

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA
Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

10	ES	11	NUMERO	10-A1
		21	488071	
		22	FECHA DE PRESENTACION	
			10 ENE 1980	

PATENTE DE INVENCION

Concedido el Registro de esta Patente con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la memoria adjunta.

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
	31) NUMERO				
	P 29 03 592.5		31 de enero de 1.979		Rep. Federal Alemana

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	52	PATENTE DE LA QUE ES D'INIC. I.A. HA
			C07F 9/40 // ADIN 9/36		

54	TITULO DE LA INVENCION
	PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS DE CARBAMILO FOSFORILIZADOS, DE EFECTO PESTICIDA.

71	SOLICITANTE (S)
	BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.

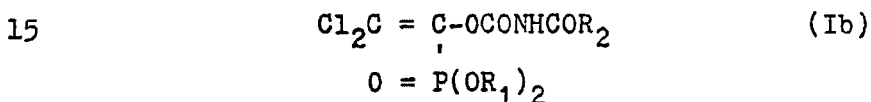
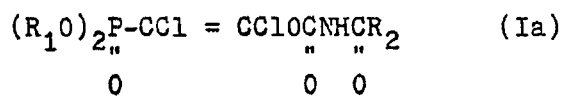
72	INVENTOR (ES)
	Dr. Engelbert Kühle., Dr. Hermann Hagemann., Dr. Wolfgang Behrenz., Dr. Ingeborg Hammann., Dr. Wilhelm Stendel.

73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.

La presente invención se refiere a nuevos compuestos de carbamilo fosforilizados, a un procedimiento para su obtención así como a su empleo como medio para combatir las plagas, especialmente como insecticidas.

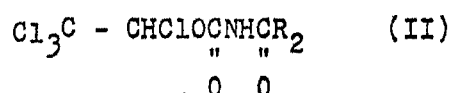
5 Ya es conocido que los compuestos de fósforo orgánicos conteniendo cloro poseen un efecto insecticida. Así el éster del ácido 0,0-dimetil-(1-hidroxi-2,2,2-tricloroetil)-fosfórico (triclorofono) se emplea prácticamente desde hace años en la agricultura y en el sector de la higiene. Respecto a la velocidad de actuación este producto no siempre satisface. Se ha descubierto ahora que los nuevos compuestos de carbamilo fosforilizados de la fórmula general



20 donde R¹ significa un resto alquilo inferior, preferentemente un resto C₁-C₄-alquilo y R² significa un resto alcoxi, cicloalcoxi, aralcoxi, ariloxi, alquilmercapto, cicloalquilmercapto, aralquilmercapto, arilmercapto, en caso dado sustituidos, el resto amoniaco, un resto amina alifática, cicloalifática, aralifática, aromática ó hetero-

cíclica, o un resto oximino, muestran una alta eficacia como agentes para combatir las pestes, especialmente una fuerte propiedad insecticida.

5 Asimismo se han descubierto que los compuestos de fórmula (Ia) y (Ib) se obtienen si compuestos de tetracloroetoxicarbamoilo de fórmula (II)



donde R_2 tiene el significado arriba indicado, se hace reaccionar con un trialquilfosfito de fórmula



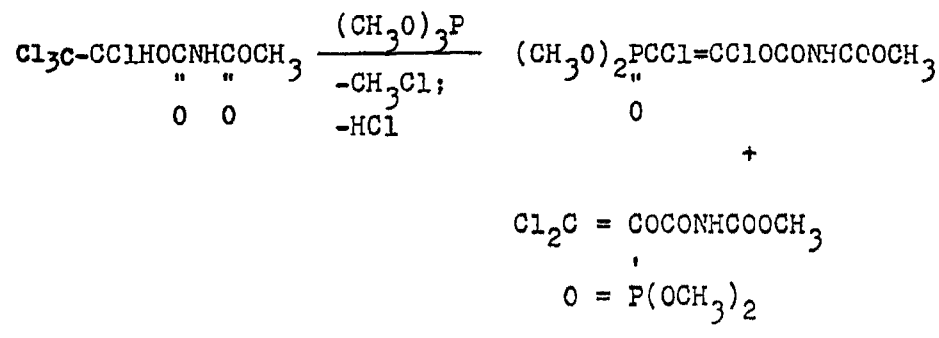
donde R_1 tiene el significado arriba indicado, en presencia de un diluyente.

