





282788

tos conocidos de estructura muy parecida. Por ejemplo, se sometió a ensayo la eficacia del tiofosfato de 0,0-dimetil-0-2,5-dicloro-4-bromofenilo (substancia 2) contra la mosca doméstica, comparándola con la eficacia del conocido tiofosfato de 0,0-dimetil-0-2,4,5-triclorofenilo (substancia 1), a distintas concentraciones. Para ello, se aplicaron sobre papel de filtro suspensiones acuosas de las materias activas y se evaporó el agua.

Sobre el papel así tratado, absorbente, se pusieron moscas domésticas inmediatamente o después de determinados intervalos y se determinó el  $LT_{50}$ . Por  $LT_{50}$  se entiende el tiempo que había tardado en morir el 50% de las moscas.

El resultado de los ensayos comparativos resulta de la Tabla siguiente:

	Concentración	Inmediatamente $LT_{50}$	1 semana $LT_{50}$	2 semanas $LT_{50}$	3 semanas $LT_{50}$	4-semanas $LT_{50}$
Subst. 1	1 %	130	230	250	290	500 Min.
Subst. 2	1 %	110	175	200	230	400 "
Subst. 1	2,5 %	70	130	240	250	500 Min.
Subst. 2	2,5 %	60	90	160	190	250 "

El efecto de la substancia 2 sobre moscas domésticas, a una concentración del 0,05%, es todavía más impresionante. Para ello, se aplicó la solución metanólica de la substancia activa sobre un soporte liso y no absorbente y se determinó el  $LT_{95}$ . Por  $LT_{95}$  se entiende el tiempo que tarda en morir el 95% de las moscas.

Puede verse por la Tabla siguiente el resultado de estos ensayos comparativos :

Substancia 1  $LT_{95}$  80 minutos

282788



Substancia 2             $LT_{95}$             50 minutos

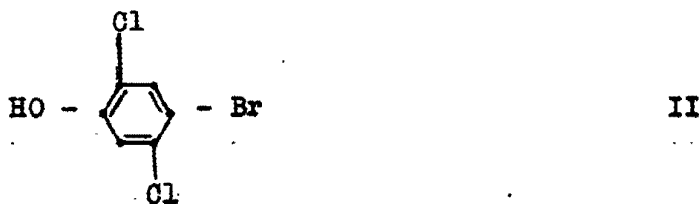
Si se pone igual a 100% el efecto de la substancia 2, se obtiene la Tabla siguiente:

Substancia 1	efecto	62%
Substancia 2	efecto	100% .

Además de un efecto de mayor duración, las substancias activas reivindicadas revelan una toxicidad particularmente pequeña para los animales de sangre caliente. La  $DL_{50}$  (ratón blanco, p.o.) es un promedio de más de 2000 mg/kg.

El empleo de las nuevas substancias activas se verifica de la manera corriente en la lucha contra las plagas. Las materias activas pueden ser empleadas solas o en mezcla con otras materias activas, por ejemplo en forma de suspensiones, soluciones, polvos espolvoreables o pastas. La concentración preferida de materia activa es de 0,01 - 3%.

La obtención de los nuevos ésteres de ácido tiofosfórico de la fórmula 1 se verifica de manera en sí conocida, por ejemplo por transformación de las sales alcalinas de fenoles de la fórmula general



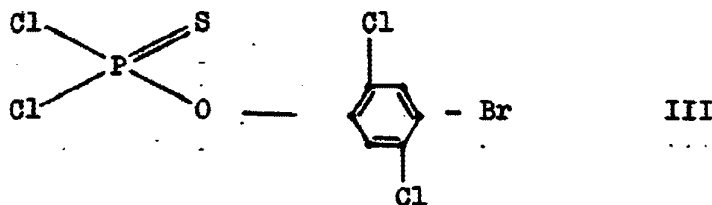
con cloruro de ácido 0,0-dialquiltiofosfórico.

Se ejecuta la reacción en un disolvente orgánico inerte, por ejemplo clorobenzol, a temperaturas elevadas y preferiblemente a 40-120° C. Se llega a los compuestos de la fórmula I también transformando con alcoholatos dicloruro de ácido tiofosfórico de la fórmula

282780



70



Los nuevos ésteres de ácido tiofosfórico de la fórmula I son en parte aceites incoloros y en parte sustancias cristalinas.

75

Los ejemplos siguientes tienen que explicar más detalladamente la invención.

Ejemplo 1

Ester de ácido 0,0-dimetil-0-2,5-dicloro-4-bromofenil-tiofosfórico

80

Se suspenden en 700 cm<sup>3</sup> de clorobenzol de 272,9 g de 2,5-dicloro-4-bromofenol sódico (1,0 mol), se adicionan con 176,6 g de cloruro de ácido 0,0-dimetil-tiofosfórico (1,1 mol) y se calientan removiendo, durante 8 horas, a 100° C. Se le añaden a la carga de reacción 5 g de bromuro potásico como catalizador.

