2-etil-butil)-
tiourea,
N-(3,5-dimetil-2,6-dietil-fenil)-N'-butil-tiourea, p. fus. 108-110^o C
N-(3,5-dimetil-2,6-dietil-fenil)-N'-pentil-tiourea,
N-(3,5-dimetil-2,6-dietil-fenil)-N'-neopentil-
20 tiourea
N-(3,5-dimetil-2,6-dietil-fenil)-N'-penten-(4)-il-
(1)-tiourea,
N-(3,5-dimetil-2,6-dietil-fenil)-N'-metalil-tiourea,
N-(3,5-dimetil-2,6-dietil-fenil)-N'-ciclopentil-metil-tiourea,
25 N-(3,4-dimetil-2,6-dietil-fenil)-N'-neopentil-tiourea,

- N-(3,4-dimetil-2,6-dietil-fenil)-N'-isobutil-tiourea,
N-(3,4-dimetil-2,6-dietil-fenil)-N'-pentil-tiourea,
N-(3,4-dimetil-2,6-dietil-fenil)-N'-metalil-tiourea,
N-(3-cloro-2,6-dietil-fenil)-N'-propil-tiourea,
5 N-(3-cloro-2,6-dietil-fenil)-N'-butil-tiourea, p.fus. 108-111^oC
N-(3-cloro-2,6-dietil-fenil)-N'-neopentil-
tiourea, p.fus. 106-110^oC
N-(3-cloro-2,6-dietil-fenil)-N'-(3-metil-pentil-tiourea,
N-(3-cloro-4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-isobutil-tiourea,
10 N-(3-cloro-4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-neopentil-tiourea,
N-(3-cloro-4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-metalil-tiourea,
N-(2,4,6-trimetil-fenil)-N'-neopentil-tiourea,
N-(2,4,6-trimetil-fenil)-N'-metalil-tiourea,
N-(2,3,4,6-tetrametil-fenil)-N'-butil-tiourea,
15 N-(2,3,4,6-tetrametil-fenil)-N'-metalil-tiourea,
N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-metil-tiourea, p.fus. 167-168^oC
N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-etil-tiourea,
N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-propil-tiourea p.fus. 106-107^oC
N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-butil-tiourea p.fus. 99-103^oC
20 N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-isobutil-tiourea, p.fus. 108-112^oC
N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-(3-metil-butyl)-
tiourea, p.fus. 64-68^oC
N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-pentil-tiourea, p.fus. 76-83^oC
N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-neopentil-tiourea, p.fus. 150-155^oC
25 N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-metalil-tiourea p.fus. 93-95^oC

- N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-hexil-tiourea p. fus.
- N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-dodecil-tiourea,
- N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-(2-etil-butyl)-
tiourea,
- 5 N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-(3,3-dimetil-butyl)-tiourea,
N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-(2,3-dimetil-butyl)-tiourea,
N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-(2,2,3-trimetil-butyl)-tiourea,
N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-(2,4,4-trimetil-pentil)-tiourea,
N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-(2,3,3-trimetil-alil)-tiourea,
- 10 N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-(ciclopentil-metil)-tiourea,
N-(2-etil-6-isobutil-fenil)-N'-metil-tiourea p. fus. 105-108 °C
N-(2-etil-6-isobutil-fenil)-N'-butil-tiourea,
N-(2-etil-6-isobutil-fenil)-N'-neopentil-tiourea,
N-(2-etil-6-isobutil-fenil)-N'-isobutil-tiourea,
- 15 N-(2-metil-6-isopropil-fenil)-N'-butil-tiourea,
N-(2-metil-6-isopropil-fenil)-N'-isobutil-tiourea,
N-(2-metil-6-isopropil-fenil)-N'-neopentil-tiourea,
N-(2-metil-6-etil-fenil)-N'-isobutil-tiourea,
N-(2-metil-6-etil-fenil)-N'-neopentil-tiourea,
- 20 N-(2-metil-6-etil-fenil)-N'-(3,3-dimetil-butyl)-tiourea,
N-(2,6-di-sec-butyl-fenil)-N'-metil-tiourea,
N-(2,6-di-sec-butyl)-N'-etil-tiourea,
N-(2,6-di-sec-butyl-fenil)-N'-propil-tiourea, p. fus. 85-87 °C.
N-(2,6-di-sec-butyl-fenil)-N'-butil-tiourea,
- 25 N-(2,6-di-sec-butyl-fenil)-N'-isobutil-tiourea P. fus. 83-85 °C.

- N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-alil-tiourea p.fus. 83-86^oC
- N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-metalil-tiourea p.fus. 88-90^oC
- N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-pentil-tiourea
- N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-hexil-tiourea,
- 5 N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-octil-tiourea
- N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-decil-tiourea
- N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-(2-etil-butil)-tiourea,
- N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-(3,3-dimetil-butil)-tiourea,
- N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-(2-metil-pentil)-tiourea,
- 10 N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-(2,3,3-trimetil)-alil-tiourea,
- N-(2-metil-6-sec-butil-fenil)-N'-propil-tiourea,
- N-(2-etil-6-sec-butil-fenil)-N'-metalil-tiourea,
- N-(2-isopropil-6-sec-butil-fenil)-N'-isobutil-tiourea,
- N-(4-metil-2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-isobutil-tiourea, p.fus. 98-102^oC,
- 15 N-(4-metil-2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-butil-tiourea p.fus. 97-100^oC,
- N-(2,6-di-ciclopentil-fenil)-N'-metil-tiourea,
- N-(2,6-di-ciclopentil-fenil)-N'-butil-tiourea,
- N-(2,6-di-ciclopentil-fenil)-N'-isobutil-tiourea,
- N-(2,6-di-ciclopentil-fenil)-N'-neopentil-tiourea,
- 20 N-(2,6-di-ciclopentil-fenil)-N'-metalil-tiourea,
- N-(2,6-di-ciclopentil-fenil)-N'-(ciclopropil-metil)-tiourea,
- N-(2,6-di-ciclopentil-fenil)-N'-pentil-tiourea,
- N-(2-etil-6-ciclopentil-fenil)-N'-isobutil-tiourea,
- N-(2-metil-6-ter-butil-fenil)-N'-isobutil-tiourea,
- 25 N-(2-metil-6-ter-butil-fenil)-N'-neopentil-tiourea,

- N-(2-metil-6-ter-butil-fenil)-N'-metalil-tiourea,
N-(2-metil-6-ter-butil-fenil)-N'-pentil-tiourea,
N-(2-metil-4,6-di-ter-butil-fenil)-N'-metil-tiourea,
N-(2-metil-4,6-di-ter-butil-fenil)-N'-isobutil-tiourea,
5 N-(2-metil-4,6-di-ter-butil-fenil)-N'- metalil-tiourea,
N-(4-metil-2,6-diisopropil-fenil)-N'-metil-tiourea,
N-(4-metil-2,6-diisopropil-fenil)-N'-propil-tiourea, p. fus. 125-127°C
N-(4-metil-2,6-diisopropil-fenil)-N'-butil-tiourea, p. fus. 126-129°C
N-(4-metil-2,6-diisopropil-fenil)-N'-isobutil-tiourea p. fus. 150-153°C
10 N-(4-metil-2,6-diisopropil-fenil)-N'-neopentil-tiourea
N-(4-metil-2,6-diisopropil-fenil)-N'-metalil-tiourea,
N-(4-metil-2,6-diisopropil-fenil)-N'-hexil-tiourea,
N-(4-etil-2,6-diisopropil-fenil)-N'-isobutil-tiourea,
N-(4-etil-2,6-diisopropil-fenil)-N'-neopentil-tiourea,
15 N-(2,4,6-triisopropil-fenil)-N'-metil-tiourea,
N-(2,4,6-triisopropil-fenil)-N'-butil-tiourea,
N-(2,4,6-triisopropil-fenil)-N'-alil-tiourea,
N-(2,4,6-triisopropil-fenil)-N'-metalil-tiourea,
N-(2,4,6-triisopropil-fenil)-N'-(3-metil-pentil)-tiourea,
20 N-(2,4,6-triisopropil-fenil)-N'-(2-etil-pentil)-tiourea,
N-(2,6-dimetil-fenil)-N'-butil-tiourea,
N-(2,6-dimetil-fenil)-N'-neopentil-tiourea,
N-(2,6-dimetil-fenil)-N'-metalil-tiourea,
N-(2,6-dimetil-fenil)-N'-isobutil-tiourea,
25 N-(2,6-dimetil-fenil)-N'-hexil-tiourea,

	N-(2-metil-6-etil-fenil)-N'-metil-tiourea.	p.f. 65-67°C
	N-(2,4-dimetil-6-etil-fenil)-N'-metil-tiourea,	p.f. 125-126°C
	N-(2,4,6-trietil-fenil)-N'-propil-tiourea,	
	N-(2,4,6-trietil-fenil)-N'-butil-tiourea, aceite	p.f. < 30°C
5	N-(2,4,6-trietil-fenil)-N'-isobutil-tiourea	p.f. 74-76°C
	N-(2,4,6-trietil-fenil)-N'-metil-tiourea	
	N-(2,4,6-trietil-fenil)-N'-neopentil-tiourea	p.f. 78-80°C
	N-(4-butil-2,6-dietil-fenil)-N'-isobutil-tiourea, aceite	p.f. < 30°C
10	N-(4-butil-2,6-dietil-fenil)-N'-neopentil-tiourea	p.f. 52-54°C
	N-(4-butil-2,6-dietil-fenil)-N'-crotil-tiourea	
	N-(4-butil-2,6-dietil-fenil)-N'-heptil-tiourea	
	N-(4-ciclohexil-2,6-dietil-fenil)-N'-butil-tiourea	p.f. 63-66°C
	N-(4-ciclohexil-2,6-dietil-fenil)-N'-isobutil-tiourea,	p.f. 118-120°C,
15	N-(4-ciclohexil-2,6-dietil-fenil)-N'-isobutil-tiourea,	
	N-(4-ciclohexil-2,6-dietil-fenil)-N'-metil-tiourea,	
	N-(4-ciclohexil-2,6-dietil-fenil)-N'-neopentil-tiourea,	
	N-(4-propil-2,6-dietil-fenil)-N'-n-pentil-tiourea, aceite	p.f. < 30°C,
	N-(4-isobutil-2,6-dietil-fenil)-N'-metil-tiourea	p.f. 123-126°C
20	N-(4-isobutil-2,6-dietil-fenil)-N'-hexil-tiourea, aceite	p.f. < 30°C
	N-(4-ter-butil-2,6-dietil-fenil)-N'-isobutil-tiourea	p.f. 121-122°C
	N-(4-ter-butil-2,6-dietil-fenil)-N'-butil-tiourea	p.f. 81-83°C.
	N-(4-ter-butil-2,6-dietil-fenil)-N'-n-pentil-tiourea, aceite	p.f. < 30°C.
25	N-(2-metil-4,6-di-ter-butil-fenil)-N'-isobutil-	

	tiourea,	p.f. 157-160 ^o C
	N-(2-metil-4, 6-di-ter-butil-fenil)-	
	N'-neopentil-tiourea	p.f. 157.159 ^o C
	N-(4-metil-2, 6-di-ciclopentil-fenil)-	
5	N'-butil-tiourea	p.f. 151-153 ^o C