15 Es sorprendente que los compuestos de la presente invención muestren una eficacia más alta y de iniciación más rápida que los agentes para combatir las pestes, y en especial posean sin embargo una actividad insecticida superior a la de los compuestos mencionados pertenecientes al actual estado de la técnica.

20 Los nuevos compuestos hallados representan por lo tanto un enriquecimiento de la técnica.

El desarrollo de la reacción se puede represen-

tar, al emplear tetracloroetoxicarbonilcarbamidato de metilo y trimetilfosfito mediante el siguiente esquema de fórmulas



5 Los compuestos de tetracloroetoxicarbamoilo al
emplear como productos de partida están definidos por la
fórmula (II). En esta fórmula está R₂ preferentemente
por un resto alcoxi, saturado o insaturado, con 1 - 6 áto-
mos de carbono que, en caso dado, puede estar sustituido
10 por halógeno, alcoxi-, alquiltio- o dialquilamino, un resto
cicloalcoxi saturado o insaturado, con 5 - 7 átomos de
carbono de anillo, que en caso dado puede estar sustituido
por alquilo inferior, un resto aralcoxi con 7 - 12 átomos
de carbono que en caso dado puede estar sustituido por ha-
15 lógeno, nitro, alquilo, alcoxi, trihalogenometilo, un resto
ariloxi, en caso dado sustituido por halógeno, nitro, alquilo,
alcoxi, trihalógenometilo, un resto alquilmercapto, ciclo-
alquilmercapto o aralquilmercapto, en caso dado sustitui-
dos por alcoxi, alquilmercapto o dialquilamino, un resto

arilmercapto, en caso dado sustituido por halógeno, nitro, alquilo o trihalógenometilo, amoniaco, un resto amino, primario o secundario, alifático, cicloalifático, aralifático, con 1-10 átomos de carbono, un resto arilamino, en caso
5 dado sustituido por halógeno, nitro, alquilo, alcoxi, trihalógenometilo, trihalógenometoxi, trihalógenometilmercapto, un resto amino heterocíclico con 1-3 heteroátomos o un resto oximino, que se deriva de oximas alifáticas, cicloalifáticas, aralifáticas o aromáticas.

10 Los compuestos de fórmula II se pueden obtener por adición de los correspondientes compuestos hidroxilmercapto, amino u oximino al conocido tetracloroetoxicarbonilisocianato (literatura: Zh. Org. Khim 12, 1963 (1976)).

15 Los trialkilfosfitos asimismo necesarios para la reacción son conocidos, tales como por ejemplo el trimetil-, trietil-, tripropil- y triisopropil-fosfito.

20 Como diluyentes entran en consideración los disolventes orgánicos inertes, Entre estos se encuentran los éteres, tales como tetrahidrofurano y dioxano; los hidrocarburos, tales como benceno y tolueno; los hidrocarburos clorados, tales como tetracloroetano y clorobenceno.

25 La reacción se efectúa por calentamiento de los componentes de partida en proporción molar 1 : 1 en un diluyente a 50-120°C, preferentemente entre 80-120°C, disociándose cloruro alquílico de hidrógeno clorado. Terminado

el desarrollo de gas está completada la reacción.

La elaboración de la solución de reacción se efectúa por separación, por destilación del disolvente, con lo que asimismo se retiran las restantes partes volátiles.

Por esta razón los compuestos de (I) de la presente invención se pueden emplear con éxito para la protección de las plantas como medio para combatir las plagas.

