

--- P.- 25.633 ---  
FDP. 1713/3B.6028



293544

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 15 de Noviembre 1963, con el nº 293.544

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

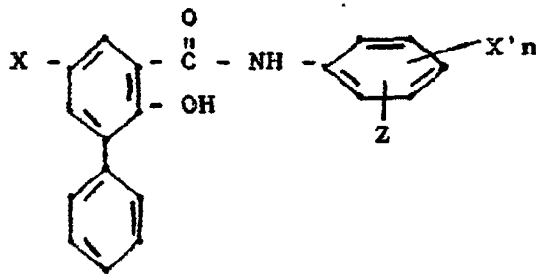
a nombre de MONSANTO CHEMICAL COMPANY, entidad norteamerica-  
rica, establecida en 800 North Lindbergh Boulevard,  
St. Louis, Missouri, E.U.A.

por:

" METODO DE COMBATIR INSECTOS PERJUJ-  
CIALES PARA LA AGRICULTURA "

-----  
Esta invención se refiere a métodos de com  
batir insectos y, también, a formulaciones utilizables  
para ello.

De acuerdo con esta invención, se ha descu-  
5 bierto que se pueden combatir eficazmente los insectos,  
sometiéndolos a la acción de por lo menos una 5-halo-3-  
-fenilsalicilanilida de la fórmula

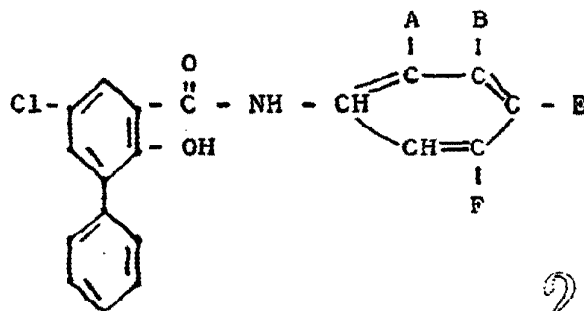


5

en la que X es halógeno de peso atómico comprendido en el margen de 35 a 80 (es decir cloro o bromo), donde Z es hidrógeno o metilo, donde X' es halógeno de peso atómico comprendido en el margen de 18 a 80 (es decir fluor, cloro o bromo), y donde n es un número entero de 1 a 3.

De las 5-halo-3-fenilsalicilanilidas de la fórmula precedente, aquellas en las que Z es hidrógeno y X y X' son halógenos iguales o diferentes de peso atómico comprendido en el margen de 35 a 80 (es decir cloro o bromo), son un grupo particularmente económico y eficaz para combatir insectos masticadores, como por ejemplo las especies de los órdenes respectivos de los Lepidópteros y Ortópteros. Para combatir diversas especies del orden de los Lepidópteros, en particular las especies de la familia de los falénidos (denominados algunas veces nocturnos), cuya larva es extremadamente destructora de los cultivos, son especialmente destacadas las 5-cloro-3-fenilsalicilanilidas de la fórmula

25



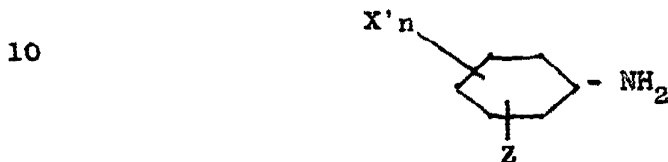
30

293544

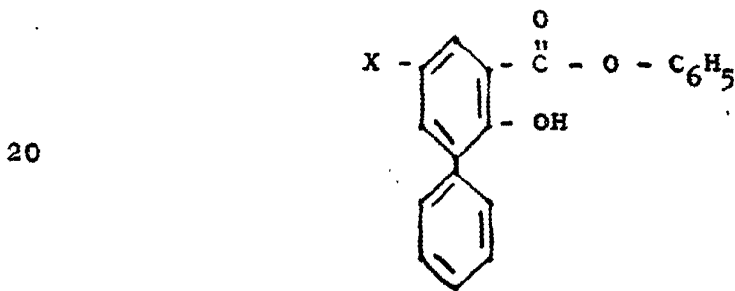


donde A, B, E y F son hidrógeno o cloro, pero donde por lo menos uno pero no más de tres de dichos A, B, E y F son cloro.

Las 5-halo-3-fenilsalicilanilidas anteriormente descritas se preparan fácilmente de acuerdo con el procedimiento descrito en la Patente U.S. nº 2.865.861, es decir por reacción de una anilina sustituida de la fórmula



donde X', n y Z tienen el significado anteriormente descrito, o mezclas de la misma con una proporción sustancialmente equimolecular de un éster fenílico de un ácido 5-halo-3-fenilsalicílico de la fórmula



donde X tiene el significado anteriormente descrito, o mezclas del mismo en presencia de un disolvente orgánico a la temperatura de reflujo del sistema. Para ilustrar tal cosa se indica lo siguiente:

EJEMPLO I

30 Aproximadamente 9,4 partes en peso de

p-cloroanilina, aproximadamente 19,0 partes en peso de  
5-cloro-3-fenilsalicilato de fenilo y aproximadamente 15  
partes en peso de 1,2,4-triclorobenceno, se mezclan ínti-  
mamente y se calientan a 210-245°C durante un periodo  
de 5 a 6 horas, mientras se destila una mezcla de fenol  
y 1,2,4-triclorobenceno. El residuo se enfría seguidamen-  
te, y se deja en reposo durante la noche. La masa soli-  
dificada se lava a continuación con ácido clorhídrico di-  
luido, después con agua, y se seca. Por recristalización  
en benceno seguida por recristalización en etanol acuoso,  
se obtiene 4',5-dicloro-3-fenilsalicilanilida (p.f.149'1-  
150'2°C) en forma de gruesas agujas blancas.