Siendo bien toleradas por las plantas y favorablemente tóxicos para animales de sangre caliente, las sustancias activas se prestan para combatir parásitos animales, particularmente insectos, arácnidos y nematodos que se presentan 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 variedades normalmente sensibles y contra las resistentes, así como contra todos los estados o contra determinados estados de desarrollo. A los parásitos arriba mencionados pertenecen:

15 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.*

20 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 americana*, *Leucophaea maderae*, *Blatella germanica*, *Acheta domesticus*, *Gryllotalpa spp.*, *Locusta migratoria migratorioides*,

25 *Melanoplus differentialis*, *Schistocerca gregaria*.

- 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.
- 5 *Linognathus* spp.
- Del orden de Mallophaga, por ejemplo *Trichodectes* spp., *Damalia* spp.
- Del orden de los tisanópteros, por ejemplo *Hercinothrips fermoralis*,
Thrips tabaci.
- 10 Del orden de los heterópteros, por ejemplo *Eurygaster* spp., *Dysdercus intermedius*, *Piesma quadrata*, *Cimex lectularius*, *Rhodnius prolixus*, *Triatoma* spp.,
- Del orden de los homópteros, por ejemplo *Aleurodes brassicae*,
Bemisia tabaci, *Trialeurodes vaporariorum*, *Aphis gossypii*, *Brevicoryne brassicae*, *Cryptomyzus ribis*, *Doralis fabae*, *Doralis pomi*,
- 15 *Eriosoma lanigerum*, *Hyalopterus arundinis*, *Macrosiphum avenae*,
Myzus spp., *Phorodon humuli*, *Rhopalosiphum padi*, *Empoasca* spp.,
Euscelis bilobatus, *Nephotettix cincticeps*, *Lecanium corni*,
Saissetia oleae, *Laodelphax striatellus*, *Nilaparvata lugens*, *Aonidiella aurantii*, *Aspidiotus hederae*, *Pseudococcus* spp., *Psylla* spp.,
- 20 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., *Bupalatrix Thurberiella*,
- 25 *Phyllocnistis citrella*, *Agrotis* spp., *Euxoa* spp., *Feltia* spp., *Earias*

insulana, *Heliothis* spp., *Laphygma exigua*, *Maestra brassicae*,
Panolis flammea, *Prodenia litura*, *Spodoptera* spp., *Trichoplusia*
ni, *Carpocapsa pomonella*, *Pieris* spp., *Chilo* spp., *Pyrausta nu-*
bilalis, *Ephestia kuehniella*, *Galleria mellonella*, *Cacoecia podana*,
5 *Capua reticulana*, *Choristoneura fumiferana*, *Clysia ambiguella*,
Homona magnanima, *Tortrix viridana*.

Del orden de los coléopteros, por ejem-
plo *Anobium punctatum*, *Rhisopertha dominica*, *Bruchidius obtectus*,
Acanthoscelides obtectus, *Hylotrupes bajulus*, *Agelastica alni*, *Lep-*
10 *tinotarse decemlineata*, *Phaedon cochleariae*, *Diabrotica* spp., *Psy-*
lliodes chrysocephala, *Epilachna varivestis*, *Atomaria* spp.,
Orysaephilus surinamensis, *Anthonomus* spp., *Sitophilus* spp.,
Otiorrhynchus sulcatus, *Cosmopolites sordidus*, *Ceuthorrhynchus*
assimilis, *Hypero postica*, *Dermestes* spp., *Trogoderma* spp.,
15 *Anthrenus* spp., *Attagenus* spp., *Lyctus* spp., *Melighetes aeneus*,
Ptinus spp., *Niptus hololeucus*, *Gibbium psylloides*, *Tribolium* spp.,
Tenebrio molitor, *Agriotes* spp., *Conoderus* spp., *Melolontha melo-*
lontha, *Amphimallon solstitialis*, *Costelytra zealandica*.

Del orden de los himenópteros, por
ejemplo *Diprion* spp., *Hoplocampa* spp., *Lasius* spp., *Monomorium pha-*
20 *raonis*, *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.,
25 *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 Hyoscyami*, *Ceratitis capitata*, *Dacus oleae*, *Tipula paludosa*.

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

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

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

10 *Ornithodoros* spp., *Dermanyssus gallinae*, *Eriophyes ribis*, *Phyllocoptura 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.,

15 Las sustancias activas según el invento presentan también un efecto fungicida. Por estas razones son apropiadas para su uso en productos protectores de plantas para combatir hongos y bacterias. Las composiciones fungicidas se aplican en la protección de plantas para combatir *Plasmodiophoromycetes*,

20 *Oomycetes*, *Chytridiomycetes*, *Zygomycetes*, *Ascomycetes*, *Basidiomycetes*, *Deuteromycetes*.

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 a partir
25 de estas formulaciones.

El contenido de substancia activa de las formas de aplicación preparadas a partir de las formulaciones corrientes en el comercio, puede variar dentro de límites amplios.

5 La concentración de la substancia activa de las formas de aplicación puede estar entre 0,0000001 y 100% en peso de substancia activa, preferiblemente entre 0,01 y 10% en peso.

10 La aplicación procede en forma usual, de acuerdo con las formas de aplicación.

15 La aplicación de las substancias activas según el invento procede en el sector de la veterinaria en forma conocida, tal como por administración oral en forma de por ejemplo pastillas, cápsulas, bebidas, granulados, por aplicación dermal en forma de por ejemplo inmersión, rociada, vertimiento y espolvoreo, así como por administración parenteral en forma de por ejemplo la inyección.

20 Las substancias activas pueden ser elaboradas para dar formulaciones usuales, tales como soluciones, emulsiones, polvos para rociar, suspensiones, polvos, preparados de espolvorear, espumas, pastas, polvos solubles, granulados, aerosoles, concentrados para preparar suspensiones y emulsiones, polvos desinfectantes de semillas, substancias naturales y sintéticas impregnadas con substancias activas, microencapsulaciones en substancias po-

halogenados, así como butano, propano, nitrógeno y dióxido de carbono; como vehículos sólidos: harinas de minerales naturales, tales como caolines, arcillas, talco, creta, cuarzo, atapulguita, montmorillonita o tierra de diatomeas y harinas de minerales sintéticos, 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 cocos, mazorcas de maíz, tallos de tabaco; como agentes emulsionantes y/o espumantes; emulgentes no ionógenos y aniónicos, tales como ésteres de polioxietileno y ácidos grasos, éteres de polioxietileno y alcoholes grasos, por ejemplo éteres alquilarilpoliglicólicos, alquilsulfonatos, sulfatos de alquilo, arilsulfonatos, así como hidrolizados de proteínas como agentes dispersantes: por ejemplo lignina, lejías de sulfito de desecho 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.

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, mclib-
deno y zinc. .

5 Por lo general, las formulaciones con-
tienen entre 0,1 y 95% en peso de sustancia activa, preferibienn-
te entre 0,5 y 90%.

Ejemplo

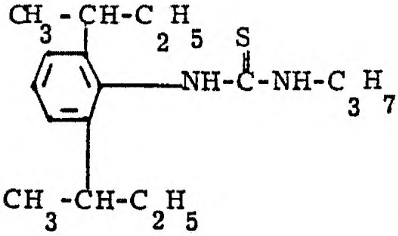
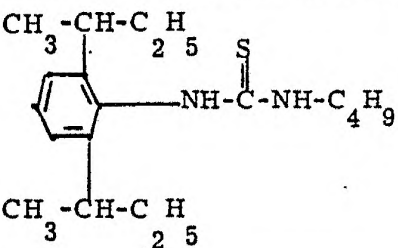
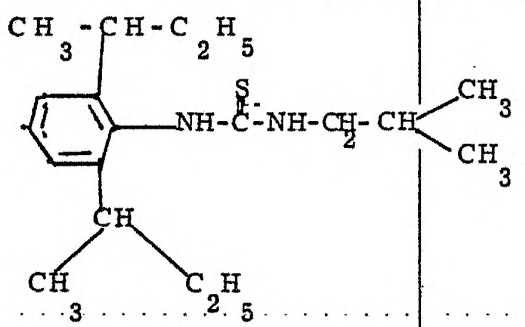
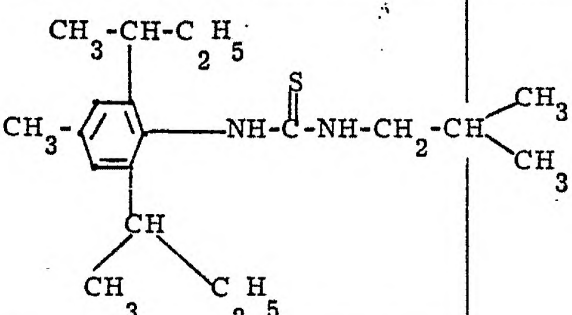
Ensayo con garrapatas adultas parasitarias a vacunos.

(Boophilus microplus res).