Las sustancias activas son adecuadas, con buena compatibilidad por las plantas y favorable toxicidad para los seres de sangre caliente, para combatir las plagas animales, especialmente los insectos, ácaros y nematodos que se presentan en la agricultura, en los bosques, en la protección de los productos almacenados y de materiales, así como en el sector de la higiene. Son activos contra las especies de sensibilidad normal y resistentes, así como contra todos o algunos de los estados de desarrollo.

Las plagas arriba mencionadas comprenden:

de la clase de los isópodos, por ejemplo, *Oniscus asellus*, *Armadillidium vulgare*, *Porcellio scaber*;

de la clase de los diplópodos, por ejemplo, *Blaniulus guttulatus*;

de la clase de los quilópodos, por ejemplo, *Geophilus carpophagus*, *Scutigera spec.*;

de la clase de los simfilos, por ejemplo, *Scutigera imma-*

- culata;
- de la clase de los tisanuros, por ejemplo, *Lepisma saccharina*;
- de la clase de los colémbolos, por ejemplo, *Onychiurus armatus*;
- 5 de la clase de los ortópteros, por ejemplo, *Blatta orientalis*, *Periplaneta americana*, *Leucophaea maderae*, *Blattella germanica*, *acheta domesticus*, *Gryllotalpa* spp., *Locusta migratoria migratorioides*, *Melanoplus differentialis*,
- 10 *Schistocerca gregaria*;
- de la clase de los dermápteros, por ejemplo, *Forficula auricularia*;
- de la clase de los isópteros, por ejemplo, *Reticulitermes* spp.;
- 15 de la clase de los anópluros, por ejemplo, *Phylloxera vastatrix*, *Pemphigus* spp.; *Pediculus humanus corporis*, *Haematopinus* spp., *Linognathus* spp.;
- de la clase de los malófagos, por ejemplo, *Trichodectes* spp., *Damalinea* spp.;
- 20 de la clase de los tisanópteros, por ejemplo, *Hercinothrips femoralis*, *Thrips tabaci*;
- de la clase de los heterópteros, por ejemplo, *Eurygaster* spp.; *Dysdercus intermedius*, *Piesma quadrata*, *Cimex lectularius*, *Rhodnius prolixus*, *Triatoma* spp.;
- 25 de la clase de los homópteros, por ejemplo, *Aleurodes brassi-*

- cae, Bemisia tabaci, Trialeurodes vaporariorum, Aphis gossypii, Brevicoryne brassicae, Cryptomyzus ribis, Doralis fabae, Doralis pomi, Eriosoma lanigerum, Hyalopterus arundinis, Macrosiphum avenae, Mysus spp., Phorodon humuli, Rhopalosiphum padi, Empoasca spp., Euscelis bilobatus, Nephrotettix cincticeps, Lecanium corni, Saissetia oleae, Laodelphax striacellus, Nilaparvata lugens, Aonidiella aurantii, Aspidiotus hederæ, Pseudococcus spp., Psylla spp.;
- 5 de la clase de los lepidópteros, por ejemplo, Pectinophora gossypiella, Bupalus piniarius, Cheimatoabiabrumata, Lithocolletis blancardella, Hyponomeuta padella, Plutella maculipennis, Malacosoma neustria, Euproctis chrysorrhoea, Lymantria spp., Bucculatrix thurberiella, Phyllocnistis citrella, Agrotis spp., Euxoa spp., Feltia spp., Earias insulana,
- 10 Heliothis spp., Laphygma exigua, Mamestra brassicae, Panolis flammea, Prodenia litura, Spodoptera spp., Trichoplusia ni, Carpocapsa pomonella, Pieris spp., Chilo spp., Pyrausta nubilalis, Ephestia kuehniella, Galleria mellonella, Cacoecia podana, Capua reticulana, Choristoneura fumiferana,
- 15 Glysia ambiguella, Homona magnanima, Tortrix viridana;
- 20 de la clase de los coleópteros, por ejemplo, Anobium punctatum, Rhizopertha dominica, Bruchidius obtectus, Acanthoscelides obtectus, Hylotrupes bajulus, Agelastica alni, Lepidotarsa decemlineata, Phaedon cochleariae, Diabrotica spp.,
- 25 Psylloides chrysocephala, Epilachna varivestis, Atomaria spp.,