#### EJEMPLO II

Empleando el procedimiento del Ejemplo I,  
pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equi-  
molecular de 2,4,5-tricloroanilina, se obtiene 2', 4', 5,5'-  
tetracloro-3-fenilsalicilanilida, un sólido que funde a  
156-157°C.

#### EJEMPLO III

Empleando el procedimiento del Ejemplo I,  
pero reemplazando el 5-cloro-3-fenilsalicilato de fenilo  
con una cantidad equimolecular de 5-bromo-3-fenilsalici-  
lato de fenilo, se obtiene 4'-cloro-5-bromo-3-fenilsali-  
cilanilida que es un sólido.

#### EJEMPLO IV

Empleando el procedimiento del Ejemplo I,  
pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equi

293544



molecular de p-fluoroanilina, se obtiene 4'-fluoro-5-cloro-3-fenilsalicilanilida, un sólido que funde a 150-153°C.

EJEMPLO V

5

Empleando el procedimiento del Ejemplo 1, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 3,4-dicloroanilina, se obtiene 3', 4', 5-tricloro-3-fenilsalicilanilida, un sólido que funde a 111°C. aproximadamente.

10

EJEMPLO VI

15

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 3,4-dibromoanilina, se obtiene 3', 4'-dibromo-5-cloro-3-fenilsalicilanilida, que es un sólido.

EJEMPLO VII

20

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina y el 5-cloro-3-fenilsalicilato de fenilo respectivamente, con proporciones equimoleculares de p-bromoanilina y 5-bromo-3-fenilsalicilato, se obtiene 3', 4', 5-tribromo-3-fenilsalicilanilida, que es un sólido.

25

EJEMPLO VIII

30

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 2,5-dicloroanilina, se obtiene 2', 5, 5'-tricloro-3-fenilsalicilanilida, un sólido que funde a 140-142°C.

EJEMPLO IX

5 Empleado el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 2-cloro-4-bromoanilina, se obtiene 2',5-dicloro-4'-bromo-3-fenilsalicilanilida, que es un sólido.

EJEMPLO X

10 Empleado el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de m-cloroanilina, se obtiene 3',5-dicloro-3-fenilsalicilanilida, un sólido que funde a 146-147°C.

EJEMPLO XI

15 Empleado el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de m-bromoanilina, se obtiene 3'-bromo-5-cloro-3-fenilsalicilanilida, que es un sólido.

EJEMPLO XII

20 Empleado el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina y el 5-cloro-3-fenilsalicilato de fenilo respectivamente, con proporciones equimoleculares de m-bromoanilina y 5-bromo-3-fenilsalicilato, se obtiene 3',5-dibromo-3-fenilsalicilanilida.

25

EJEMPLO XIII

30 Empleado el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 3,5-dicloroanilina, se obtiene 3',5,5'-tricloro-3-fenilsalicilanilida, un sólido que funde a 238-240°C.

293544



EJEMPLO XIV

Empleando el procedimiento del Ejemplo I,  
pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad  
equimolecular de 3,5-dibromoanilina, se obtiene 3',5'-  
5 -dibromo-5-cloro-3-fenilsalicilanilida, que es un sólido.

EJEMPLO XV

Empleando el procedimiento del Ejemplo I,  
pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad  
10 equimolecular de 2,5-dibromoanilina, se obtiene 2',5'-  
dibromo-5-cloro-3-fenilsalicilanilida, un sólido que fun  
de a 164-165°C.

EJEMPLO XVI

15 Empleando el procedimiento del Ejemplo I,  
pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad  
equimolecular de 2,4-dibromoanilina, se obtiene 2',4'-  
-dibromo-5-cloro-3-fenilsalicilanilida, un sólido que  
funde a 161-164°C.

20

EJEMPLO XVII

Empleando el procedimiento del Ejemplo I,  
pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad  
equimolecular de 2,4-difluoroanilina, se obtiene 2',4'-  
25 -difluoro-5-cloro-3-fenilsalicilanilida, un sólido que  
funde a 150-151°C.

EJEMPLO XVIII

Empleando el procedimiento del Ejemplo I,  
30 pero reemplazando la p-cloroanilina y el 5-cloro-3-fenil

salicilato de fenilo respectivamente, con proporciones equimoleculares de 3,4-dicloroanilina y 5-bromo-3-fenil salicilato de fenilo, se obtiene 3',4'-dicloro-5-bromo-3-fenilsalicilanilida, un sólido que funde a 111-112°C.

5

EJEMPLO XIX

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 2,4,6-tricloroanilina, se obtiene 2',4',5,6'-tetracloro-3-fenilsalicilanilida, un sólido que funde a 189-192°C.

10

EJEMPLO XX

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 2,6-dicloro-4-bromoanilina, se obtiene 2',5,6'-tricloro-4'-bromo-3-fenilsalicilanilida, que es un sólido.

15

EJEMPLO XXI

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 2,3-dicloroanilina, se obtiene 2',3',5'-tricloro-3-fenilsalicilanilida, un sólido que funde a 131-132°C.

20

25

EJEMPLO XXII

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina y el 5-cloro-fenilsalicilato de fenilo respectivamente, con proporciones equi

30

293544

28 FEB 1954

moleculares de 2,4-difluoroanilina y 5-bromo-3-fenilsalicilato de fenilo, se obtiene 2',4'-difluoro-5-bromo-3-fenilsalicilanilida, que es un sólido.

EJEMPLO XXIII

5

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 2-cloro-4-fluoroanilina, se obtiene 2',5-dicloro-4'-fluoro-3-fenilsalicilanilida, que es un sólido.

