

PROCESO PARA LA PREPARACIÓN DE ALQUILEN BIS-DITIOFOSFATOS

CAMPO DE LA DIVULGACIÓN

La presente divulgación se refiere a un proceso para preparar alquilen bis-
5 ditiofosfatos. La presente divulgación se refiere particularmente a un proceso
para preparar tetra-alquil alquilen-bis-ditiofosfatos.

TÉCNICA ANTERIOR Y PROBLEMA A RESOLVER:

En la bibliografía se han reportado diversos procesos para preparar
alquilen bis-ditiofosfatos, particularmente tetra-alquil alquilen bis-ditiofosfatos.

10 Por ejemplo, el documento RO63381 describe el uso de agua como
disolvente para la preparación de tetraetil metilen-bis-ditiofosfato haciendo
reaccionar la sal de sodio del ácido O,O'-dietil ditiofosfórico y dicloruro de
metileno. Las enseñanzas del documento RO63381 están dirigidas a la
facilitación de la reacción de la sal sódica del ácido O,O'-dietil ditiofosfórico y
15 dicloruro de metileno en medio acuoso. La reacción de la sal sódica del ácido
O,O'-dietil ditiofosfórico y el dicloruro de metileno en agua se basa en el
principio de solubilidad mejorada del dicloruro de metileno en agua a mayor
presión y temperatura. El documento JP42004454 describe el proceso para
preparar tetraetil metilen-bis-ditiofosfato haciendo reaccionar O,O'-dietil-
20 ditiofosfato con dicloruro de metileno en presencia de compuesto de bromo o
yodo como catalizador y agua como disolvente.

El problema con los procesos descritos en los documentos RO63381 y
JP42004454 es que, dado que implica el uso de agua, no puede utilizarse la
capacidad total de la unidad de fabricación de manera eficiente y el proceso
25 también genera efluente. Además, en el proceso de JP42004454, se usa un

catalizador para impulsar la reacción, lo que aumenta el coste de la materia prima.

Otro documento de patente rumano RO61710 también describe la preparación de tetraetil metilen-bis-ditiofosfato haciendo reaccionar la sal de sodio del ácido O,O'-dietil ditiofosfórico y sulfato de metileno cíclico. El documento JP41006735 describe la preparación de tetraetil metilen-bis-ditiofosfato a partir de O,O'-dietil-ditiofosfato y sulfato de metileno. Sin embargo, el reactivo sulfato de metileno cíclico o sulfato de metileno usado en los procesos no es fácilmente accesible y el procesamiento del efluente que contiene sulfato aumenta el coste de operación.

El documento JP09169785 describe un proceso para preparar bis (dialquil ditiofosfato) alcanos haciendo reaccionar pentasulfuro de fósforo, amonio y dihaloalcano en alcohol inferior como disolvente.

El documento US3014058 describe un proceso para preparar tetra-alquil alquilen bis-ditiofosfato haciendo reaccionar sal metálica de O,O'-dietil fosforoditioato y dibromometano o bromoclorometano en presencia de un disolvente inerte tal como alcohol.

El documento FR¹231107 describe la preparación de tetra-alquil alquilen bis-ditiofosfato haciendo reaccionar O,O'-dietilfosforoditioato de amonio y dibromometano en presencia de agua como disolvente.

El documento GB845647 describe la preparación de tetra-alquil alquilen bis-ditiofosfato haciendo reaccionar O,O'-dietil fosforoditioato de potasio y dibromometano en presencia de acetona como disolvente.

El documento US2928862 describe la preparación de 1,4-bis (di-2-butoxifosfinotioiltio)-2-buteno haciendo reaccionar O,O'-di-sec-butil

fosforoditioato y 1,4-dicloro-2-butenol en etanol como disolvente.

Los procesos descritos en la bibliografía de patentes anterior emplean al menos un disolvente para facilitar la reacción. El uso del disolvente reduce el rendimiento por unidad de tiempo y requiere el procesamiento del disolvente para su reutilización, cuya cantidad y calidad disminuye luego de cada reutilización.

Por lo tanto, existe la necesidad de un procedimiento para preparar alquilen bis-ditiofosfatos, particularmente tetraalquil alquilen bis-ditiofosfatos usando materias primas disponibles fácilmente y sin usar un disolvente.