Disolvente: Cremophor

10 Para la obtención de una preparación
adecuada de sustancia activa, se mezcla la respectiva sustancia
activa con el disolvente indicado en la proporción de 1:2 y se diluye
el concentrado así obtenido con agua hasta la concentración deseada.

15 10 garrapatas adultas de vacunos (B.
microplus res), se sumergen durante 1 minuto en la preparación de
sustancia activa a ensayar. Después de traspasarlas a vasos de
plástico y de mantenerlas en un ambiente acondicionado, se determi-
na el grado de destrucción en %, significando 100% que fueron muer-
tas todas las garrapatas, y 0% que no fué muerta ninguna.

Substancia activa	concentración de la substancia activa en ppm.	efecto destructor en % Boophilus microplus/raza Biarra res.
	<p>10,000</p> <p>1,000</p>	<p>100</p> <p>> 50</p>
	<p>10,000</p> <p>1,000</p>	<p>100</p> <p>> 50</p>
	<p>10,000</p> <p>1,000</p>	<p>100</p> <p>> 50</p>
	<p>10,000</p> <p>1,000</p>	<p>100</p> <p>> 50</p>

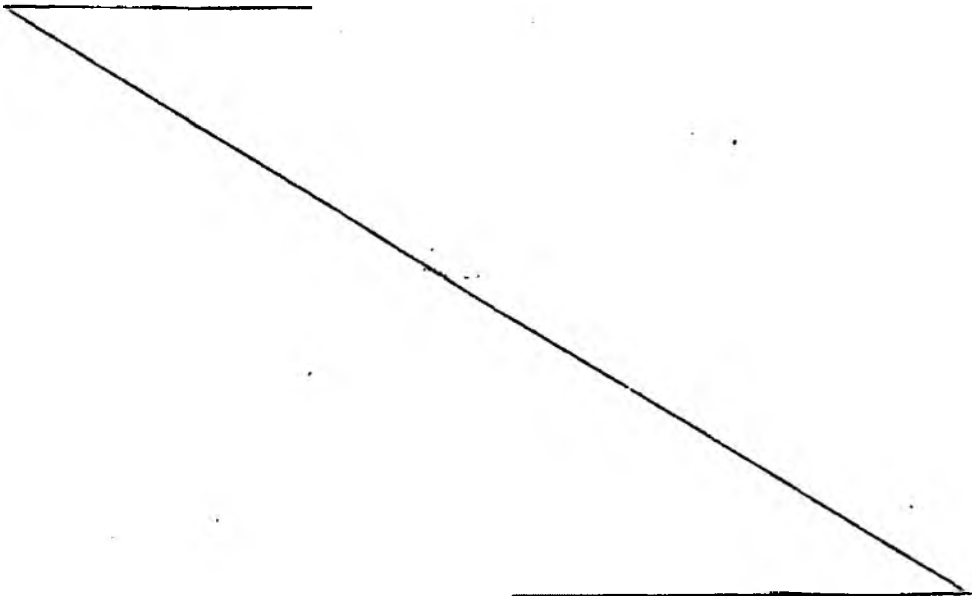
Ensayo con larvas parasitarias de moscas

Emulgente; 80 partes en peso de Cremophor El

5 Para la obtención de una preparación adecuada de substancia activa, se mezclan 20 partes en peso de la respectiva substancia activa con la cantidad indicada del emulgente y se diluye la mezcla así obtenida con agua hasta la concentración deseada.

10 Unas 20 larvas de mosca (*Lucilia cuprina*) son introducidas en un tubito de ensayo provisto de un tapón de algodón de un tamaño apropiado que contiene aproximadamente 3 ml de una suspensión al 20% de yema de huevo en polvo. Sobre esta suspensión de yema de huevo en polvo se colocan 0,5 ml de la preparación de substancia activa. Al cabo de 24 horas, se determina el grado de destrucción en %, significando 100% que fueron muertas todas las larvas y 0% que no fué muerta ninguna larva.

15



Substancia activa	concentración de la substancia activa en ppm.	efecto destructor en % Lucilia cuprina res.
	<p>1.000</p> <p>100</p>	<p>100</p> <p>100</p>
	<p>1.000</p> <p>100</p>	<p>100</p> <p>100</p>
	<p>1.000</p> <p>100</p> <p>10</p>	<p>100</p> <p>100</p> <p>0</p>

Ejemplo

Ensayo con ácaros de sarna (Psoroptes cuniculi)

Disolvente: Cremophor.

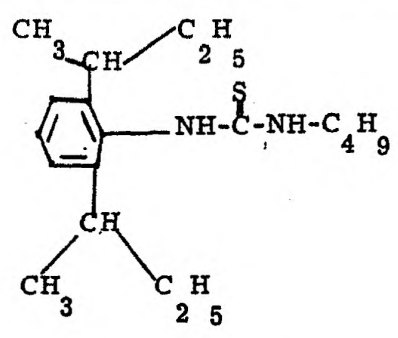
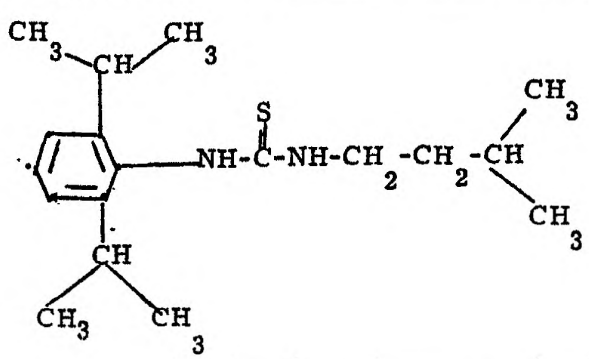
5

Para la obtención de una preparación adecuada de sustancia activa, se mezcla la respectiva sustan-

cia activa con el disolvente indicado en la proporción de 1:2 y se diluye el concentrado así obtenido con agua hasta la concentración deseada.

5 Unos 10 a 25 ácaros de sarna (Psoroptes cuniculi) son colocados en 1 ml de la preparación de sustancia activa que fue introducida con una pipeta en los huecos de tiras moldeadas para comprimidos. Al cabo de 24 horas se determina en % el grado de destrucción, significando 100 % que fueron muertos todos los ácaros y 0 % que no fue muerto ninguno.

10

Substancia activa	concentración de la sustancia activa en ppm.	efecto destructor en % Ejemplos cuniculis
	10	100
	3	100
	1	100
	0,3	0
	100	100
	30	100
	10	100
	3	100
	1	0

Ejemplo A

Ensayo con Tetranychus (resistente)

Disolvente: 3 partes en peso de dimetilformamida.

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, se rocían plantas de habichuelas (*Phaseolus vulgaris*) fuertemente atacadas por todos los estados de desarrollo del ácaro hilador común o ácaro hilador de las habichuelas (*Tetranychus urticae*) hasta que comiencen a gotear.

15

Al cabo de los tiempos indicados, se determina la destrucción en %, significando 100% que fueron muertos todos los ácaros hiladores; 0% significa que no fué muerto ningún ácaro.

20

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

TABLA

(Acaros que dañan las plantas)

Ensayo con Tetranychus

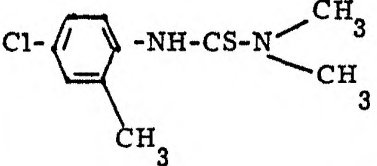
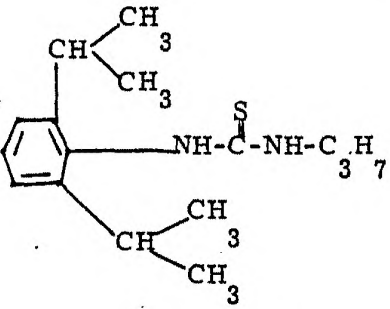
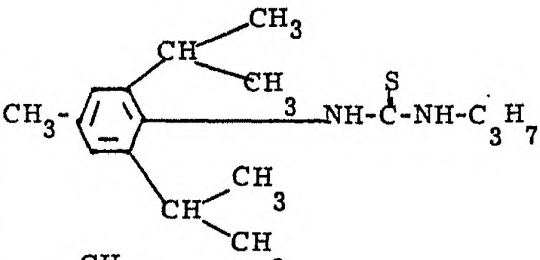
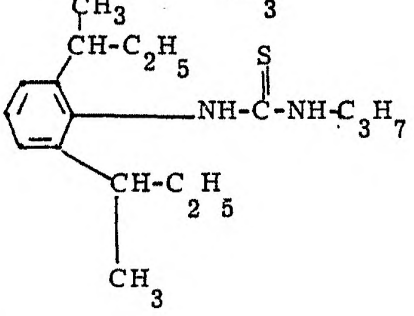
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destruc- ción en % al cabo de 2 días
 <p>(conocida)</p>	<p>0,1</p> <p>0,01</p>	<p>60</p> <p>0</p>
Sustancias activas según el invento		
	<p>0,1</p> <p>0,01</p>	<p>100</p> <p>98</p>
	<p>0,1</p> <p>0,01</p>	<p>100</p> <p>95</p>
	<p>0,1</p> <p>0,01</p>	<p>98</p> <p>95</p>

TABLA (continuación)