10

EJEMPLO XXIV

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 2,4,5-tribromoanilina, se obtiene 2',4',5'-tribromo-5-cloro-3-fenilsalicilanilida, que es un sólido.

15

EJEMPLO XXV

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 3,4,5-tricloroanilina, se obtiene 3',4',5',5-tetracloro-3-fenilsalicilanilida, que es un sólido.

20

EJEMPLO XXVI

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 2,6-dibromo-4-cloroanilina, se obtiene 2',6'-dibromo-4',5-dicloro-3-fenilsalicilanilida, que es un sólido.

25

30

EJEMPLO XXVII

5 Empleado el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina y el 5-cloro-3-fenil salicilato de fenilo, respectivamente, con cantidades equimoleculares de 2,4,5-tribromoanilina y 5-bromo-3-fenilsalicilato de fenilo, se obtiene 2',4',5,5'-tetrabromo-3-fenilsalicilanilida, que es un sólido.

EJEMPLO XXVIII

10 Empleado el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 4-cloro-o-toluidina, se obtiene 4',5-dicloro-2'-metil-3-fenilsalicilanilida, un sólido que funde a 148-149°C.

15

EJEMPLO XXIX

20 Empleado el procedimiento del Ejemplo I pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 4-bromo-o-toluidina, se obtiene 4'-bromo-5-cloro-2'-metil-3-fenilsalicilanilida, que es un sólido.

EJEMPLO XXX

25 Empleado el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 2-cloro-p-toluidina, se obtiene 2',5-dicloro-4'-metil-3-fenilsalicilanilida, un sólido que funde a 139-142°C.

EJEMPLO XXXI

30

Empleado el procedimiento del Ejemplo I

293544



pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 3-cloro-2-metilanilina, se obtiene 3', 5-dicloro-2'-metil-3-fenilsalicilanilida, un sólido que funde a 142-143°C.

5

EJEMPLO XXXII

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 2-cloro-5-metilanilina, se obtiene 2',5-dicloro-5'-metil-3-fenilsalicilanilida, un sólido que funde a 142-143°C.

10

EJEMPLO XXXIII

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 4-fluoro-m-toluidina, se obtiene 4'-fluoro-5-cloro-3'-metil-3-fenilsalicilanilida, que es un sólido.

15

EJEMPLO XXXIV

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 4-cloro-m-toluidina, se obtiene 4',5-dicloro-3'-metil-3-fenilsalicilanilida, un sólido que funde a 128-129°C.

20

25

EJEMPLO XXXV

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de 4-fluoro-o-toluidina, se obtiene 4'-fluoro-

30

-5-cloro-2'-metil-3-fenilsalicilanilida, que es un sólido.

Con el fin de demostrar las propiedades insecticidas de las 5-halo-3-fenilsalicilanilidas de esta invención, se prepararon los siguientes materiales análogos.

EJEMPLO A

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina y el 5-cloro-3-fenil salicilato de fenilo respectivamente con cantidades equimoleculares de anilina y 5-clorosalicilato de fenilo se obtiene un sólido que es 5-clorosalicilanilida.

EJEMPLO B

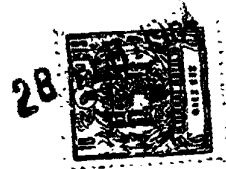
Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina con una cantidad equimolecular de anilina, se obtiene un sólido que es 5-cloro-3-fenilsalicilanilida.

EJEMPLO C

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina y el 5-cloro-3-fenil salicilato de fenilo respectivamente por cantidades equimoleculares de 3,4-dicloroanilina y 3-fenilsalicilato de fenilo, se obtiene un sólido que es 3',4'-dicloro-3-fenilsalicilanilida.

EJEMPLO D

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina y el 5-cloro-3-fenil salicilato de fenilo respectivamente con cantidades equi



moleculares de 3,4-dicloroanilina y 3-cloro-5-fenilsalicilato de fenilo, se obtiene un sólido que es 3',3,4'-tricloro-5-fenilsalicilanilida.

EJEMPLO E

5

Empleando el procedimiento del Ejemplo I, pero reemplazando la p-cloroanilina y el 5-cloro-3-fenilsalicilato de fenilo respectivamente con cantidades equimoleculares de 3,4-dicloroanilina y 5-cloro-4-hidroxi-3-fenilbenzoato de fenilo, se obtiene un sólido que es 4-hidroxi-3-fenil-3',4',5-triclorobenzanilida.

10

Como ilustración de la actividad insecticida de las 5-halo-3-fenilsalicilanilidas de esta invención y la de compuestos análogos a las mismas, se evaluaron como sigue los compuestos detallados abajo, frente a especies de la familia de los falénidos del orden de los Lepidópteros.

15

Se preparó una solución base primaria del compuesto a evaluar, disolviendo 100 miligramos del compuesto en 10 ml de acetona. Seguidamente, una parte alícuota de 1'0 ml de esta solución base primaria se diluye con 9 ml de acetona para obtener una solución conteniendo 1'0 microgramo por microlitro del compuesto a evaluar. Esta última solución se transfiere a una jeringa hipodérmica de 0'25 cm<sup>3</sup>, cuya jeringa se coloca seguidamente en un dispositivo de tratamiento local, calibrado para entregar un microlitro por embolada. La palanca del aplicador se presiona varias veces para asegurarse de que no hay burbujas de aire atrapadas en la aguja, y la aguja se limpia con papel de filtro para eliminar cualquier solución.