10 **OBJETOS/OBJETIVOS DE LA DIVULGACIÓN:**

A continuación se describen algunos de los objetos de la presente divulgación, que al menos en una realización están adaptados para proporcionarlos:

Es un objeto de la presente divulgación proporcionar un proceso para preparar alquilen-bis-ditiofosfatos.

Otro objeto de la presente divulgación es proporcionar un proceso para preparar tetra-alquil alquilen bis-ditiofosfatos.

Todavía otro objeto de la presente divulgación es proporcionar un proceso para preparar tetraetil metilen-bis-ditiofosfato.

Otro objeto más de la presente divulgación es proporcionar un proceso para preparar alquilen-bis-ditiofosfatos que se lleva a cabo sin usar un disolvente.

Un objeto adicional de la presente divulgación es proporcionar un proceso para preparar alquilen-bis-ditiofosfatos que sea eficiente y simple.

Otros objetos y ventajas de la invención descritos en la presente

divulgación serán más evidentes a partir de la siguiente descripción que no pretende limitar el alcance de la invención desvelada en la presente divulgación.

RESUMEN DE LA DIVULGACIÓN:

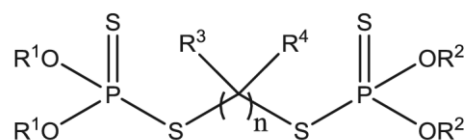
5 La presente divulgación se refiere a un proceso para preparar alquilen bis-ditiofosfatos, particularmente tetra-alquil alquilen bis-ditiofosfatos haciendo reaccionar la sal correspondiente de O,O'-dialquil ditiofosfato y un agente de inserción alquilen.

Las técnicas anteriores ni divulgan ni sugieren/enseñan/motivan para
 10 llevar a cabo la reacción de la sal de O,O'-dialquil ditiofosfato y el agente de inserción de alquilen en condiciones de alta temperatura y presión en presencia de gas inerte sin usar un disolvente. Una de las ventajas del proceso de la presente divulgación es que, dado que no se usa disolvente, se mejora la producción del producto por unidad de tiempo y no se genera efluente,
 15 mejorando de este modo la economía de la operación. Esto también hace que el proceso sea respetuoso con el medio ambiente.

Además, el material de partida utilizado para preparar alquilen-bis-ditiofosfatos está fácilmente disponible.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA DIVULGACIÓN

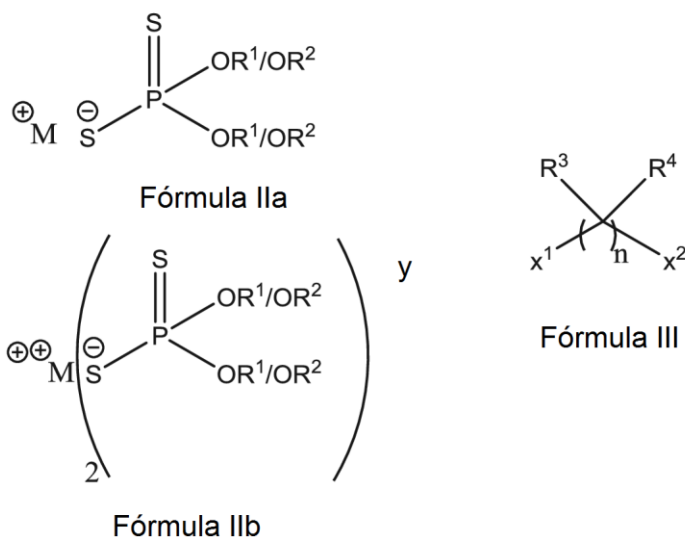
20 La presente divulgación se refiere a un proceso para preparar alquilen bis-ditiofosfatos, particularmente tetra-alquil alquilen bis-ditiofosfatos de Fórmula I.



Fórmula I

El compuesto de Fórmula I se prepara haciendo reaccionar un compuesto de Fórmula IIa o Fórmula IIb y un agente de inserción de alquileo de Fórmula III. Las etapas del proceso se describen a continuación.