(Acaros que dañan las plantas)
Ensayo con Tetranychus

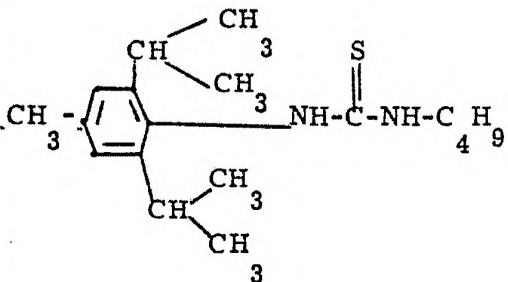
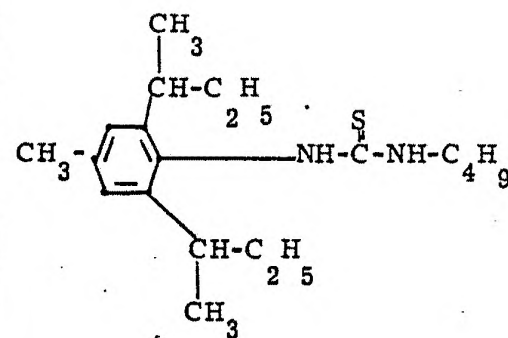
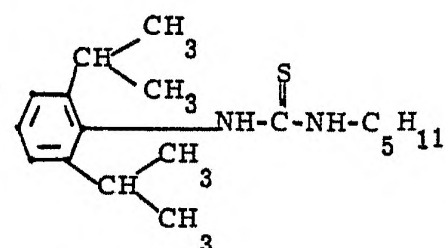
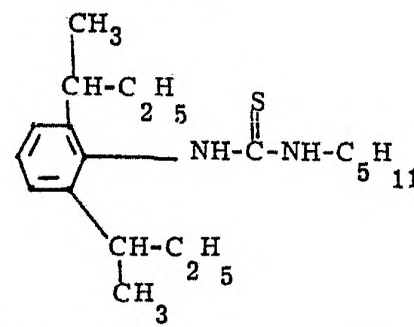
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destruc- ción en % al cabo de 2 días
 <p>Chemical structure: A benzamide derivative with a 2,4,6-trimethylphenyl group and a butyl group (C₄H₉). The amide group is shown as NH-C(=S)-NH-C₄H₉.</p>	0,1 0,01	100 99
 <p>Chemical structure: A benzamide derivative with a 2,6-dimethyl-4-propylphenyl group and a butyl group (C₄H₉). The amide group is shown as NH-C(=S)-NH-C₄H₉.</p>	0,1 0,01	100 100
 <p>Chemical structure: A benzamide derivative with a 2,4,6-trimethylphenyl group and a pentyl group (C₅H₁₁). The amide group is shown as NH-C(=S)-NH-C₅H₁₁.</p>	0,1 0,01	100 99
 <p>Chemical structure: A benzamide derivative with a 2,6-dimethyl-4-propylphenyl group and a pentyl group (C₅H₁₁). The amide group is shown as NH-C(=S)-NH-C₅H₁₁.</p>	0,1 0,01	100 100

TABLA (continuación)

(Acaros que dañan las plantas)

Ensayo con *Tetranychus*

Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destruc- ción en % al cabo de 2 días
<p>The structure shows a benzene ring with two isopropyl groups (CH(CH₃)₂) at the 1 and 4 positions. At the 2 position, there is a dodecylsulfonamide group: -NH-S(=O)-NH-C₁₂H₂₅.</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
<p>The structure shows a benzene ring with two isopropyl groups (CH(CH₃)₂) at the 1 and 4 positions. At the 2 position, there is a diisopropylsulfonamide group: -NH-S(=O)-NH-CH(CH₃)₂.</p>	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>

TABLA

(Insectos que dañan las plantas)

Ensayo con Plutella

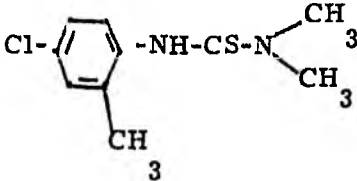
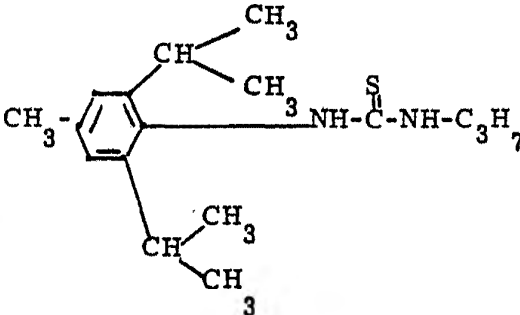
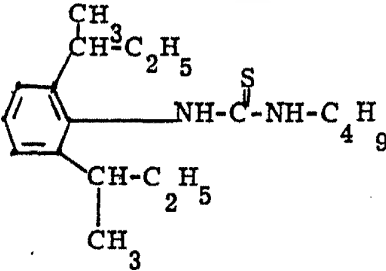
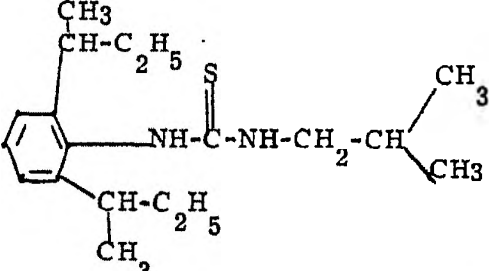
Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	grado de destrucción en % al cabo de 3 días
	<p>0,1 0,01</p>	<p>80 0</p>
(conocida)		
Sustancias activas según el invento		
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>
	<p>0,1 0,01</p>	<p>100 100</p>

TABLA (continuación)

(Insectos que dañan las 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>

Ejemplo

Ensayo con *Pyricularia* / arroz / efecto. sistémico

Disolvente: 11,75 partes en peso de acetona

Agente dispersante: 0,75 partes en peso, de éter alquilaril-

5

poliglicólico.

Agua: 987,50 partes en peso.

10

Se mezcla la cantidad de sustancia activa necesaria para la concentración de sustancia activa deseada en el líquido de riego con la cantidad indicada del disolvente y del agente dispersante y se diluye el concentrado con la cantidad indicada de agua.

15

La cantidad a aplicar del líquido así obtenido se pone en platillos, en los cuales están colocados sendas macetas de fondo agujereado con 30 plantas de arroz de una edad de aproximadamente 2 semanas.

La absorción de los preparados de ensayo procede por vía de las raíces.

20

Al cabo de 3 días, durante los cuales las plantas permanecen en invernáculo a una temperatura de 22-24 °C y a un humedad relativa del aire de un 70%, se las inocula con una suspensión acuosa de 100.000 a 200.000 esporas/ml de *Pyricularia oryzae* y se las colocan en un ambiente a 24-26 °C y 100% de humedad relativa del aire.

25

A aproximadamente a los 4 días de la inoculación se determina el ataque en todas las hojas existentes en el momento de la inoculación, en comparación con las plantas testigo no tratadas pero también inoculadas.

La evaluación se hace con los índices de 1 a 9 significando 1 el 100% de efecto; 3, efecto bueno; 5, efecto moderado y 9, ningún efecto.

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

TABLA

Ensayo con Pyricularia / arroz / efecto sistémico

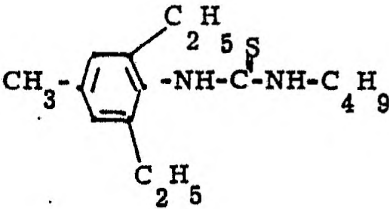
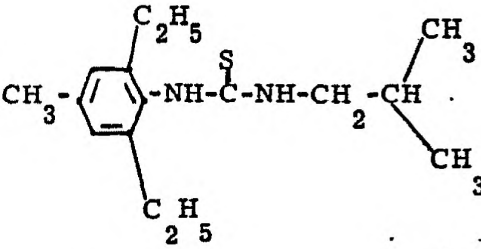
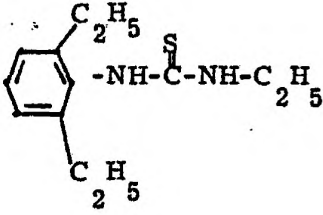
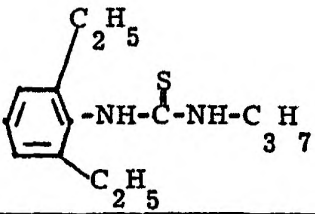
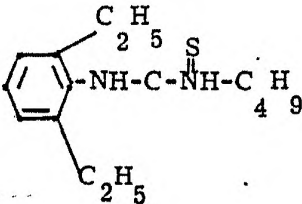
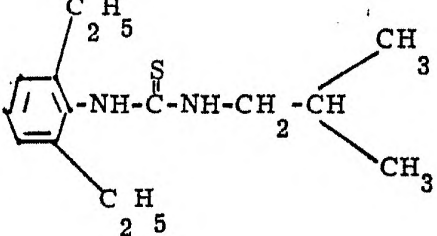
Substancia activa	cantidad de aplicación 10 kg / ha	Índice de ataque (1=100% de efecto) (9=ningún efecto)
testigo no tratado		
sust.act. según el invento		9
		3
		3
		2
		3

TABLA (continuación)

Ensayo con Pyricularia /arroz / efecto sistémico

Substancia activa	cantidad de aplicación 10/kg/ha	índice de ataque (1=100% de efecto) (9=ningún efecto)
	2	2
	2	3

Ejemplo

Ensayo con *Pyricularia* / preparación líquida de sustancia activa

Disolvente: 11,75 partes en peso de acetona

Agente dispersante: 0,75 partes en peso de éter alquil-aril-poliglicólico

5 Agua: 987,50 partes en peso.

Se mezcla la cantidad de sustancia activa necesaria para la concentración de sustancia activa deseada en el líquido a rociar con la cantidad indicada del disolvente y del agente dispersante y se diluye el concentrado con la cantidad indicada de agua.

10

Se rocía el líquido sobre 30 plantas de arroz de una edad de aproximadamente 14 días, hasta que goteen.

Las plantas permanecen en un invernáculo a una temperatura de 22 a 24°C y a una humedad relativa del aire de aproximadamente 70%

15

hasta que estén secas. Luego se inoculan con una suspensión acuosa de 100.000 a 200.000 esporos/ml de *Pyricularia oryzae* y se colocan en un ambiente a 24-26°C y una humedad relativa del aire del 100%.