- Oryzaephilus surinamensis*, *Anthonomus* spp., *Sitophilus* spp., *Otiorrhynchus sulcatus*, *Cosmopolites sordidus*,
Ceuthorrhynchus assimilis, *Hypera postica*, *Dermestes* spp.,
Trogoderma spp., *Anthrenus* spp., *Attagenus* spp., *Lyctus*
5 spp., *Meligethes aeneus*, *Ptinus* spp., *Niptus hololeucus*,
Gibbium Psylloides, *Tribolium* spp., *Tenebrio molitor*,
Agriotes spp., *Conoderus* spp., *Melolontha melolontha*,
Amphimallon solstitialis, *Costelytra zealandica*;
de la clase de los himenópteros, por ejemplo, *Diprion* spp.,
10 *Hoplocampa* spp., *Lasius* spp., *Monomorium pharaonis*, *Vespa*
spp.;
de la clase de los dípteros, por ejemplo, *Aedes* spp., *Anopheles* spp., *Culex* spp., *Drosophila melanogaster*, *Musca* spp.,
Fannia spp., *Calliphora erythrocephala*, *Lucilia* spp., *Chrysomya* spp.,
15 *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;
20 de la clase de los sifonápteros, por ejemplo, *Xenopsylla*
cheopis, *Ceratophyllus* spp.,
de la clase de los arácnidos, por ejemplo, *Scorpio maurus*,
Latrodectus mactans;
de la clase de los acarinos, por ejemplo, *Acarus siro*,
25 *Argas* spp., *Ornithodoros* spp., *Dermanyssus gallinae*, *Erio-*

phyes 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., Te-
tranychus spp.,

5

A los nematodos parasitarios de las plantas
pertenecen Pratylenchus spp., Radopholus similis, Ditylenchus
dipsaci, Tylenchulus semipenetrans, Heterodera spc., Meloi-
dogyne spp., Aphelenchoides spp., Longidorus spp., Xiphinema
spp., Trichodorus spp..

10

Las sustancias activas se pueden transformar
en las formulaciones usuales, tales como soluciones, emul-
siones, polvos pulverizables, suspensiones, polvos, medios
de espolvoreo, espumas, pastas, polvos solubles, granulados,
aerosoles, concentrados de suspensión-emulsión, polvos para
las semillas, materiales naturales y sintéticos impregnados
con la sustancia activa, encapsulamientos finisimos en mate-
riales polimeros y en masas de revestimiento para semillas,
además, en las formulaciones con productos combustibles,
tales como cartuchos, cajas y espirales fumigantes, así como
formulaciones de nebulación de volumen ultrabajo en frío y en
caliente.

15

20

Estas formulaciones se preparan en forma conocida,
por ejemplo, mediante mezcla de las sustancias activas con
materiales de carga, esto es, con disolventes líquidos,

25

gases licuificados bajo presión y/o excipientes sólidos, en caso dado empleando agentes tensioactivos, esto es, emulsio-
nantes y/o dispersantes, y/o agentes espumantes. En el caso
de emplear agua como material de carga se pueden emplear,
5 por ejemplo, también disolventes orgánicos como agentes
disolventes auxiliares. Como disolventes líquidos entran
esencialmente en consideración: los aromatos, tales como
xileno, tolueno, benceno o alquilnaftalenos, los aromatos
clorados y los hidrocarburos alifáticos clorados, tales como
10 los clorobencenos, cloroetilenos o cloruro metilénico, los
hidrocarburos alifáticos, tales como ciclohexano, o las para-
finas, por ejemplo, las fracciones de petróleo crudo, los
alcoholes, tales como butanol o glicol, así como sus éteres,
y ésteres, las cetonas, tales como la acetona, metil etil-
15 cetona, metilisobutilcetona o ciclohexanona, los disolventes
fuertemente polares, tales como dimetilformamida y sulfóxido
dimetilico, así como el agua; bajo agentes de carga o exci-
pientes gaseosos licuificados se entienden aquellos líquidos
que, a temperatura normal y bajo presión normal, son gaseosos,
20 por ejemplo, gases de propulsión de aerosol, tales como hidro-
carburos halogenados, así como butano, propano, nitrógeno y
dióxido de carbono; como excipientes sólidos: los minerales
naturales molidos, tales como caolinas, arcillas, talco,
creta, cuarzo, atapulgita, montmorillonita o tierra de dia-
25 tomeas, o minerales sintéticos molidos, tales como ácido