El compuesto de Fórmula IIa o IIb y el agente de inserción de alquileo de Fórmula III se cargan en un recipiente a una temperatura que oscila de aproximadamente 10 °C a aproximadamente 50 °C. El recipiente se cierra/sella herméticamente y se pasa o se purga un gas inerte en el recipiente para obtener una presión inicial en el intervalo de aproximadamente 0,5 kg/cm² a aproximadamente 3,0 kg/cm². La relación del compuesto de Fórmula IIa o IIb con el agente de inserción de alquileo de Fórmula III añadido en el recipiente oscila de aproximadamente 1:0,5 a aproximadamente 1:10. Normalmente, también se puede emplear una relación superior a 1:10 del compuesto de Fórmula IIa o IIb al agente de inserción de alquileo de Fórmula III con menos ventajas del proceso de reacción.



15

La mezcla en el recipiente se calienta a una temperatura que oscila de aproximadamente 10 °C a aproximadamente 120 °C, particularmente de 50 °C

a aproximadamente 120 °C, para obtener una presión que oscila de aproximadamente 2,5 kg/cm² a aproximadamente 15 kg/cm².

Se puede formar una cantidad pequeña de un compuesto de Fórmula I en cualquier condición de temperatura y presión positiva. Para que la reacción sea comercial y técnicamente viable, la reacción del compuesto de Fórmula IIa o
5 Fórmula IIb y el agente de inserción de alquileo de Fórmula III se lleva a cabo a una temperatura que oscila de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 120 °C y a una presión que oscila desde aproximadamente 2,5 kg/cm² a aproximadamente 15 kg/cm².

10 Las condiciones de presión mantenidas durante la reacción dependen de las condiciones de temperatura empleadas y del gas inerte utilizado para mantener una atmósfera inerte.

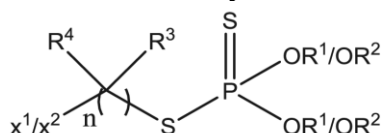
En una de las realizaciones no limitantes e ilustrativas de la presente divulgación, la presión es de aproximadamente 2,5 kg/cm² cuando la
15 temperatura es de aproximadamente 50 °C. En otra realización no limitante e ilustrativa de la presente divulgación, la presión es de aproximadamente 15 kg/cm² cuando la temperatura es de aproximadamente 120 °C. Sin embargo, cuando la temperatura oscila de aproximadamente 50 °C a aproximadamente 120 °C, es probable que la presión pueda oscilar entre aproximadamente 2,5
20 kg/cm² y aproximadamente 15 kg/cm².

En una de las realizaciones preferidas de la presente divulgación, la reacción del compuesto de Fórmula IIa o Fórmula IIb y el agente de inserción de alquileo de Fórmula III se lleva a cabo a una temperatura de aproximadamente 70 °C a aproximadamente 95 °C y la presión oscila de
25 aproximadamente 5 kg/cm² a aproximadamente 10 kg/cm².

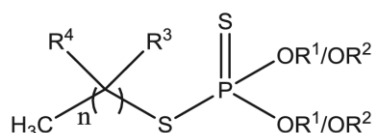
La atmósfera inerte se logra utilizando un gas inerte como nitrógeno y argón.

La reacción del compuesto de Fórmula IIa o Fórmula IIb y el agente de inserción de alquileo de Fórmula III se lleva a cabo durante un período de tiempo que oscila de aproximadamente 6 a aproximadamente 15 horas.

En la última etapa, después de la finalización de la reacción, el recipiente y el producto se enfrían y se lavan con agua que comprende al menos una base. Los ejemplos de la base incluyen, pero no se limitan a, carbonato de sodio, bicarbonato de sodio, hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, hidróxido de amonio, carbonato de potasio y bicarbonato de potasio. Se separa y se destila una capa orgánica que comprende el compuesto de Fórmula I para obtener el compuesto de Fórmula I. El compuesto de Fórmula I obtenido por el proceso de la presente divulgación además comprende impurezas de Fórmula IV y Fórmula V. La cantidad de impureza de Fórmula IV oscila del 0,05 % al 0,5 % y la de Fórmula V es de aproximadamente el 0,05 al 1,0 %. Las estructuras de Fórmula IV y Fórmula V son las siguientes:



Fórmula IV



Fórmula V

Para completar la reacción del compuesto de Fórmula IIa o Fórmula IIb y el agente de inserción de alquileo de Fórmula III en un tiempo reducido, se puede añadir al menos un catalizador en la reacción. El catalizador se puede añadir en cualquier etapa, pero manteniendo necesariamente el gas inerte en el recipiente. El catalizador puede ser un catalizador de transferencia de fase.