20

25

30

2935

en exceso. La palanca del aplicador se presiona una vez para entregar un microlitro que se aplica directamente a cada uno de los 12 discos de hoja de frijol de media luna de 6,4 mm de diámetro. Al lado de cada uno de los discos, se colocan larvas individuales del gusano del ejército del sur (Prodenia eridania) en el segundo instar, y el disco y la larva se cubren con una cápsula de plástico de 22'23 mm de diámetro. Después de 48 horas a la temperatura ambiente, se efectúan observaciones de mortalidad. Se obtuvieron los siguientes resultados:

	Compuesto	% de mortalidad para 1,0 microgramos por larva
15	2',4',5,5'-tetracloro-3-fenilsalicil-anilida	100
	3',4',5-tricloro-3-fenilsalicilanilida	100
	2',5,5'-tricloro-3-fenilsalicilanilida	100
	2',4',5-tricloro-3-fenilsalicilanilida	100
	4',5-dicloro-3-fenilsalicilanilida	100
20	3',5-dicloro-3-fenilsalicilanilida	100
	3',5,5'-tricloro-3-fenilsalicilanilida	100
	2',5'-dibromo-5-cloro-3-fenilsalicilanilida	100
	2',4'-dibromo-5-cloro-3-fenilsalicil-anilida	92
	2',4'-difluoro-5-cloro-3-fenilsalicil-anilida	100
25	3',4'-dicloro-5-bromo-3-fenilsalicil-anilida	100
	2',4',5,6'-tetracloro-3-fenilsalicil-anilida	100
	4',5-dicloro-2'-metil-3-fenilsalicil-anilida	83
30	Acido salicílico	0

293544



	Salicilanilida	0
	5-clorosalicilanilida	0
	ácido 5-cloro-3-fenilsalicílico	0
	5-cloro-3-fenilsalicilanilida	8
5	3',4'-dicloro-3-fenilsalicilanilida	0
	3',3,4'-tricloro-5-fenilsalicilanilida	0
	4-hidroxi-3-fenil-3'4',5-triclorobenzanilida	0
	3',3,4',5-tetraclorosalicilanilida	0

Las 5-halo-3-fenilsalicilanilidas de esta  
 10 invención son eficaces contra otras familias de insectos  
 distintos de los falénidos del orden de los Lepidópteros.  
 Por ejemplo, en una evaluación de alimentación similar a  
 la anterior:

(1) La 2',4',5-tricloro-3-fenilsalicilani  
 15 lida en una concentración de 2,0 microgramos por larva  
 del insecto que enrolla las hojas (Archips) de la fami-  
 lia de los tortrícidos, exhibió una mortalidad del 80%,

(2) la 2',4',5-tricloro-3-fenilsalicil-  
 20 anilida en una concentración de 2,0 microgramos por lar  
 va de la oruga de primavera (Paleacrita vernata - Peck)  
 de la familia de los geométridos, exhibió una mortali-  
 dad del 66%,

(3) la 2',5,5'-tricloro-3-fenilsalicil-  
 25 anilida en una concentración de 1,0 microgramos por lar  
 va de la oruga procesionaria (Hyphantria cunea - Drury)  
 de la familia de los árctidos, exhibió una mortalidad  
 del 42%,

(4) la 2',5,5'-tricloro-3-fenilsalicil-  
 30 anilida en una concentración de 1,0 miligramos por lar  
 va de la oruga de las marismas salobres (Estigmene acrea

293544

- Drury) de la familia de los árcidos, exhibió una mortalidad del 100% y

(5) la 2',5,5'-tricloro-3-fenilsalicil-anilida en una concentración de un uno por ciento en peso, exhibió una mortalidad completa de la oruga cargapalitos (Thyridopteryx ephemeraeformis - Haworth) de la familia de los psíquidos.

Las 5-halo-3-fenilsalicilanilidas son eficaces contra el insecto masticador del orden de los ortópteros, por ejemplo la 2',4',5-tricloro-3-fenilsalicilanilida en una concentración de 2,0 microgramos por saltamontes adulto (Melanoplus differentialis - Thomas) de la familia de los arcrídidos, exhibe una mortalidad del 83% por contacto.

Las 5-halo-3-fenilsalicilanilidas de esta invención, son eficaces para reprimir las lervas de mosquitos (Aedes aegypti - Linn.) de la familia de los culícidos del orden de los dípteros, por ejemplo en una concentración de 8 ppm. la 2',5,5'-tricloro-3-fenilsalicil-anilida exhibió una mortalidad del 63% contra dichas larvas de mosquito.

Aunque las salicilanilidas de esta invención son utilizables en sí para controlar una amplia diversidad de plagas de insectos, es preferible que sean administradas a las plagas o al medio ambiente de las plagas, en una forma dispersada en un agente de extendedor adecuado.

En la presente descripción en las reivindicaciones adjuntas, debe entenderse que el término "dispersado" se utiliza en el más amplio sentido posible. Cuando se dice que las salicilanilidas de esta invención es-

235544



tán dispersadas, se quiere significar que las partículas de las salicilanilidas de esta invención pueden ser de tamaño molecular y pueden estar en solución verdadera en un disolvente orgánico adecuado. Significa, además, que las partículas pueden ser de tamaño coloidal y estar distribuidas en toda la fase líquida en forma de suspensiones o emulsiones, o en forma de partículas mantenidas en suspensión mediante agentes tensioactivos de un carácter no ionizante. Incluye también partículas que están distribuidas en un vehículo viscoso semisólido, tal como petrolatum u otra base de ungüentos de un carácter no ionizante, en el cual pueden estas partículas estar realmente disueltas en el semisólido, o estar mantenidas en suspensión en el semisólido con ayuda de agentes tensioactivos adecuados no ionizantes. El término "dispersado" significa también que las partículas pueden estar mezcladas y distribuidas en un vehículo sólido, proporcionando una mezcla en forma de partículas, por ejemplo píldoras, gránulos, polvos. El término "dispersado" incluye también mezclas que son adecuadas para utilizarlas como aerosoles que incluyen soluciones, suspensiones o emulsiones de las salicilanilidas de esta invención en un vehículo tal como diclorodifluorometano y fluorocloroalcanos similares que hierven por debajo de la temperatura ambiente a la presión atmosférica.