- silicico altamente disperso, óxido de aluminio y silicatos; como excipientes sólidos para granulados: minerales naturales rotos y fraccionados, tales como calcita, mármol, piedra pómez, sepiolita, dolimita, así como granulados sintéticos
- 5 de harinas inorgánicas y orgánicas así como granulados de materiales orgánicos, tales como serrines, cáscaras de nuez de coco, panochas de maíz, y tallos de tabaco; como agentes de emulsión y/o generadores de espuma: los emulsionantes no iónicos y aniónicos, tales como ésteres polioxietilénicos de
- 10 ácido graso, éteres polioxietilénicos de alcohol graso, por ejemplo, alquilaril-poliglicol-éter, alquilsulfonatos, aril-sulfonatos, así como los hidrolizados de albúmina; como agentes de dispersión; por ejemplo lignina, lixiviaciones sulfíticas y celulosa metilica.
- 15 En las formulaciones se pueden emplear adhesivos, tales como celulosa carboximetilica, polimeros naturales y sintéticos pulverulentos, granulados o en forma de latex tales como goma arábica, alcohol polivinilico, acetato de polivinilo.
- 20 Se pueden emplear colorantes, tales como pigmentos inorgánicos, por ejemplo, óxido de hierro, óxido de titanio, azul ferrocianico y colorantes orgánicos, tales como colorantes de alizarina, azo-metal-ftalocianinicos y nutrientes en huellas, tales como sales de hierro, manganeso, boro, cobre,
- 25 cobalto, molibdeno y zinc.

Las formulaciones contienen por lo general entre 0,1 y 95% en peso de sustancia activa, preferentemente entre un 0,5 y 90%.

5 La aplicación de las sustancias activas según la presente invención se efectúa en forma de sus formulaciones comerciales y/o de las formas de aplicación preparadas de estas formulaciones.

10 El contenido de sustancia activa de las formas de aplicación preparadas de las formulaciones comerciales, pueden variar dentro de un amplio margen. Las concentraciones de sustancia activa de las formas de aplicación pueden encontrarse desde un 0,0000001 hasta 100% en peso de sustancia activa, preferentemente entre un 0,01 y 10% en peso.

15 La aplicación se efectúa en una forma usual adaptada a las formas de aplicación.

20 Al ser empleadas contra las plagas de la higiene y de los alimentos se caracterizan las sustancias activas por un excelente efecto residual sobre madera y arcilla, así como su buena estabilidad alcalina sobre bases encaladas.

EJEMPLO A.-

Ensayo LT₁₀₀ para dípteros.

Animales de ensayo: Musca doméstica resistant

Cantidad de animales de ensayo: 25

25 Disolvente: acetona.

2 partes en peso de sustancia activa se, recogen en 1000 partes en volumen de disolvente. La solución así obtenida se diluye con ulterior disolvente a las concentraciones deseadas.

5 2,5 cc de solución de sustancia activa se colocan con pipeta en un cuenco de Petri. Sobre el fondo del cuenco de Petri se encuentra un papel filtrante con un diámetro de unos 9,5 cm. El cuenco de Petri se deja abierto hasta que el disolvente se haya evaporado totalmente. Según la concentración de la solución de sustancia activa será diferente la cantidad de sustancia activa por m² de papel filtrante. A continuación se coloca el número de animales de ensayo indicado en cuenco de Petri y se cubre con una tapa de vidrio.