Los ejemplos de catalizadores útiles para los fines de la presente

divulgación incluyen, sin limitación, ácido para-tolueno sulfónico, bromuro de butil amonio terciario, dimetilformamida, bromuro de sodio, yodo, yoduro de sodio y combinaciones de los mismos.

R^1 y R^2 en la Fórmula I son alquilo C_1-C_5 opcionalmente sustituido. Los alquilo C_1-C_5 incluyen metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, butilo secundario, isobutilo, butilo terciario, pentilo, pentilo terciario, neopentilo, isopentilo, pentilo secundario y 3-pentilo.

En una de las realizaciones de la presente divulgación, R^1 y R^2 en la Fórmula I son alquilo C_1-C_4 . Los alquilo C_1-C_4 incluyen metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, butilo secundario, isobutilo y butilo terciario.

En otra realización de la presente divulgación, R^1 y R^2 en la Fórmula I son alquilo C_1-C_3 . Los alquilo C_1-C_3 incluyen metilo, etilo, propilo e isopropilo.

En otra realización más de la presente divulgación, R^1 y R^2 en la Fórmula I son alquilo C_1-C_2 . Los alquilo C_1-C_2 incluyen metilo y etilo.

En otra realización más de la presente divulgación, R^1 y R^2 en la Fórmula I son etilo.

R^1 y R^2 en la Fórmula I pueden ser iguales o diferentes. Por ejemplo, R^1 puede ser metilo y R^2 puede ser etilo.

R^1 y R^2 pueden estar adicionalmente sustituidos con un grupo que incluye pero no se limita a halógeno tal como Cl, Br, I, OH, CN, NO_2 , CHO, COOH y $COOR^1$.

R^3 y R^4 en la Fórmula I son independientemente hidrógeno o alquilo C_1-C_5 opcionalmente sustituido. Los alquilo C_1-C_5 incluyen metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, butilo secundario, isobutilo, butilo terciario, pentilo, pentilo terciario, neopentilo, isopentilo, pentilo secundario y 3-pentilo.

En una de las realizaciones de la presente divulgación, R^3 y R^4 son alquilo C_1-C_4 . Los alquilo C_1-C_4 incluyen metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, butilo secundario, isobutilo y butilo terciario.

- En otra realización de la presente divulgación, R^3 y R^4 son alquilo C_1-C_3 .
- 5 Los alquilo C_1-C_3 incluyen metilo, etilo, propilo e isopropilo.

En otra realización más de la presente divulgación, R^3 y R^4 son alquilo C_1-C_2 . Los alquilo C_1-C_2 incluyen metilo y etilo.

- En otra realización más de la presente divulgación, R^3 y R^4 son hidrógeno.
- R^3 y R^4 en la Fórmula I pueden ser iguales o diferentes.
- 10 En otra realización de la presente divulgación, R^3 en la Fórmula I es hidrógeno y R^4 en la Fórmula I se selecciona del grupo que consiste en metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, butilo secundario, isobutilo, butilo terciario, pentilo, pentilo terciario, neopentilo, isopentilo, pentilo secundario y 3-pentilo.

- En otra realización de la presente divulgación, R^3 en la Fórmula I es hidrógeno y R^4 en la Fórmula I se selecciona del grupo que consiste en metilo, etilo, propilo, isopropilo, butilo, butilo secundario, isobutilo y butilo terciario.
- 15

En otra realización de la presente divulgación, el sustituyente R^3 en la Fórmula I es hidrógeno y el sustituyente R^4 en la Fórmula I se selecciona del grupo que consiste en metilo, etilo, propilo e isopropilo.

- 20 En otra realización más, R^3 puede ser hidrógeno y R^4 puede ser metilo.