85

Una vez concluida la transformación, se filtra el cloruro sódico, se lava la solución con solución de sosa cáustica diluida y se seca a continuación con sulfato sódico. Previa destilación del clorobenzol, se obtiene un aceite incoloro que, poco después, se solidifica en forma cristalina. Rendimiento de producto en bruto: 95% de la teoría.

90

La purificación se verifica por destilación, y respectivamente por recristalización en metanol.

P.e. 0,01 140 - 142° C, p.f. 51° C.

Rendimiento: 320 g = 85,6% de la teoría (producto puro)

Análisis : cálculo : P. = 8,28      cálculo : S = 8,56%

95

hallazgo: P. = 8,20      hallazgo: S = 8,61%

Ejemplo 2

Ester de ácido 0,0-dietil-0-2,5-dicloro-4-bromofenil-tiofosfórico

La obtención se verificó de la manera descrita en el Ejemplo 1.



28278

100 Como materia prima se emplearon 272,9 g de 2,5-dicloro-4-bro-  
mofenol sódico. Como componente de la reacción, 186,5 g de cloruro  
de ácido 0,0-dietiltiofosfórico.

Rendimiento 380 g = 96% de la teoría.

Análisis cálculo P = 7,8%

Ejemplo 3

105 Producto espolvoreable

Se pulverizan dos partes de sustancia activa sobre 98 partes  
de caolín y se muele hasta homogeneidad.

Ejemplo 4

Producto en suspensión

110 Se pulverizan 25 partes de sustancia activa sobre 73 partes  
de tierra de infusorios y, previa adición de 2 partes de naftalín  
sulfonato sódico, se muele hasta homogeneidad. Se adiciona esta mez-  
cla con agua hasta la concentración deseada.

Ejemplo 5

115 Emulsión

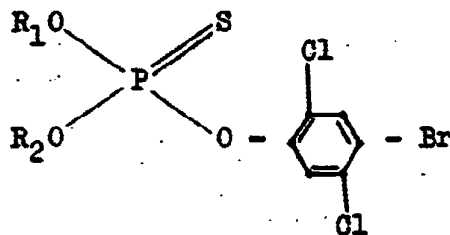
Se disuelven en 75 partes de xilol 20 partes de materia acti-  
va y se añaden 5 partes de butiléster sulfonato ricinoleico. Se sus-  
pende en agua esta solución hasta la concentración deseada.

120 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Alemania el  
30 de Noviembre de 1961, bajo el número B 64 999 IVa/45 1, se aco-  
ge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Pro-  
piedad Industrial y del artículo 42 del Convenio de la Unión.

REIVINDICACIONES  
=====

125 1). Procedimiento para la obtención de un pesticida, caracterizado  
por un contenido de uno o varios compuestos de la fórmula I

28278



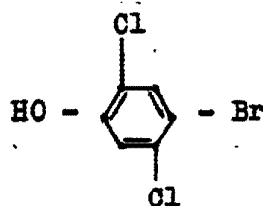
130

donde R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> representan el grupo metílico o el grupo etílico.

2). Procedimiento para la obtención de un pesticida según la reivindicación 1), caracterizado por encontrarse presente la materia activa en una concentración de 0,01 a 3%.

135

3). Procedimiento para la obtención de un pesticida según la reivindicación 1), caracterizado por contener como materia activa un compuesto obtenido por transformación de sus sales alcalinas de fenoles de la fórmula general II

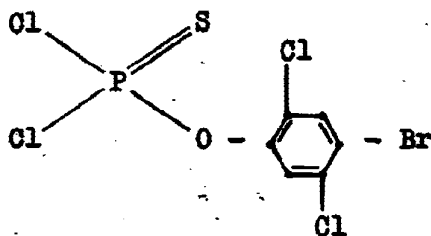


140

con cloruro de ácido 0,0-dietiltiofosfórico.

4). Procedimiento para la obtención de un pesticida según la reivindicación 1), caracterizado por contener como sustancia activa un compuesto obtenido por transformación, con alcoholatos, de un cloruro de ácido tiofosfórico de la fórmula III

145



150

5). Procedimiento para la obtención de un pesticida según las reivindicaciones 1) y 2), caracterizado por un contenido de otro pesticida.

6). Procedimiento para la obtención de un pesticida según la reivin

282788



155

dicación 1), caracterizado por emplearse en forma de productos pulverizables, de suspensiones o de emulsiones.

7). PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE PESTICIDAS.

Esta Memoria consta de siete hojas foliadas y mecanografiadas por un solo lado de sus caras.

Madrid, a 24 de Noviembre de 1962

Bauer