20

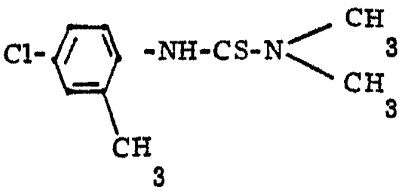
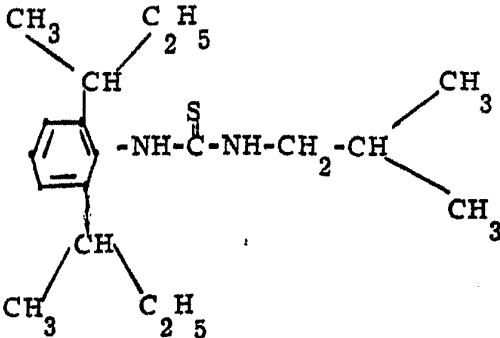
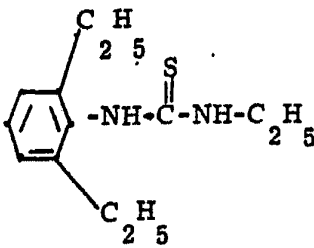
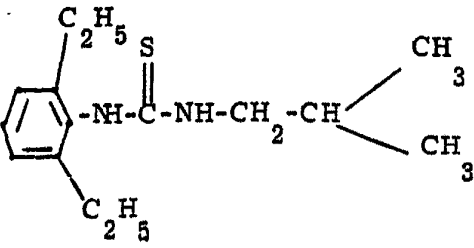
A los 5 días de la inoculación se determina el ataque en todas las hojas existentes en el momento de la inoculación, en % del ataque en las plantas testigo no tratadas pero también inoculadas. La evaluación se efectúa con los índices 1 a 9, significando 1 un 100% de efecto; 3, un efecto bueno; 5, un efecto moderado y 9, ningún efecto.

25

Las sustancias activas, sus concentraciones y los resultados constan en la siguiente tabla:

TABLA

Ensayo con Pyricularia / preparación líquida de sustancia activa

Sustancia activa	Índice de ataque (1 = 100% de efecto, 9 = ningún efecto) para una concentración de la sustancia activa de 0,025%
 <p>(conocida)</p>	9
	3
	3
	3

Ejemplos

Ensayo con *Pellicularia*

Disolvente: 11,75 partes en peso de acetona

Agente dispersante: 0,75 partes en peso de éter alquilaril -poliglicólico

5 Agua: 987,50 partes en peso.

Se mezcla la cantidad de substancia activa necesaria para la concentración de substancia activa deseada en el líquido a rociar con la cantidad indicada del disolvente y del agente dispersante y se diluye el concentrado con la cantidad indicada de agua.

10

Se rocía el líquido así preparado sobre 2 x 30 plantas de arroz de 2 a 4 semanas de edad hasta que goteen.

Las plantas permanecen hasta su secado superficial en un invernáculo a temperaturas de 22 a 24°C y un 70% de humedad relativa del aire.

15

Las plantas se infectan con un cultivo de *Pellicularia sasakii* sobre un medio de malta/agar-agar y se mantienen a una temperatura de 28 a 30°C así como a una humedad relativa del aire de 100%.

20

En las plantas infectadas con *Pellicularia sasakii*, se determina al cabo de 5 a 8 días el ataque en las vainas de las hojas, en relación a las plantas testigo no tratadas pero también infectadas. La evaluación es efectuada con los índices 1 a 9, significando 1, 100% de efecto; 3, efecto bueno; 5, efecto moderado, y 9, ningún efecto.

25

Las sustancias activas, sus concentraciones y los resultados constan en la siguiente tabla:

TABLA

Ensayo con Pellicularia

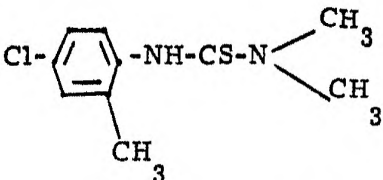
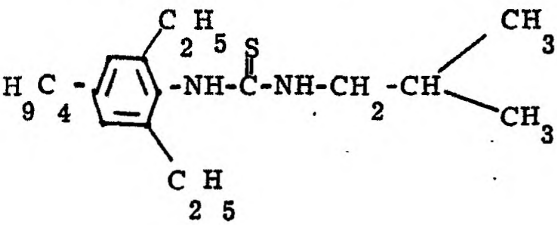
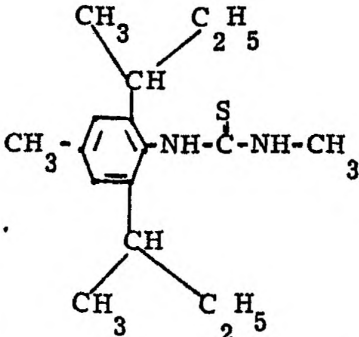
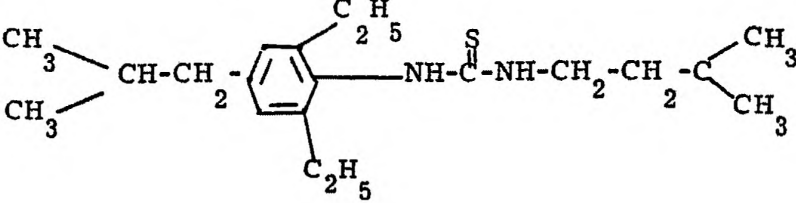
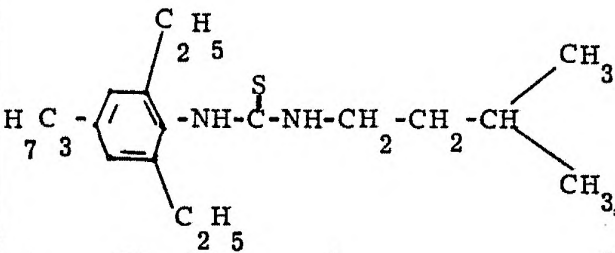
Substancia activa	Índice de ataque (1=100% de efecto, 9=ningún efecto) para una concentración de la substancia activa de 0,025
 <p>(compuesto conocido)</p>	9
	3
	3
	3

TABLA (continuación)

Ensayo con Pellicularia

Substancia activa	Índice de ataque (1=100% de efecto 9=ningún efecto) para una concentración de la substancia activa de 0,025
 <p>Chemical structure of a substituted benzamide derivative. The structure consists of a benzene ring with two methyl groups (CH₃) at the 2 and 5 positions. The ring is attached to an amide group (-NH-C(=S)-NH-CH₂-CH₂-CH(CH₃)₂). The amide nitrogen is labeled with '7 3' and the sulfur atom with '2 5'. The terminal carbon of the side chain is labeled with '2 5'.</p>	3

Ejemplos de Preparación

Ejemplo 1

N-(2,6-dietil-fenil)-N'-isobutil-tiourea

15,0 g de isotiocianato de dietil-
5 fenilo son introducidos a 20°C en 20 g de isobutilamina y dejados
en reposo durante 12 horas. Luego se agita con ácido clorhídrico
diluido en exceso hasta que cristalice el producto de la reacción, que
primero se separa en forma aceitosa. Se filtra a succión y se lava
con agua hasta reacción neutra. Entonces la torta de la filtración
10 se tritura uniformemente con metanol, se agrega agua, se recoge
por succión y se seca.

Rendimiento: 19,0 g, p.fus. 68-70°C.

El análisis elemental y el espectro
RMN (resonancia magnética nuclear) coinciden con la constitución
15 supuesta.

Análogamente a partir del corres-
pondiente isotiocianato de 2,6-dietil-fenilo y de las correspondien-
tes aminas alifáticas, pueden prepararse las siguientes N-aryl-N'-
alquil-tioureas:

20	N-(2,6-dietil-fenil)-N'-etil-tiourea	P. f.	72-73°C
	N-(2,6-dietil-fenil)-N'-propil-tiourea	P. f.	58-60°C
	N-(2,6-dietil-fenil)-N'-butil-tiourea	P. f.	41-43°C
	N-(2,6-dietil-fenil)-N'-pentil-tiourea		
	N-(2,6-dietil-fenil)-N'-neopentil-tiourea	P. f.	87-89°C
25	N-(2,6-dietil-fenil)-N'-hexil-tiourea		

N-(2,6-dietil-fenil)-N'-heptil-tiourea

N-(2,6-dietil-fenil)-N'-dodecil-tiourea P.f. 120-123°C

N-(2,6-dietil-fenil)-N'-metalil-tiourea P.f. 65-68°C

5 El producto de partida, isotiocianato de 2,6-dietil-fenilo, puede ser preparado de la siguiente manera:

10 100 g de 2,6-dietilanilina en 200 ml de cloruro de metileno son instalados a 0-50°C, bajo agitación, en una mezcla de 500 ml de cloruro de metileno, 300 ml de agua, 120 g de carbonato de calcio y 92 g de tiosfeno. Luego se calienta con reflujo hasta que termina el desarrollo de CO₂. La mezcla de la reacción enfriada se filtra, se separa la capa de cloruro de metileno se deshidrata con cloruro de calcio y se fracciona.

Rendimiento: 112 g ; p.eb. 101-103 °C/1,4 mm Hg.

Ejemplo 2

15 N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-neopentil-tiourea

15,0 g de isotiocianato de 4-metil 2,6-dietil-fenilo son introducidas a 20 °C en 9,0 g de 2,2-dimetil-propilamina, produciéndose una reacción exotérmica. Al cabo de 12 horas se mezcla con ácido clorhídrico diluido en exceso, se filtra, se lava con agua y metanol, diluido y se seca.

Rendimiento: 21 g , p.eb. 106-107°C

El análisis elemental y el espectro RMN están en coincidencia con la constitución supuesta.

25 Análogamente, a partir de isotiocianato de 4-metil-2,6-dietil-fenilo y de las correspondientes aminas alifáticas,

pueden prepararse las siguientes tioureas:

N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-butil-tiourea,

N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-isobutil-tiourea P.f. 60-61°C

N-(4-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-metil-tiourea P.f. 86-88°C

5 El isotiocianato de 4 metil-2,6-
dietil-fenilo puede ser preparado según la siguiente prescripción:

10 100 g de 4-metil-2,6-dietil-anilina
en 200 ml de cloruro de metileno son instiladas a 0-5°C en una mez-
cla de 500 ml de cloruro de metileno, 300 ml de agua, 150 g de carbo-
nato de calcio y 92 g de tiosogeno bajo agitación. Luego se calienta
con reflujo hasta que termina el desarrollo de CO₂. Después del
enfriamiento se eliminan por filtración los sólidos, se separa la
capa de cloruro de metileno, se deshidrata con cloruro de calcio
y se fracciona.