R^3 y R^4 pueden estar sustituidos adicionalmente con un grupo que incluye, sin limitación, halógeno tal como Cl, Br, I, OH, CN, NO_2 , CHO, COOH y COOR¹.

- R^3 y R^4 junto con los átomos de carbono a los que están unidos pueden formar un anillo carbocíclico o heterocíclico. En una realización ejemplar, R^3 y
- 25

R^4 junto con los átomos a los que están unidos forman un anillo carbocíclico o heterocíclico de 3 a 8 miembros.

La denotación "n" en la Fórmula I es un número entero de 1 a 3. En una realización, la denotación "n" oscila de 1 a 2. Preferiblemente, la denotación "n" es 1. Cuando la denotación "n" en la Fórmula I es 2 o 3, entonces R^3 y R^4 pueden estar unidos al mismo átomo de carbono o a átomos de carbono diferentes.

El compuesto de Fórmula I se obtiene a partir del compuesto de Fórmula IIa o IIb y el compuesto de Fórmula III. Los sustituyentes R^1 y R^2 del compuesto de Fórmula IIa o IIb tienen el mismo significado que el descrito anteriormente. La denotación "M" en la Fórmula IIa o IIb es un catión inorgánico o un catión orgánico.

M en el compuesto de Fórmula IIa se selecciona del grupo que comprende NH_4 , y los elementos en el grupo 1 de la tabla periódica moderna tal como Na, y K. M en el compuesto de Fórmula IIb se selecciona de los elementos en el grupo 2 a 16 de la tabla periódica moderna tal como Mg, Cu, Mn, Fe, Co, Pb, Sn, Pt, Pd, Au, Hg, Al y Si.

R^3 y R^4 del compuesto de Fórmula III tienen el mismo significado que el descrito anteriormente. La denotación x^1 y x^2 se seleccionan independientemente del grupo que comprende halógeno, mesilato y triflato. El halógeno se selecciona entre cloro, bromo o yodo. Para los fines de esta invención descrita en la divulgación, cuando cualquiera de los dos o ambos de R^3 y R^4 es/son hidrógeno, entonces el halógeno no es bromo.

En una de las realizaciones de la presente divulgación, el compuesto de Fórmula I preparado mediante el proceso de la presente divulgación tiene la

siguiente definición de los sustituyentes: x^1 y x^2 son independientemente halógeno; n es 1 a 2; R^1 y R^2 son alquilo C_1 - C_4 opcionalmente sustituido; R^3 y R^4 se seleccionan independientemente del grupo que comprende hidrógeno o alquilo C_1 - C_3 opcionalmente sustituido; cuando n es mayor que 1, x^1 y x^2 pueden estar unidos al mismo átomo de carbono o a átomos de carbono diferentes, y R^3 y R^4 pueden estar unidos al mismo átomo de carbono o a átomos de carbono diferentes; y M es un catión inorgánico.

En una de las realizaciones de la presente divulgación, el compuesto de Fórmula I preparado mediante el proceso de la presente divulgación tiene la siguiente definición de los sustituyentes: x^1 y x^2 son independientemente cloro, yodo o flúor; n es 1; R^1 y R^2 son alquilo C_1 - C_2 ; R^3 y R^4 son hidrógeno; y M es Na o K.

En una de las realizaciones preferidas, la sal de sodio, potasio o amonio de O,O'-dietil ditiofosfato se hace reaccionar con dicloruro de metileno o diyoduro de metileno o difluoruro de metileno para obtener tetraetil metilen-bis-ditiofosfato.

La presente divulgación también se refiere al compuesto de Fórmula I obtenido mediante el proceso de la presente divulgación.

La presente divulgación se refiere además al compuesto de Fórmula I obtenido por el proceso de la presente divulgación en una formulación que comprende al menos un excipiente aceptable.

La presente divulgación todavía se refiere adicionalmente al compuesto de Fórmula I obtenido mediante el proceso de la presente divulgación en una combinación con al menos otro producto agroquímico.

La presente divulgación se refiere además al compuesto de Fórmula I

obtenido por el proceso de la presente divulgación en un kit que comprende un paquete que contiene al menos un excipiente aceptable y opcionalmente al menos un producto agroquímico.