15 Se comprueba continuamente el estado de los animales de ensayo. Se determina el tiempo para lograr un efecto knock down del 100%.

20 En éste ensayo muestran, por ejemplo, los siguientes compuestos de los ejemplos de obtención un efecto superior en comparación con el actual estado de la técnica: 1-17, 23, 24.

EJEMPLO B.-

Ensayo de tiempo letal TL₁₀₀ para dípteros.

Animales de ensayo: *Aedes aegypti*

25 Cantidad de animales de ensayo: 20

Disolvente: Acetona.

2 partes en peso de la sustancia activa se recogen en 1000 partes en volumen del disolvente. La solución así obtenida se diluye con más disolvente hasta las concentraciones menores deseadas.

Mediante una pipeta se colocan 2,5 cc de la solución de sustancia activa en un cuenco de Petri. Sobre el fondo del cuenco de Petri se encuentra un papel de filtro de aproximadamente 9,5 cm de diámetro. El cuenco de Petri permanece abierto hasta que se haya evaporado totalmente el disolvente. De acuerdo con la concentración de la solución de la sustancia activa, varía la cantidad de sustancia activa por m² de papel de filtro. Seguidamente se introduce el número indicado de animales a ensayar en el cuenco de Petri y se cubre ésta con su tapa de vidrio.

El estado de los animales de ensayo se observa continuamente. Se determina el tiempo necesario para abatir el 100% de ellos (knock-down).

En este ensayo, por ejemplo, muestran los siguientes compuestos de los ejemplos de obtención una eficacia superior en comparación con el estado de la técnica: 1-16, 23, 24.

EJEMPLO C.-

Ensayo LD₁₀₀

Animales de ensayo: *Sitophilus granarius*.

Cantidad de animales de ensayo: 25

Disolvente: Acetona.

5 2 partes en peso de la sustancia activa se reco-
gen en 1000 partes en volumen del disolvente. La solución
así obtenida se diluye con más disolvente hasta las concen-
traciones menores deseadas.

10 Mediante una pipeta se colocan 2,5 cc de la solu-
ción de sustancia activa en un cuenco de Petri. Sobre el
fondo del cuenco de Petri se encuentra un papel de filtro de
aproximadamente 9,5 cm de diámetro. El cuenco de Petri per-
manece abierto hasta que se haya evaporado totalmente el
disolvente. De acuerdo con la concentración de la solución
de la sustancia activa, varía la cantidad de sustancia activa
por m² de papel de filtro. A continuación se introduce el
15 número indicado de animales de ensayo en el cuenco de Petri
y se cubre éste con una tapa de vidrio.

El estado de los animales de ensayo se observa
3 días después de iniciar el ensayo. Se determinan las muer-
tes en %. Aquí significa 100% que se mataron todos los ani-
20 males de ensayo, 0% significa que no se mató ningún animal
de ensayo.

25 En este ensayo muestran, por ejemplo, los siguien-
tes compuestos de los ejemplos de preparación una eficacia
superior en comparación con el estado de la técnica: 1-17,
23, 24.

EJEMPLO D.-

Ensayo con Myzus.

Disolvente: 3 partes en peso de acetona

Emulsionante: 1 parte en peso de alquilarilpoliglicoléter.

5 Para la obtención de un preparado de sustancia activa adecuado se mezcla 1 parte en peso de sustancia activa con la cantidad indicada de disolvente, se agrega la cantidad señalada de emulsionante y el concentrado se diluye con agua a la concentración deseada.

10 Hojas de repollo (*Brassica oleracea*), fuertemente atacadas por el pulgón de la hoja del melocotón (*Myzus persicae*), se tratan por inmersión en el preparado de sustancia activa de la concentración deseada.

15 Después del tiempo deseado se determina el grado de muertes en porcentos. Aquí significa 100% que se mataron todas las orugas; 0% significa que no se mató ninguna oruga.