15 Rendimiento : 110 g , p. eb. 113-116°C/ 1,2 mm Hg.

Ejemplo 3

N-(2,6-di-isopropil-fenil)-N'-isobutil-tiourea

20 15,0 g de isotiocianato de 2,6-
diisopropil-fenilo son introducidas a la temperatura de 20°C en
20,0 g de isobutilamina; la reacción es exotérmica. Se deja en repo-
so durante 12 horas y entonces se agita con ácido clorhídrico diluido
en exceso. El producto de la reacción precipitada en forma cristali-
na es recogida por succión, lavado con agua y metanol diluido y seca-
do.

25 Rendimiento: 19,0 g P.fus. 108-112°C.

El análisis elemental y el espectro RMN corresponden a la constitución supuesta.

Análogamente, a partir de isocianato de 2,6-diisopropilo y de las correspondientes aminas alifáticas, pueden prepararse las siguientes tioureas:

- 5 N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-propil-tiourea P.f. 106-107°C
- N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-butil-tiourea
- N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-(3-metil-butil)-
tiourea P.f. 64-68°C
- 10 N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-pentil-tiourea P.f. 76-83°C
- N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-neopentil-tiourea P.f. 150-155°C
- N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-hexil-tiourea
- N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-dodecil-tiourea
- N-(2,6-diisopropil-fenil)-N'-metilil-tiourea P.f. 93-95°C

15 El isotiocianato de 2,6-diisopropil-fenilo puede ser preparado de la siguiente manera:

100 g de 2,6-diisopropilanilina disueltos en 200 ml de cloruro de metileno son instilados a 0-5°C bajo agitación en una mezcla de 300 ml de agua, 500 ml de cloruro de metileno, 120 g de carbonato de calcio y 78 g de tiosulfuro. Luego se calienta con reflujo hasta que termine el desarrollo de CO₂. Después de enfriar se filtra, se separa la capa de cloruro de metileno, se deshidrata con cloruro de calcio y se fracciona.
Rendimiento: 110 g ; p.eb. 144-148°C/11 mm Hg.

25 Ejemplo 4

N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-metalil-tiourea

15,0 g de isotiocianato de di-sec-butil-fenilo son introducidos a -10°C en 12,0 g metalilamina. Se deja subir lentamente la temperatura a $+20^{\circ}\text{C}$ y se mantiene la mezcla durante 12 horas a esta temperatura. Entonces se agita la preparación con ácido clorhídrico diluido en exceso, se recoge el producto cristalino de la reacción por succión, se lo lava con agua y metanol diluido, y se seca,

Rendimiento: 20,0 g; p.fus. $69-72^{\circ}\text{C}$.

10 Análogamente a partir de isotiocianato de 2,6-di-sec-butil-fenilo y de las correspondientes aminas alifáticas, se preparan las siguientes tioureas:

N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-propil-tiourea	P.fus. $85-87^{\circ}\text{C}$
N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-propil-tiourea	P.fus. $83-86^{\circ}\text{C}$.
15 N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-butil-tiourea	P.fus. (cera)
N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-isobutil-tiourea	P.fus. $83-85^{\circ}\text{C}$
N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-pentil-tiourea	(aceitoso)
N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-neopentil-tiourea	P.fus. $88-90^{\circ}\text{C}$
N-(2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-dodecil-tiourea	P.fus. (aceitoso)

20 El isotiocianato de 2,6-di-sec-butil-fenilo puede ser preparado de la siguiente manera:

100 g de 2,6-di-sec-butilanilina disueltos en 200 ml de cloruro de metileno son instilados a $0-5^{\circ}\text{C}$ bajo agitación en una mezcla de 300 ml de agua, 500 ml de cloruro de metileno, 100 g de carbonato de calcio y 68 g de tiosogéno. Luego

se calienta con reflujo hasta que termina el desarrollo de CO_2 . Después de enfriar se eliminan los sólidos por filtración, se separa la capa de cloruro de metileno, se deshidrata con cloruro de calcio y se fracciona. Rendimiento: 112 g p. eb. 117-120°C/1,0 mm Hg.

5

Ejemplo 5

N-(4-metil-2,6-diisopropil-fenil)-N'-isobutil-tiourea

Se introducen 15,0 g de isotiocianato de 4 metil-2,6-diisopropil-fenilo en 20 g de isobutilamina a 20°C moderandose la reacción exotérmica por refrigeración. Se deja en reposo durante 12 horas y entonces se mezcla con ácido clorhídrico diluido, en exceso. El producto de reacción cristalizado se separa por filtración se lava con agua y metanol diluido y se seca. Rendimiento: 18,0 g; p. fus. 150-153°C.

10

15

Análogamente, a partir de isotiocianato de 4-metil-2,6-diisopropil-fenilo y de las correspondientes aminas alifáticas, pueden prepararse las siguientes tioureas.

N-(4-metil-2,6-diisopropil-fenil)-N'-butil-tiourea p. fus. 126-129°C,

N-(4-metil-2,6-diisopropil-fenil)-N'-propil-tiourea p. fus. 125-127°C.

20

A partir de isotiocianato de 4-metil-2,6-di-sec-butil-fenilo y de isobutilamina, se obtienen análogamente

N-(4-metil-2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-isobutil-tiourea

y con n-butilamina, p. fus. 98-102°C

25

N-(4-metil-2,6-di-sec-butil-fenil)-N'-butil-tiourea p. fus. 97-100°C

El isotiocianato de 4-metil-2,6-
diisopropil-fenilo puede prepararse de la siguiente manera:

150 g de 4-metil-2,6-diisopropil-
anilina disueltos en 200 ml de cloruro de metileno son instilados
5 a 20°C en una mezcla con agitación de 500 ml de cloruro de meti-
leno, 300 ml de agua, 120 g de carbonato de calcio y 110 g de tio-
fosgeno. Luego se calienta con reflujo hasta que termine el desa-
rrollo de CO₂. Del producto de la reacción se eliminan los sólidos
por filtración, se separa la capa de cloruro de metileno, se deshi-
10 drata con cloruro de calcio y se fracciona. Rendimiento: 159 g de
un aceite que solidifica; p.eb. 124-126°C / 1,2 mm Hg.

Análogamente, a partir de 4 metil-
2,6-di-sec-anilina y tiofosgeno, se obtiene el isotiocianato de
4-metil-2,6-di-sec-butil-fenilo de p.eb. 130-132°C / 1,2 mm Hg.

15 Ejemplo 6

N-(3-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-neopentil-tiourea

15,0 g de isotiocianato de 3 metil-
2,6-dietil-fenilo son introducidas a 20°C en 9,0 g de 2,2-dimetil-
propilamina. Se deja en reposo durante 12 horas y entonces se
20 mezcla con ácido clorhídrico diluido, en exceso. El producto de
reacción cristalizado se recoge por succión, se lava con agua y me-
tanol diluido y se seca. Rendimiento: 20,0 g, p.fus. 102-104°C.
El análisis elemental y el espectro RMN están en coincidencia con
la constitución supuesta.

25

Análogamente pueden obtenerse a par-

tir de isotiocianato de 3-metil-2,6-dietil-fenilo y metalilamina

la N-(3-metil-2,6-dietil-fenil)-N'-metalil-tiourea p.fus. 105-106°C

a partir de isotiocianato de 3,5-dimetil-2,6-dietil fenilo y N'-butil-
amina.

5 la N-(3,5-dimetil-2,6-dietil-fenil)-N'-butil-tiourea p.fus. 108-110°C

a partir de isotiocianato de 3-cloro-2,6-dietil-fenilo y n-butilamina,

la N-(3-cloro-2,6-dietil-fenil)-N'-butil-tiourea p.fus. 108-110°C

o de 2,2-dimetil-propilamina

la N-(3-cloro-2,6-dietil-fenil)-N'-neopentil-tiourea p.fus. 106-110°C

10 a partir de isotiocianato de 2-etil-6-isopropil-fenilo y metalilamina,

la N-(2-etil-6-isopropil-fenil)-N'-metalil-tiourea p.fus. 50-55°C

y a partir de isotiocianato de 2,4,6-triisopropil-fenilo y metalilamina,

la N-(2,4,6-triisopropil-fenil)-N'-metalil-tiourea p.fus. 115-118°C.

Los isotiocianatos de arilo pueden ser

15 preparados a partir de las arilaminas y tiosogeno. Como se ha indi-
cado en los ejemplos precedentes:

isotiocianato de 3-metil-2,6-dietil-fenilo, p.eb. 110-113°C/1,5 mm Hg.

isotiocianato de 3,5-dimetil-2,6-dietil-

fenilo p.eb. 119-127°C/1,2 mm Hg.

20 isotiocianato de 3-cloro-2,6-dietil-fenilo p.eb. 118-121°C/1,2 mm Hg.

isotiocianato de 2-etil-6-isopropil-fenilo p.eb. 104-106°C/1,2 mm Hg.

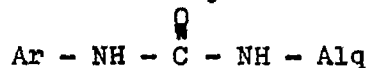
isotiocianato de 2,4,6-tri-isopropil-

fenilo, p.eb. 130-132°C/1,2 mm Hg.

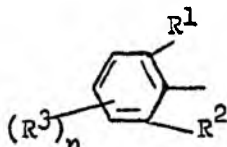
En analogía a los métodos indicados

25 en los ejemplos 1 a 6 pueden prepararse, entre otros, los com-
puestos citados en la siguiente tabla, por reacción de isotio-

cianatos de arilo (II) con alquilaminas (III). Por razones de simplicidad, los compuestos son designados como sigue:



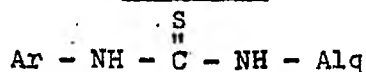
en la cual representan: Ar la agrupación



5

Alq la agrupación $-\text{CH}_2 - \text{R}^4$ de fórmula general (I).