La presente divulgación se refiere además al uso del compuesto de
5 Fórmula I obtenido por el proceso de la presente divulgación como producto agroquímico.

El término "producto agroquímico" para los fines de la presente divulgación incluirá cualquier producto químico que se pueda utilizar para proteger o promover el crecimiento o tratar o utilizarse como adyuvante para
10 proteger o promover el crecimiento o el tratamiento de una planta o material vegetal o su locus.

La presente divulgación se refiere además a un método para proteger plantas o materiales vegetales. El método comprende aplicar una cantidad eficaz del compuesto de Fórmula I preparado mediante el proceso de la
15 presente divulgación a la planta o el material vegetal a proteger.

El término "planta" se entiende en este documento que se refiere a todas las plantas y poblaciones de plantas, tales como plantas silvestres deseadas y no deseadas o plantas de cultivo (que incluyen plantas de cultivo naturales). Las plantas de cultivo pueden ser plantas que pueden obtenerse mediante
20 métodos convencionales de mejora u optimización o mediante métodos de ingeniería genética y biotecnológica o combinaciones de estos métodos, incluidas las plantas transgénicas e incluidos los cultivares de plantas que se pueden proteger y que se pueden proteger por los derechos de los cultivadores.

25 Para los fines de la presente divulgación, el término "planta" también

incluye un organismo vivo del tipo ejemplificado por árboles, arbustos, hierbas, céspedes, helechos y musgos, que normalmente crece en un sitio, absorbe agua y requiere sustancias a través de sus raíces y que sintetiza nutrientes en sus hojas mediante fotosíntesis.

5 Los ejemplos de una "planta" para los fines de la presente divulgación incluyen, pero no se limitan a, cultivos agrícolas tales como cereales, maíz, arroz, soja y otras plantas leguminosas, frutas y árboles frutales, nueces y árboles de nueces, cítricos y árboles de cítricos, cualquier planta hortícola, cucurbitáceas, plantas oleaginosas, tabaco, café, té, cacao, remolacha
10 azucarera, caña de azúcar, algodón, patata, tomate, cebollas, pimientos y verduras, plantas ornamentales, plantas florícolas y otras plantas para su uso con seres humanos y animales.

El material vegetal para los fines de la presente divulgación incluye, pero no se limita a, esquejes, hojas, ramitas, tubérculos, flores, semillas, ramas,
15 raíces que incluyen la raíz principal, raíces laterales, pelos radicales, ápice de la raíz, capullo de raíz, rizomas, injertos, brotes, frutos, cuerpos frutales, corteza, tallo, brotes, yemas auxiliares, meristemas, nudos, entrenudos y locus de los mismos.

El término "carbociclo o carbocíclico o carbociclilo" incluye "sistema de
20 anillo carbocíclico aromático" y "sistema de anillo carbocíclico no aromático" o compuestos de anillo policíclicos o bicíclicos (espiro, condensados, de puente, no condensados) en los que el anillo puede ser aromático o no aromático (en el que aromático indica que se satisface la regla de Huckel y no aromático indica que no se satisface la regla de Huckel).

25 El término "heterociclo o heterocíclico o heterociclilo" incluye "sistema de

anillo heteroarilo o heterociclo aromático" y "sistema de anillo heterocíclico no aromático" o compuestos de anillo policíclicos o bicíclicos (espiro, condensados, de puente, no condensados) en los que el anillo puede ser aromático o no aromático, en el que el anillo de heterociclo contiene al menos un heteroátomo seleccionado entre N, O, S(O)₀₋₂, y/o el miembro de anillo C del heterociclo puede sustituirse con C(=O), C(=S), C(=CR*R*) y C=NR*, * indica números enteros (en los que aromático indica que se satisface la regla de Huckel y no aromático indica que no se satisface la regla de Huckel).

En una realización, el proceso para preparar el compuesto de Fórmula I es bifásico.

En el proceso de la presente divulgación de hacer reaccionar el compuesto de Fórmula IIa o IIb y el compuesto de Fórmula III la reacción se lleva a cabo en ausencia de disolvente/codisolvente.

En una de las realizaciones de la presente divulgación, el proceso de reacción del compuesto de Fórmula IIa o IIb y el compuesto de Fórmula III se lleva a cabo en ausencia de un reactivo.