En la presente descripción y en las reivindicaciones adjuntas, debe entenderse que la expresión "agente extendedor" incluye todas y cada una de las sustancias en las que están dispersadas las salicilanilidas de esta invención. Por lo tanto, incluye los disolventes

293544

de una solución verdadera, la fase líquida de suspensiones, emulsiones o aerosoles, el vehículo semisólido de unguentos, y la fase sólida de sólidos en partículas, por ejemplo píldoras, gránulos y polvos. La concentración exacta de la salicilanilidas de esta invención empleada para combatir o reprimir las plagas de insectos, puede variar considerablemente siempre que se aplique a las plagas o al medio ambiente de las plagas la dosis requerida de las mismas (es decir la cantidad tóxica o letal). Cuando el agente extendedor es un líquido o mezcla de líquidos (por ejemplo en soluciones, suspensiones, emulsiones o aerosoles), la concentración de la salicilanilida empleada para suministrar la dosis deseada estará, generalmente, en el margen de 0,001 a 50 por ciento en peso. Cuando el agente extendedor es un sólido o semisólido, la concentración de la salicilanilida empleada para suministrar la dosis deseada estará, generalmente, en el margen de 0,1 a 25 por ciento en peso. Desde un punto de vista práctico, el fabricante debe suministrar al agricultor un concentrado a base para pulverización o base para sólidos en partículas a bajo coste y en forma tal que mezclando simplemente con agua o con extendedor sólido (por ejemplo arcilla o talco pulverizado) u otro material de bajo coste que pueda adquirir el agricultor en el punto de empleo, obtenga un sólido en partículas o una pulverización insecticida fácilmente preparada. En esta composición concentrada, la salicilanilida estará presente generalmente en una concentración de 5 a 95 por ciento en peso, siendo el resto uno cualquiera o más de uno de los conocidos coadyuvantes insecticidas, tales como

293544



4  
las arcillas tensoactivas, disolventes, diluyentes, me-  
dios de vehiculos, adhesivos, agentes esparcidores, humec-  
tantes y similares.

5                   Existe un gran número de líquidos orgánicos  
que pueden ser utilizados para la preparación de solucio-  
nes, suspensiones o emulsiones de las salicilanilidas de  
esta invención. Por ejemplo, el éter isopropílico, ace-  
tona, metil etil cetona, octanona, dioxano, ciclohexano-  
na, tetracloruro de carbono, dicloruro de etileno, tetra-  
10 cloroetano, hexano, heptano, y alcanos líquidos superio-  
res similares, naftalenos hidrogenados, nafta disolvente,  
benceno, tolueno, xileno, fracciones de petróleo (por  
ejemplo las que hierven casi enteramente por debajo de  
los 204°C y que tienen un punto de inflamación por enci-  
15 ma de los 27°C, en particular queroseno), aceites minera-  
les que tienen un residuo insulfonable de más de un 80  
por ciento aproximadamente y preferiblemente de más de  
un 90 por ciento aproximadamente. En aquellos casos en  
los que puede ser de importancia la fitotoxicidad del lí-  
20 quido orgánico que constituye el agente extendedor, se  
puede reemplazar una parte del mismo por hidrocarburos  
alifáticos de bajo peso molecular, tales como dipenteno,  
diisobutileno, trímero de propileno y líquidos orgánicos  
polares semejantes o adecuados, tales como los éteres  
25 alifáticos y las cetonas alifáticas que no contienen más  
de aproximadamente 10 átomos de carbono, de las cuales  
son ejemplos la acetona, la metil etil cetona, la diiso-  
butil cetona, el dioxano, el éter isopropílico y simila-  
res. En ciertos casos, resulta ventajoso emplear una  
30 mezcla de líquidos orgánicos como agente extendedor, por

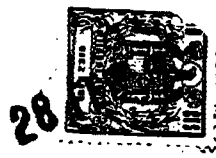
293544

ejemplo un hidrocarburo aromático y una cetona alifática.

5 Cuando las salicilanilidas de esta invención han de ser aplicadas como aerosoles a las plagas de insectos o al medio ambiente de las plagas, resulta conveniente disolverlas en un disolvente adecuado y dispersar la solución resultante en diclorodifluorometano o un clorofluoroalcano similar, que hierva por debajo de la temperatura ambiente a la presión atmosférica.

10 Las salicilanilidas de esta invención se aplican preferentemente a las pestes de insectos o al medio ambiente de las pestes de insectos, en forma de emulsiones o suspensiones. Las emulsiones o suspensiones se preparan dispersando las salicilanilidas de esta invención como tales o en forma de una solución orgánica de las mismas en agua, con ayuda de un agente tensoactivo soluble en agua y no iónico. El término "tensoactivo" que se emplea aquí y en las reivindicaciones adjuntas, se utiliza como en el volumen segundo del "Surface Active Agents and Detergents" (1958, Interscience Publishers, Inc., New York) de Schwartz, Ferry y Berch's en lugar de la expresión "agente emulsificante", para significar genéricamente los diversos "agentes emulsificantes", "agentes dispersantes", "agentes humectantes" y "agentes esparcidores" que están destinados a ser mezclados con los compuestos activos de esta invención con el fin de asegurar una mejor humectación y esparcimiento de los ingredientes activos en el vehículo acuoso en el cual son insolubles, mediante la disminución de la tensión superficial del agua (véase también la Chemistry of Insecticides,