T A B L A



Ar	Alq	p.fus. (°C)
	$-\text{CH}_2 - \overset{\text{CH}_3}{\text{CH}} - \text{CH}_3$	74-76
	$-\text{CH}_2 - \overset{\text{CH}_3}{\text{C}} - \text{CH}_3$	78-80
	$-\text{C}_4\text{H}_9 - (n)$	aceite
	$-\text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \overset{\text{CH}_3}{\text{C}} - \text{CH}_3$	120-121
	$-\text{CH}_2 - \overset{\text{CH}_3}{\text{CH}} - \text{CH}_3$	121-122

TABLA (continuación)

Ar	Alq	P.fus. (°C)
		157-159
		157-160
	$\text{-C}_4\text{H}_9 \text{ (n)}$	aceite
		aceite
	$\text{-C}_5\text{H}_{11} \text{ (n)}$	aceite
		aceite

TABLA (continuación)

Ar	Alq	P.fus. (°C)
	$-C_4H-(n)$	81-83
	$-C_5H_{11}-(n)$	aceite
	$-CH_2-\overset{\overset{CH_3}{ }}{C}-CH_3$	126-128
	$-CH_2-\overset{\overset{CH_3}{ }}{CH_2}-\overset{\overset{CH_3}{ }}{C}-CH_3$	54-58
	$-C_6H_{13}(n)$	aceite

TABLA (continuación)

Ar	Alq	P.fus. (°C)
	-C ₆ H ₁₃ (n)	aceite
	-CH ₃	123-126
	-C ₃ H ₇ (n)	aceite
	-CH ₂ -CH ₂ -CH(CH ₃)-CH ₃	aceite
	-CH ₂ -CH ₂ -C(CH ₃) ₃	aceite (solidifica)
	-CH ₂ -CH(CH ₃)-CH ₃	aceite

TABLA (continuación)

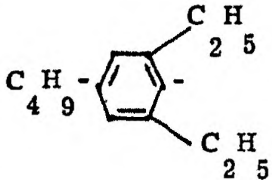
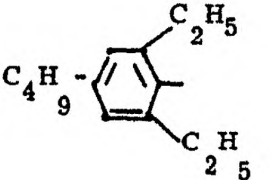
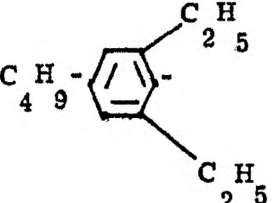
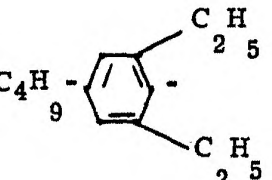
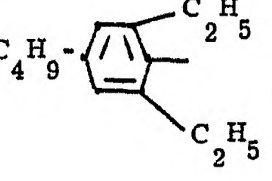
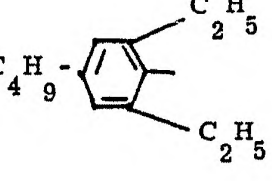
Ar.	Alq.	P.fus. (°C)
	$-C_4H_9(n)$	aceite
	$C_5H_{11}(n)$	aceite
	$-CH_2-\overset{\overset{CH_3}{ }}{C}-CH_3$	52-54
	$-C_3H_7$	52-54
	$-CH_3$	106-110
	$-CH_2-\overset{\overset{CH_3}{ }}{CH_2}-C-CH_3$	aceite

TABLA (continuación)

Ar	Alq.	P.fus. (°C)
	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_3 \end{array}$	182-184
	$\text{CH}_4 \text{H} \begin{smallmatrix} (n) \\ 9 \end{smallmatrix}$	151-153
	$-\text{C} \text{H} \begin{smallmatrix} (n) \\ 5 \quad 11 \end{smallmatrix}$	151-153
	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_3 \end{array}$	aceite

TABLA (continuación)

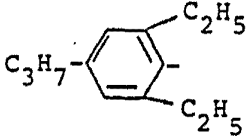
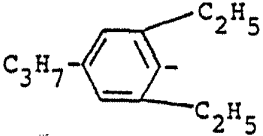
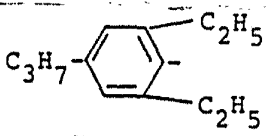
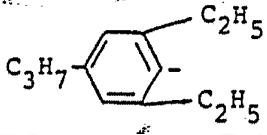
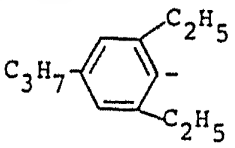
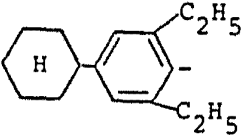
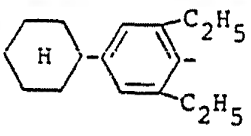
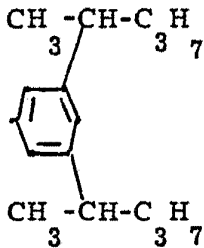
Ar	Alq	P.fus. (°C)
	-C ₅ H ₁₁ (n)	aceite
	-CH ₃	86-90
	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_3 \end{array}$	aceite
	-C ₆ H ₁₃ (n)	aceite
	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{C}-\text{CH}_3 \end{array}$	103-107
	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{CH}-\text{CH}_3 \end{array}$	118-120
	-C ₄ H ₉ (n)	63-66

TABLA (continuación)

Ar	Alq.	P. fus. (°C)
	$-\text{C}_4\text{H}_9\text{(n)}$	63-66
	$-\text{C}_5\text{H}_{11}\text{(n)}$	aceite
	$-\text{C}_3\text{H}_7\text{(n)}$	109-110
	$-\text{CH}_3$	143-147
	$-\text{C}_6\text{H}_{13}\text{(n)}$	aceite
	$-\text{CH}_2-\overset{\text{CH}_3}{\underset{ }{\text{CH}}}-\text{CH}_2-\text{CH}_3$	aceite

TABLA (continuación)

Ar	Alq.	P. fus. (°C)
 <p>CH₃-CH₂-CH₃ 3 3 7</p> <p>CH₃-CH₂-CH₃ 3 3 7</p>	<p>-C₄H₉ (n)</p>	aceite

Preparación de los productos de partida:

Ejemplo 7.A

Isotiocianato de 4-ciclohexil-2,6-dietil-fenilo:

231 g de 4-ciclohexil-2,6-dietil-anilina
5 disueltos en 300 ml de cloruro de metileno son instilados a 10 a 15° C
en una suspensión de 600 ml de cloruro de metileno, 500 ml de agua.
200 g de carbonato de calcio y 140 g de tiosfogeno. Subsiguientemente
se calienta a ebullición hasta que termine el desarrollo de gas. De
la preparación obtenida se eliminan por filtración los sólidos; se se-
10 para la capa de cloruro de metileno. se deshidrata con cloruro de cal-
cio y se fracciona. P.eb. 175-179° C/1,5 mm Hg. Rendimiento : 251 g.

Análogamente, a partir de los correspon-
dientes derivados de anilina pueden prepararse los siguientes isotio-
cianatos de arilo:

15	isotiocianato de 2,4,6-trietil-fenilo	p.eb. 128-130° C/ 1,3 mm Hg.
	isotiocianato de 4-n-propil-2,6-dietil-fenilo.	p.eb. 132-137° C/ 1,5 mm Hg.
	isotiocianato de 4-isopropil-2,6-dietil-fenilo	p.eb. 130-132° C/ 1,3 mm Hg.
20	isotiocianato de 4-n-butil-2,6-dietil-fenilo	p.eb. 150-155° C/ 2,0 mm Hg
	isotiocianato de 4-isobutil-2,6-dietil-fenilo	p.eb. 133-136° C/ 1,4 mm Hg
	isotiocianato de 4-ter-butil-2,6-dietil-fenilo	p.eb. 130-133° C/ 1,8 mm Hg.
25	isotiocianato de 2,6-diciclo-pentil-fenilo	p.eb. 155-158° C/1,3 mm Hg.

isotiocianato de 4-metil-2,6-di-sec-butil-fenilo p.eb. 130-132^oC/

1.2 mm Hg.

isotiocianato de 4 metil-2,6-diciclopentil-fenilo p.eb. 188-195^oC/
2,0 mm Hg

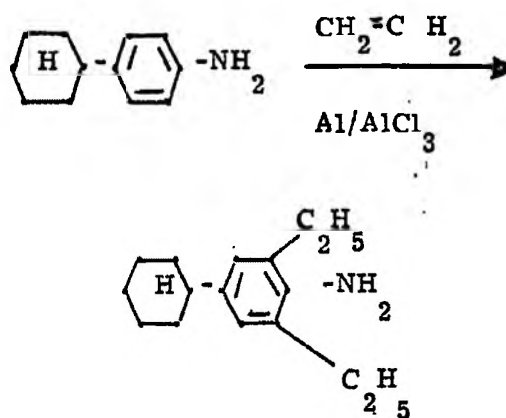
5 isotiocianato de 2,6-di-pentil-(2)fenilo p.eb. 148-152^oC/
1,4 mm Hg.

isotiocianato de 2-metil-4,6-di-ter-butil-fenilo p.eb. 135-139^oC/

1.5 mm Hg.

Ejemplo 8 A

10 4 ciclohexil-2,6-dietil-anilina:



15 Se calientan 300 g de α -amino-ciclohexil-benceno, 5,0 g de granulado de aluminio y 17 g de cloruro de aluminio anhidro a 250^oC en un autoclave de acero y se inyecta etileno hasta una presión interior de 200 átomosferas. Después de la caída de la presión se inyecta nuevamente etileno hasta que terminada la absorción; duración aproximadamente 7 horas. Después

20 del enfriamiento, la preparación así obtenida se agita con 500 ml de benceno, 300 ml de lejía de soda cáustica al 40% y 500 ml de agua

durante 15 minutos a 40-50°C. La fase bencénica se separa, se lava con agua, se deshidrata con carbonato de potasio y se fracciona. P.eb.: 148-150°C/0,8 mm Hg; rendimiento: 318 g.