En una de las realizaciones de la presente divulgación, el proceso de reacción del compuesto de Fórmula IIa o IIb y el compuesto de Fórmula III se lleva a cabo en presencia de un reactivo.

La presente divulgación se describe adicionalmente a la luz de los siguientes ejemplos no limitantes que se exponen únicamente con fines ilustrativos y que no deben interpretarse para limitar el alcance de la divulgación.

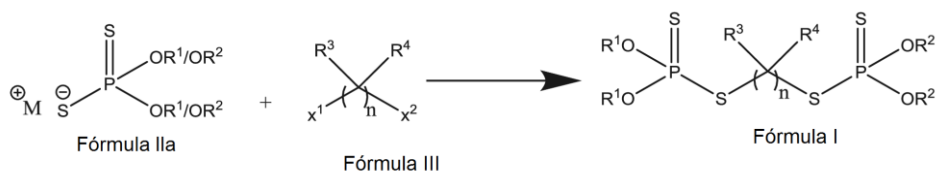
Ejemplos

Ejemplo 1:

Proceso general:

El compuesto de Fórmula IIa o IIb y el agente de inserción de alquileo de Fórmula III se cargaron en un autoclave a 25 °C para obtener una mezcla. El autoclave se cerró y el gas inerte se purgó en el autoclave hasta que se alcanzó una presión de 1 a 2 kg/cm² en el autoclave. La mezcla en el autoclave se calentó a una temperatura de 50 a 120 °C, tiempo durante el cual la presión aumentó de 3 a 15 kg/cm². La reacción se mantuvo entre 50 y 120 °C durante 6 a 15 horas. Una vez completada la reacción, se detuvo el calentamiento, se autoclavó y la mezcla se dejó enfriar a temperatura ambiente. Un producto de Fórmula I junto con subproductos y reactivos sin reaccionar se lavó con una solución acuosa de carbonato de sodio para obtener una capa orgánica y una capa acuosa. La capa orgánica se separó y se destiló para obtener el producto puro de Fórmula I.

La siguiente Tabla 1 representa ejemplos para la preparación del compuesto de Fórmula I mediante el proceso general representado anteriormente.



R¹ y R² es etilo, M es sodio en el N.º de Sr. 1-16 y M es NH₄ en el N.º de Sr. 17, n es 1, x¹ y x² son cloro, R³ y R⁴ son hidrógeno.

Tabla 1:

N.º de Sr.	Fórmula IIa	Fórmula III	Presión inicial de N ₂ (kg/cm ²)	Catalizador	Presión de reacción (kg/cm ²)	Temp. °C	Tiempo de reacción (h)	GC %
	Relación de Fórmula IIa:Fórmula III (MDC)							Fórmula I
1	1	0,5	2,0	-	8,5	85-90	10	81,40
2	1	0,5	1,0	-	7,0	85-90	10	81,00
3	1	1	1,0	-	5,0	85-90	10	78,10
4	1	0,5	1,0	-	2,5	50	10	71,90
5	1	0,5	1,0	-	3,0	60	15	71,96
6	1	0,7	1,0	-	5,0	85-90	10	54,73
7	1	0,5	0,0	-	5,0	85-90	10	54,73
8	1	0,5	1,0	-	15,0	120	10	53,43
9	1	4	1,0	-	8,0	85-90	10	52,66
10	1	2	1,0	-	6,0	85-90	10	52,52
11	1	0,5	2,0	-	3,0	50	10	45,00
12	1	10	1,0	-	10,0	85-90	10	26,97
13	1	4	1,0	-	2,5	60	10	24,33
14	1	0,5	1,0	-	1,0	25-30	24	8,48
15	1	11	1,0	-	2,0	40	10	4,21
16	1	0,5	-	-	3,8	85-90	15	54,73
17	1	0,5	1,0	-	7,0	85-90	12	5