293544

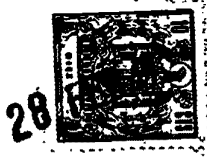


4

Fungicides and Herbicides" de Frear, segunda edición, pá-  
 gina 280). Los agentes tensioactivos considerados son  
 las conocidas sustancias capilarmente activas que no son  
 ionizantes (es decir no son iónicas) y que se describen  
 5 con detalle en los volúmenes I y II de la obra "Surface  
 Active Agents and Detergents" de Schwartz, Perry y Berch's  
 (1958 Interscience Publishers, Inc., New York) y también  
 en el número de Noviembre de 1947 de Chemical Industries  
 (páginas 811-824) en un artículo titulado "Synthetic De-  
 10 tergents" de John W. McCutcheon y, también, en los núme-  
 ros de Julio, Agosto, Septiembre y Octubre de 1942 de  
 Soap and Sanitary Chemicals, bajo el título "Synthetic  
 Detergents". Las descripciones de estos artículos en lo  
 que se refiere a las sustancias capilarmente activas no  
 15 ionizantes son incorporadas en esta memoria como referen-  
 cia, con el fin de evitar un alargamiento innecesario de  
 esta descripción. Los agentes tensioactivos preferidos  
 son los agentes tensioactivos no iónicos y solubles en  
 agua descritos en la patente E.U. nº 2.846,398 (expedida  
 20 el 5 de Agosto de 1958)x

Las salicilanilidas de esta invención pue-  
 den ser dispersadas mediante métodos adecuados (por ejem-  
 plo por volteo o trituración) en agentes extendedores só-  
 lidos de naturaleza orgánica o inorgánica, siendo aplica-  
 25 das al medio ambiente de las plagas de insectos en forma  
 de partículas. Tales materiales sólidos incluyen, por  
 ejemplo, fosfato tricálcico, carbonato cálcico, caolín,  
 tierra bolar, tierra de infusorios, talco, bentonita, tie-  
 rra de bataneros, pirofilita, tierra de diatomeas, magne-  
 30 sia calcinada, cenizas volcánicas, azufre y materiales

293544



sólidos inorgánicos similares, e incluyen por ejemplo,  
 materiales de naturaleza orgánica tales como corcho pul-  
 verizado, madera pulverizada y cáscaras de nuez pulveri-  
 zadas. Los vehículos sólidos preferidos son las arcillas  
 adsorbentes, por ejemplo la bentonita. Estas mezclas pue-  
 den ser utilizadas con fines insecticidas en forma seca,  
 o haciendo humectables por el agua los sólidos secos en  
 partículas mediante la adición de agentes tensioactivos  
 no iónicos y solubles en agua, para obtener dispersiones  
 o suspensiones acuosas estables adecuadas para utilizar-  
 las como pulverizaciones.

Para fines especiales se pueden dispersar  
 las silicilanilidas de esta invención en un agente exten-  
 dedor semisólido tal como petrolatum, con o sin la ayuda  
 de favorecedores de la solubilidad y/o agentes tensioac-  
 tivos no iónicos.

Las dispersiones pueden ser obtenidas fácil-  
 mente en todas las formas descritas arriba, para utilizar  
 las en la lucha contra las plagas de insectos, o bien pue-  
 den ser obtenidas en una forma concentrada adecuada para  
 mezclarlas o dispersarlas en otros agentes extendedores.  
 Un concentrado particularmente útil ilustrativo es una  
 mezcla íntima de una salicilanilida de esta invención con  
 un agente tensioactivo no iónico y soluble en agua que re-  
 baja la tensión superficial del agua en las proporciones  
 en peso de 0,1 a 20 partes de agente tensioactivo con su-  
 ficiente cantidad de la salicilanilida de esta invención  
 para hacer 100 partes en peso. Tal concentrado está des-  
 tinado especialmente a ser preparado en forma de pulveri-  
 zación para la lucha contra diversas formas de plagas de

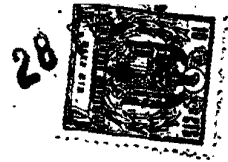
293544

insectos mediante la adición al mismo de agua. Es ilustrativa de un tal concentrado, una mezcla íntima de 20 partes en peso de 2',4',5,5'-tetracloro-3-fenilsalicil-anilida y de 2 a 5 partes en peso de un agente tensioactivo no iónico y soluble en agua, tal como los derivados de polioxietileno de fenoles sustituidos por alcoholos de 8 a 12 átomos de carbono, tales como nonilfenol o dodecilfenol.

Otro concentrado utilizable destinado a ser preparado en forma de pulverización para la lucha contra plagas de insectos, es una solución (preferiblemente tan concentrada como sea posible) de una salicilanilida de esta invención en un disolvente orgánico de la misma. Dicho concentrado líquido contiene preferiblemente disuelto en él, una cantidad menor (por ejemplo de 0,5 a 15% en peso del peso del nuevo agente insecticida) de un agente tensioactivo no iónico, cuyo agente tensioactivo es también soluble en agua. Es ilustrativa de un concentrado como éste, una solución de 3',4',5-tricloro-3-fenilsalicilanilida en una mezcla de xileno y 2-octanona, cuya solución contiene disuelto en ella un agente tensioactivo no iónico y soluble en agua, tal como los derivados polioxietilénicos de fenoles sustituidos por alcoholos de 8 a 12 átomos de carbono, tales como el nonilfenol y el dodecilfenol.