En forma análoga pueden prepararse

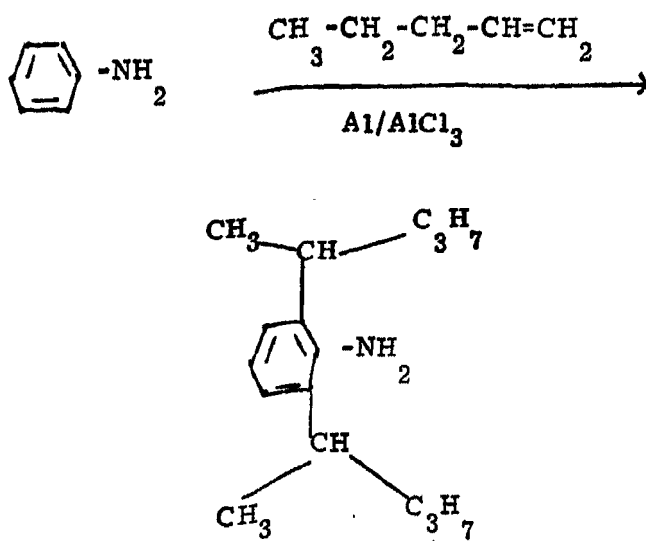
5 los siguientes derivados de anilina:

2,4,6-trietil-anilina,	p.eb.: 89-91°C/0,6 mm Hg.
4-n-propil-2,6-dietil-anilina,	p.eb.: 102°C/1,4 mm Hg.
4-isopropil-2,6-dietil-anilina	p.eb.: 103-105°C/2,0 mm Hg.
4-n-butil-2,6-dietil-anilina	p.eb.: 117-118°C/2,0 mm Hg.
10 4-iso-butil-2,6-dietil-anilina	p.eb.: 97-99°C/0,7 mm Hg.
4-ter-butil-2,6-dietil-anilina	p.eb.: 89-91°C/0,6 mm Hg.

Ejemplo 9 A

2,6-bis-fenil-(2)-anilina:

15

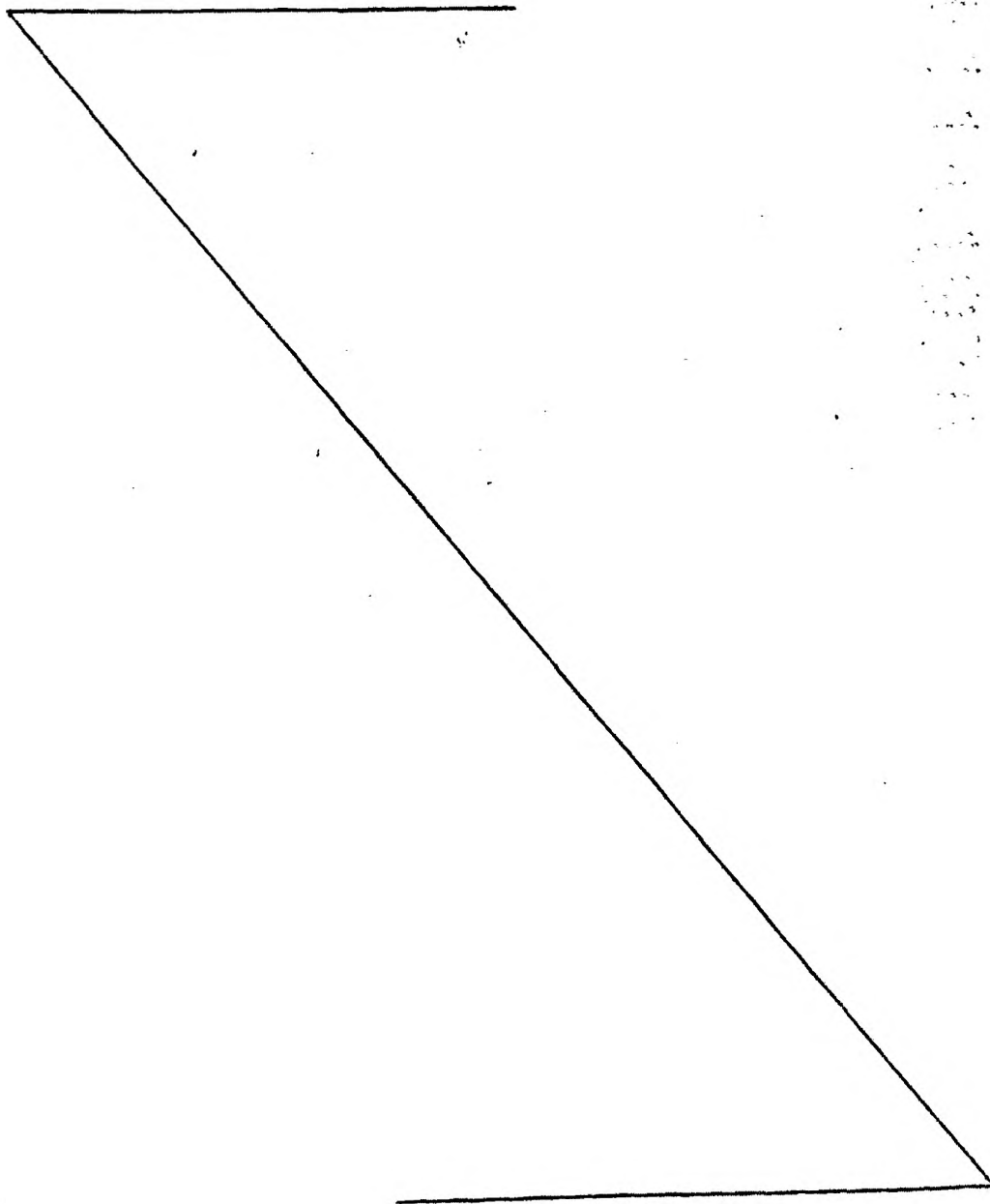


Se calientan en un autoclave de acero a 300°C 170 g de anilina, 5 g de granulado de aluminio y 15 g de cloruro de aluminio anhidro y se introducen por bombeo en el transcurso de unas 5 horas 300 g de penteno -(1) hasta una presión interior de 300 atmósferas. Subsiguientemente la preparación se mantiene todavía durante 6 horas a 300°C, bajando la presión interior hasta 107 atmósferas. Después del enfriamiento, el contenido del autoclave se agita con 500 ml de benceno, 250 ml de lejía de soda cáustica al 40% y 300 ml de agua durante 15 minutos a 30-40°C, la capa de benceno se lava con agua, se deshidrata con carbonato de potasio y se fracciona. Se obtienen 113 g de 2-mono-pentil-(2) anilina de p. eb. 78-82°C/0,6 mm Hg. y 131 g de 2,6-bis-pentil (2) anilina de p. eb. 168-174°C/0,5 mm Hg.

Análogamente se obtienen, a partir de anilina y ciclopenteno la 2-ciclopentil-anilina, p. eb. 102-109°C/1,7 mm Hg y la 2,6-diciclopentil-anilina p. eb. 159-163°C/1,5 mm Hg, a partir de p-toluidina y ciclopenteno, la 4-metil-2-ciclopentil-anilina, p. eb. 104-106°C/0,7 mm Hg y la 4-metil-2,6-diciclopentil-anilina, p. eb. 157-158°C/0,8 mm Hg; a partir de p-toluidina y buteno-(1), la 4-metil-2-sec-butil-anilina, p. eb. 72°C/1,0 mm Hg y la 4 metil-2,6-di-sec-butil-anilina, p. eb. 121-128°C/3,0 mm Hg, a partir de o-toluidina e isobuteno, con Tonsil K10 como catalizador y a 200°C y 200 atmósferas de presión la 6-metil-2,4-di-ter-butil anilina de p. eb. 101-103°C/1,1 mm Hg.

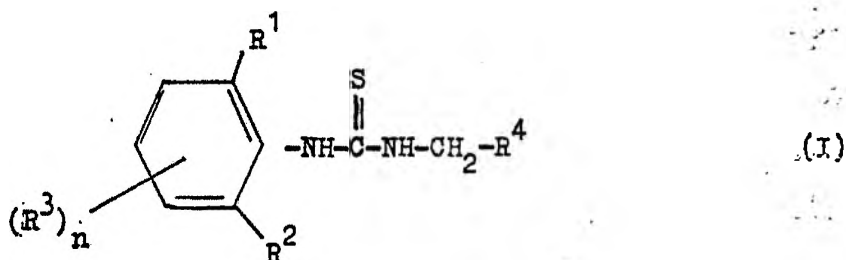
Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

5



REIVINDICACIONES

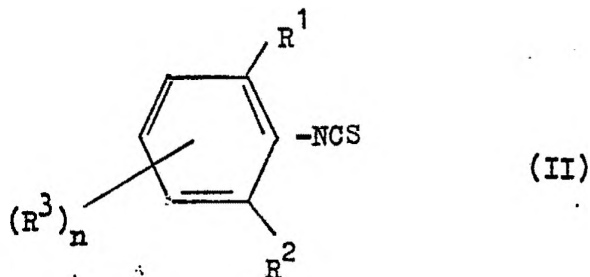
1. Procedimiento para la producción de N-aril-N°-alquil-tioureas, de fórmula:



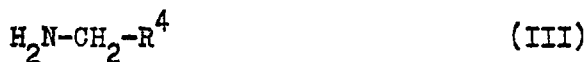
5 en la que R¹ es alquilo ó cicloalquilo; R² es alquilo con por lo menos 2 átomos de carbono ó cicloalquilo; R³ es alquilo, cicloalquilo ó halógeno; n es 0, 1 ó 2, pudiendo los restos R³ ser iguales ó diferentes cuando n=2; y R⁴ es hidrógeno, alquilo, alquenilo, cicloalquilo, ó cicloalquenilo; caracterizado porque:

10

isotiocianatos de arilo de fórmula



en la cual R¹, R², R³ y n tienen los significados arriba indicados, se hacen reaccionar con alquilaminas de fórmula



en la cual R^4 tiene el significado arriba indicado, eventualmente en presencia de un disolvente.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se trabaja con un exceso de alquilamina.

5 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción se efectúa en presencia de bases orgánicas terciarias, a temperaturas de 10 a 120°C.

10 4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque la reacción se efectúa a temperaturas de 20 a 60°C.

5.- Procedimiento para la producción de N-aril-N'-alquiltioureas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

15 Esta Memoria consta de 70 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 28 NOV. 1978

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.

J. M. GOMEZ ACEBO Y POMBO
p. p. Firmado J. Suarez Diaz