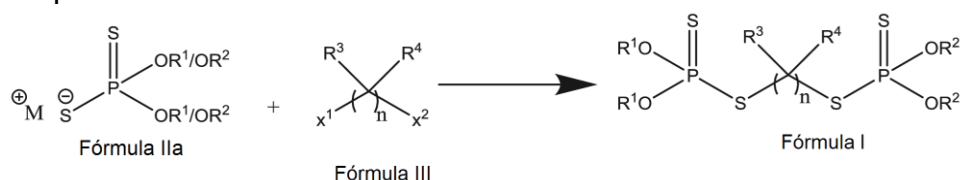
De la tabla anterior, se puede concluir que

- se requiere atmósfera inerte para completar la reacción y limitar la formación de impurezas. En otras palabras, la atmósfera inerte induce una alta selectividad y rendimiento del producto,
- aunque la reacción es viable de 50 a 120 °C, los resultados óptimos se obtienen de 80 a 90 °C, y
- el proceso de la presente divulgación es eficaz a una presión de 2,5 a 15 kg/cm².

Ejemplo 2:

La pluralidad de compuestos de Fórmula I se puede preparar mediante el siguiente proceso:

El compuesto de Fórmula IIa y el agente de inserción de alquileo de
 5 Fórmula III se cargaron en un autoclave a 25 °C para obtener una mezcla. El autoclave se cerró y se purgó nitrógeno gaseoso en el autoclave hasta que se alcanzó una presión de 1 a 2 kg/cm² en el autoclave. La mezcla en el autoclave se calentó a una temperatura de 85-95 °C, tiempo durante el cual la presión aumentó de 3 a 15 kg/cm². La reacción se mantuvo a 85-95 °C durante 10
 10 horas. Una vez completada la reacción, se detuvo el calentamiento, se autoclavó y la mezcla se dejó enfriar a temperatura ambiente. Se lavó el producto de Fórmula I junto con subproductos y reactivos sin reaccionar con una solución acuosa de carbonato de sodio para obtener una capa orgánica y una capa acuosa. La capa orgánica se separó y se destiló para obtener el
 15 producto puro de Fórmula I.



Las realizaciones en este documento y las diversas características y
 detalles ventajosos de las mismas se explican con referencia a las
 realizaciones no limitantes en la descripción. Las descripciones de los
 20 componentes y las técnicas de procesamiento bien conocidas se omiten a fin
 de no oscurecer innecesariamente las realizaciones de este documento. Los
 ejemplos usados en este documento están destinados simplemente a facilitar la
 comprensión de las formas en que se pueden poner en práctica las

realizaciones del presente documento y a permitir adicionalmente a los expertos en la materia a poner en práctica las realizaciones del presente documento. Por consiguiente, los ejemplos no deben interpretarse como limitantes del alcance de las realizaciones de este documento.

5 La descripción anterior de las realizaciones específicas revelará tan completamente la naturaleza general de las realizaciones en este documento que otros, mediante la aplicación del conocimiento actual, pueden modificar y/o adaptar fácilmente dichas realizaciones específicas para diversas aplicaciones sin apartarse del concepto genérico, y, por lo tanto, dichas adaptaciones y
10 modificaciones deben entenderse y se entiende que están dentro del significado y rango de equivalencias de las realizaciones descritas. Debe entenderse que la fraseología o terminología empleada en este documento sirve para fines descriptivos y no de limitación. Por lo tanto, aunque las realizaciones de la presente invención se han descrito en términos de
15 realizaciones preferidas, los expertos en la técnica reconocerán que las realizaciones de la presente invención pueden ponerse en práctica con modificaciones dentro del espíritu y alcance de las realizaciones como se describe en este documento.

 Cualquier discusión de documentos, actos, materiales, dispositivos,
20 artículos y similares que se haya incluido en esta memoria tiene el único propósito de proporcionar un contexto para la divulgación. No debe tomarse como una admisión de que alguna o todas estas materias forman parte de la base de la técnica anterior o eran conocimientos generales comunes en el campo relevante para la divulgación tal como existía en cualquier parte antes
25 de la fecha de prioridad de esta solicitud.

Sin embargo, los valores numéricos mencionados en la descripción y las reivindicaciones siguientes podrían constituir una parte crítica de la invención de la presente divulgación, y cualquier desviación de dichos valores numéricos aún estará dentro del alcance de la presente divulgación si esa desviación
5 sigue el mismo principio científico que el de la invención descrita en la presente divulgación.