En todas las diversas dispersiones descritas en lo que antecede para fines insecticidas, el ingrediente activo puede ser una o mas de las salicilanilidas de esta invención. Las salicilanilidas de esta invención pueden ser empleadas también ventajosamente en combinación

293544



con otros pesticidas que incluyen, por ejemplo nematocidas, bactericidas y herbicidas. De esta manera es posible obtener mezclas que sean eficaces contra una amplia diversidad de plagas y otras formas de vida nocivas.

5                    Para reprimir o combatir las plagas de insectos, las salicilanilidas de esta invención como tales o en forma de composiciones que comprenden las mismas, se aplican a las plagas de insectos o a su medio ambiente en una cantidad letal o tóxica. Esto se puede llevar a cabo

10 dispersando el nuevo agente insecticida o composición insecticida que comprende el mismo, en un medio o sobre un medio infestado, o en un medio o sobre un medio que frecuen

15 tamente las plagas de insectos, por ejemplo en el suelo agrícola o en otros medios de crecimiento o en otros medios atractivos para las plagas con fines de habitación, de sus

20 tento o de propagación, de cualquier forma usual que permita someter a las plagas de insectos a la acción insecticida de la salicilanilidas de esta invención. Esta dispersión se puede llevar a cabo aplicando pulverizaciones

25 o composiciones en forma de partículas sólidas a una superficie infectada por las plagas de insectos o atractiva para las plagas, como por ejemplo la superficie de un suelo agrícola u otros medios de habitación, tales como la superficie encima del suelo de plantas huéspedes me-

30 diante cualquiera de los métodos usuales como, por ejemplo, espolvoreadores mecánicos, pulverizadores de pértiga y de mano, y espolvoreadores por pulverización. Para la aplicación subterránea se puede llevar a cabo también esta dispersión mezclando simplemente el nuevo agente insecticida en sí o la pulverización insecticida o las com

293544

posiciones sólidas en partículas que comprenden el mismo,  
con el medio ambiente infectado o con el medio ambiente  
que frecuentan las plagas de insectos, o mediante el em-  
pleo de un vehículo líquido para el nuevo agente insecti-  
cida, para realizar la penetración e impregnación en él  
por debajo de la superficie.

Aunque esta invención ha sido descrita con  
respecto a ciertas realizaciones, debe entenderse que no  
está limitada por ellas y que se pueden efectuar varia-  
ciones y modificaciones de la misma evidentes para los  
expertos en la técnica, sin apartarse de su espíritu ni  
de su alcance.

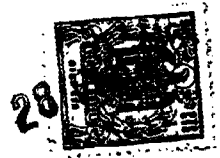
Esta solicitud, que corresponde a la pre-  
sentada en E.U.A. el 16 de Noviembre de 1962, bajo el nú-  
mero 238.267, se acoge a los beneficios del artículo 51  
del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que  
se presentan para que sean objeto de ésta Patente de  
Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

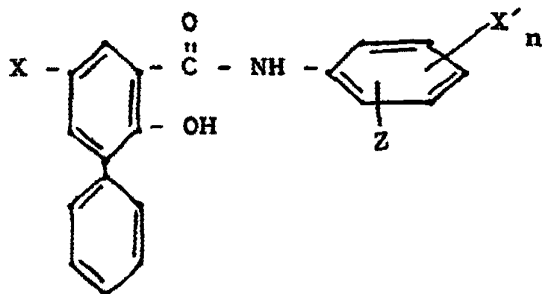
1.- Método de combatir insectos perju-  
diciales para la agricultura que comprende someter  
los insectos a la acción de una cantidad insecti-  
cida de al menos una 5-halo-3-fenilsalicilanilida

293544



de la fórmula

5



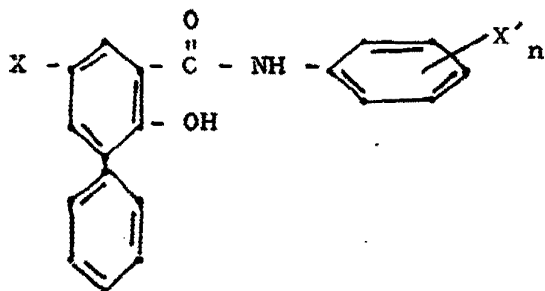
10

en que X es un halogeno de peso atómico entre 35 y 80,  
 en que Z está seleccionada del grupo que consta de hidrógeno y metilo, en que X' es un halógeno de peso atómico entre 18 a 80 y en que n es un número entero de 1 a 3.

15

2.- Método de combatir insectos masticadores que comprende aplicar al habitat de los insectos una cantidad insecticida de al menos una 5-halo-3-fenilsalicilanilida de la fórmula

20



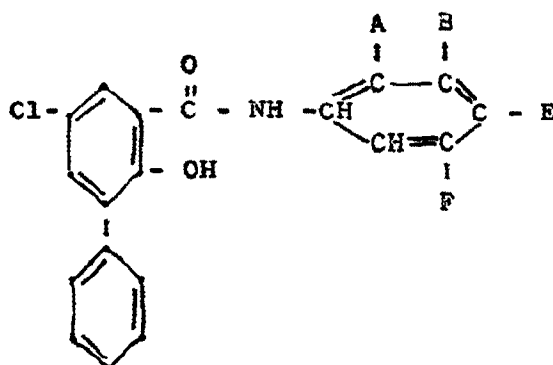
25

en que X y X' son halogenos de peso atómico entre 35 a 80 y en que n es un número entero de 1 a 3.

30

3.- Método de combatir insectos masticadores que comprende aplicar al huesped insecto una cantidad insecticida de al menos una 5,cloro-3-fenilsalicilanilida de la fórmula

5



10

en que A, B, E y F están seleccionadas del grupo que consta de cloro e hidrógeno, siendo cloro al menos una pero no más de tres de dichas A, B, E, y F.