20 En este ensayo muestran, por ejemplo, los siguientes compuestos de los ejemplos de obtención una eficacia superior en comparación con el actual estado de la técnica: 1,2,4,5,6,7,9,14,15,17,24.

EJEMPLO E.-

Ensayo con larvas de *Lucilia cuprina* res.

Emulsionante: 35 partes en peso de etilenglicolmonometiléter .

35 partes en peso de nonilfenolpoliglicoléter.

25 Para la obtención de un preparado conveniente de sustancia activa se mezclan 3 partes en peso de sustancia

activa con 7 partes en peso de la mezcla de disolventes arriba indicada y el concentrado así obtenido se diluye con agua a la concentración en cada caso deseada.

5 Unas 20 larvas de *Lucilia cuprina* res se introducen en una probeta de ensayo que contiene aproximadamente 1 cm³ de carne de caballo y 0,5 cc de preparado de sustancia activa. Después de 24 horas se determina el grado de muertes.

10 En este ensayo muestran, por ejemplo, los siguientes compuestos de los ejemplos de obtención una eficacia superior en comparación con el actual estado de la técnica: 5.

EJEMPLO F.-

Ensayo con *Musca autumnalis*.

15 Disolvente: 35 partes en peso de etilenglicolmonometiléter,
35 partes en peso de nonilfenolpoliglicoléter.

20 Para la obtención de un preparado conveniente de sustancia activa se mezclan 3 partes en peso de sustancia activa con 7 partes en peso de la mezcla de disolventes arriba indicada y el concentrado así obtenido se diluye con agua a la concentración deseada.

25 10 *Musca autumnalis* adultas se introducen en cuencos de Petri que contienen discos de papel filtrante de tamaño correspondiente y que un día antes del comienzo del ensayo se impregnaron con un cc del preparado de sus-

tancia activa a comprobar. Después de tres horas se determina el grado de muertes.

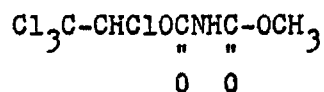
En este ensayo muestran, por ejemplo, los siguientes compuestos de los ejemplos de obtención una eficacia superior en comparación con el actual estado de la técnica: 2,3,4,5 y 9.

EJEMPLOS.-

Obtención de los productos de partida de fórmula

II

10



15

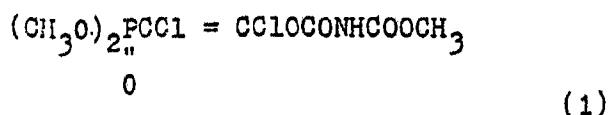
30 g de tetracloroetoxicarbonilisocianato se disuelven en 100 cc de tolueno y gota a gota se mezclan con 5 g de metanol. Sube así la temperatura hasta 35°. La solución de reacción se concentra en vacío y el residuo se recristaliza en bencina de lavado. P.f. 130-131°, rendimiento 23 g = 68% de la teoría.

En forma análoga se obtienen:

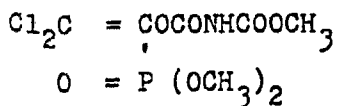
R ²	P.f. (n _D ²⁰)
-OC ₂ H ₅	88 - 89°
-OC ₂ H ₇ i	93 - 96°
-OCH ₂ CH=CH ₂	(1.5047)
-OCH ₂ C≡CH	133- 134°
-OCH ₂ CH ₂ OCH ₃	(1.4991)
-OCH ₂ CH ₂ SC ₂ H ₅	98°

	R ²	P.f. (n _D ²⁰)
		120°
		116 - 117°
		147 - 149°
		168°
5		90°
		132-133°
		120-121°
		112-115°
		aceite claro
10		(1.5700)
		156 - 157°
		130°
		151 - 152°
		181°
15		127 - 128°
		136 - 137°

EJEMPLO 1.-



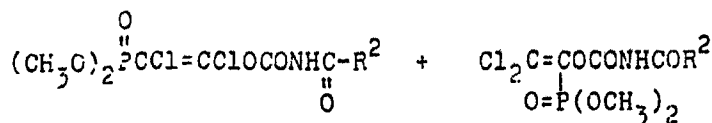
+






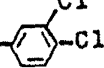
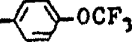