15

4.- Método de combatir insectos masticadores que comprende aplicar al huesped insecto una cantidad insecticida de 2', 4', 5, 5'-tetracloro-3-fenilsalicilánilida.

20

5.- Método de combatir insectos masticadores que comprende aplicar al huesped insecto una cantidad insecticida de 3', 4', 5-tricloro-3-fenilsalicilánilida.

25

6.- Método de combatir insectos masticadores que comprende aplicar al huesped insecto una cantidad insecticida de 2', 5, 5'-tricloro-3-fenilsalicilánilida.

7.- Método de combatir insectos masticadores que comprende aplicar al huesped insecto una cantidad insecticida de 2', 4', 5-tricloro-3-fenilsalicilánilida.

30

8.- Método de combatir insectos masticadores que comprende aplicar al huesped insecto una cantidad insecticida de 3', 5, 5'-tricloro-3-fenilsalicil-

293544

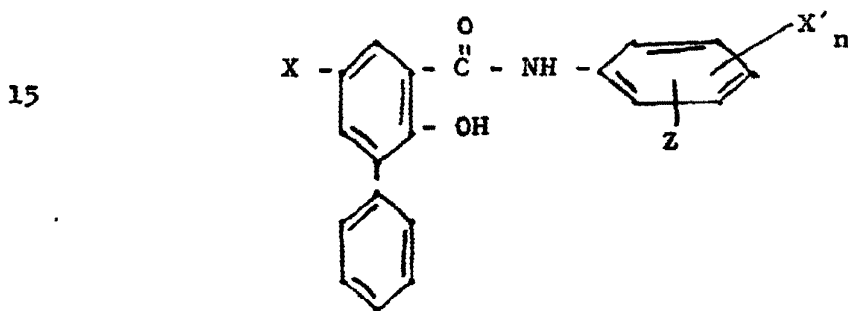


anilida.

9.- Método de acuerdo con el punto 3 en que los insectos masticadores son capaces del orden Lepidopteros.

5 10.- Método de acuerdo con el punto 3 en que los insectos masticadores son especies de la familia Falénicas.

10 11.- Mejoras introducidas en la preparación de un concentrado insecticida adaptado para ser transformado en una composición pulverizable por la adición de agua, caracterizada porque el mismo comprende una 5-halo-3-fenilsalicilanilida de la fórmula

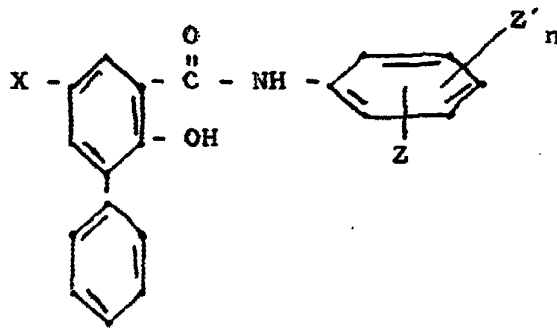


20 en que X es un halógeno de peso atómico entre 35 y 80, en que Z está seleccionado del grupo que consta de hidrógeno y metilo, en que X' es un halógeno de peso atómico entre 18 y 80 y en que n es un número entero de 1 a 3, y un agente tensioactivo, no iónico, soluble en agua,  
25 en una proporción en peso de 0,1 a 20 partes de dicho agente tensioactivo y suficiente cantidad de dicha 5-halo-3-fenilsalicilanilida para formar 100 partes en peso.

30 12.- Mejoras introducidas en la preparación de un concentrado insecticida, caracterizadas porque el mismo comprende una 5-halo-3-fenilsalicilanilida

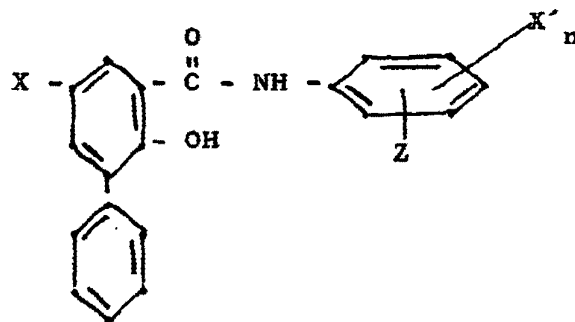
293544

de la fórmula



10 en que X es un halógeno de peso atómico entre 35 y 80,  
en que Z está seleccionada del grupo que consta de hidrógeno y metilo, en que X' es un halógeno de peso atómico entre 18 y 80, y en que n es un número entero de 1 a 3, dispersado en un disolvente orgánico para él y que tiene disuelta en él una pequeña cantidad de un agente tensioactivo no ionico, formando dicho concentrado  
15 una emulsión con agua al agitarlo con ella.

13.- Mejoras introducidas en la preparación de un concentrado insecticida, caracterizadas porque el mismo contiene 20 partes en peso de una 5-halo-3-  
20 -fenilsalicilanilida de la fórmula



en que X es un halógeno de peso atómico entre 35 y 80,  
en que Z está seleccionada del grupo que consta de hidrógeno y metilo, en que X' es un halógeno de peso atómico en  
30



tre 18 y 80 y en que n es un número entero de 1 a 3,  
y de 2 a 5 partes en peso de un agente tensioactivo no  
iónico de polioxietileno derivado de un fenol sustituido  
por alcohol con C<sub>8-12</sub>.

5

14.- METODO DE COMBATIR INSECTOS PERJU-  
DICIALES PARA LA AGRICULTURA.

Tal y como se ha descrito en la Memoria  
que antecede, y con los fines que se han especificado.

10 Esta Memoria consta de treinta hojas es-  
critas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid,

2 MAR 1964

P. A.

Alberto de Elzaburu  
Por Pátes

293544