5 de metilo (1/30 moles) se disuelven en 70 cc de tolueno y se mezcla con 5 g de trimetilfosfito. La solución de reacción se calienta bajo agitación hasta a 100°. A esta temperatura se disocia cloruro metilico e hidrógeno clorado. Se mantiene durante una hora a esta temperatura y se calienta durante breve tiempo al reflujo. A continuación se concentra la solución en vacío quedando 9 g de un aceite incoloro. n_D^{20} 1,4682. Rendimiento cuantitativo.

10 Calculado: C 26,1% H 3,1% N 4,3% Cl 22,0%
Hallado : 25,3% 3,1% 3,9% 22,4%

15 En forma análoga se obtienen las mezclas de compuestos

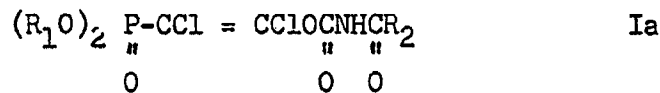


	R^2	n_D^{20}
	$-\text{OC}_2\text{H}_5$	1.4694
	$-\text{OC}_3\text{H}_7$ 1	1.4611
	$-\text{OCH}_2\text{CH}=\text{CH}_2$	1.4807
	$-\text{OCH}_2\text{C}=\text{CH}$	1.4813
5	$-\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$	1.4712
	$-\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{SC}_2\text{H}_5$	1.4827
	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagup \\ -\text{OC}-\text{CN} \\ \diagdown \\ \text{CH}_3 \end{array}$	1.4831
	$-\text{OCH}_2$ 	1.5119
	$-\text{O}$ 	
10	$-\text{O}$ 	1.5240
	$-\text{S}$ 	1.5430
	$-\text{NHC}_2\text{H}_5$ t	1.4802
	$-\text{NH}$ 	1.5225
	$-\text{NH}$ 	1.5535
15	$-\text{NH}$ 	1.4997
	$-\text{ON}=\text{C} \begin{array}{l} \diagup \text{CH}_3 \\ \diagdown \text{SCH}_3 \end{array}$	1.4912

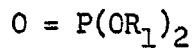
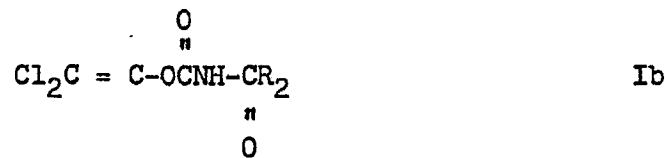
Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la obtención de compuestos de carbamoilo fosforilizados de efecto pesticida, de las fórmulas generales Ia y Ib



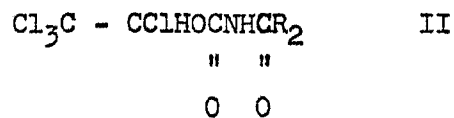
5



donde R_1 significa un resto alquilo inferior y R_2 significa un resto alcoxi, cicloalcoxi, aralcoxi, ariloxi, alquilmercapto, cicloalquilmercapto, aralquilmercapto, arilmercapto, en caso dado sustituidos, el resto amoniaco, un resto amino, alifático, cicloalifático, aralifático, aromático o heterocíclico o un resto oximina, caracterizado porque compuestos de tetraclo

roetoxicarbamoilo de fórmula

10



donde R_2 tiene el significado arriba indicado, se hacen reaccionar con un trialquilfosfito de fórmula

15



donde R_1 tiene el significado arriba indicado, en presencia de un diluyente.

2.- Procedimiento para la obtención de compuestos de carbamoilo fosforilizados, de efecto pesticida, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

5

Esta Memoria consta de 25 nojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 30 ENE 1900

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

A. L. GOMEZ ACEBU Y PONS
a. p. Firmador J. Gomez Acebu

