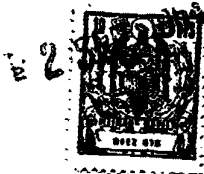


2 SEP. 1963

Rehecha I



294468

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de

P A T E N T E D E I N T R O D U C C I O N

formulada el 13 de Diciembre de 1.963, con el nº 294.468

en

E S P A Ñ A

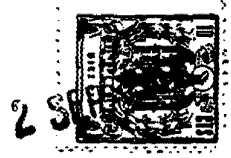
por DIEZ años

a nombre de COOPER, McDOUGALL & ROBERTSON LIMITED, entidad Británica, establecida en Chemical Works, Berkhamsted, Hertfordshire, Inglaterra, por:

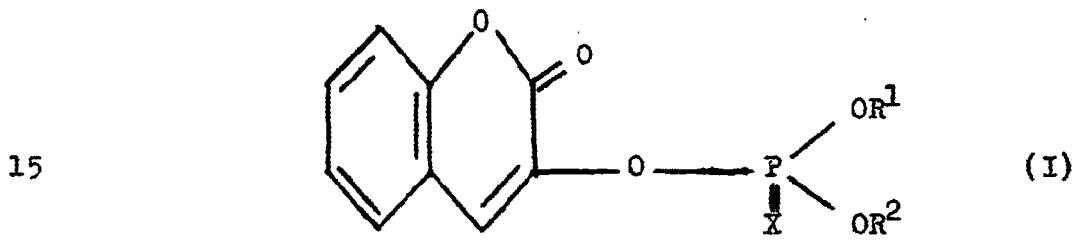
"UN METODO PARA LA PREPARACION DE UN COMPUESTO DE ORGANOFOSFORO"

El presente invento se refiere a compuestos orgánicos de fósforo, a un método para prepararlos y a composiciones que los contienen.

Se ha encontrado que compuestos orgánicos de fósforo de fórmula (I) tienen propiedades pesticidas en ensayos selectivos realizados contra Musca domestica, L. (la mosca doméstica), Blattella germanica, L. (la cucaracha), Lucilla spp. (moscardas), Aedes aegypti (el mosquito), Boophilus spp. (garrapatas), Tetranychus telarius (mita de araña de dos manchas), Conotrechelus nenuphar



(rincóforo del ciruelo), Epilachna varivestis (escarabajo del haba mejicana), Macrosiphum pisi (áfido del guisante), Oncopeltus fasciatus (insecto grande del algodón cillo) Prodenia aridania (gusano del sur), Sitophilus granarius (gorgojo de granero), Tribolium confusum (escarabajo confuso de la harina). Los compuestos están especialmente caracterizados por una persistencia de actividad contra Lucilla spp. y por una gran actividad contra Boophilus spp. En esta memoria los términos "peste" y "pesticida" se refieren a miembros [de las (Familias)] de Insectos y Arácnidos.



En la fórmula (I) y más adelante en la Memoria:
 R^1 y R^2 son cada uno un grupo alcohol que tienen de uno a cinco átomos de carbono y
 X es seleccionado de la clase consistente en oxígeno y azufre.
 Los compuestos preferidos de fórmula (I) son aquellos donde R^1 y R^2 son iguales o diferentes y cada uno es un grupo metilo o etilo, y X es un átomo de azufre. Compuestos particularmente preferidos son tiofosfato de O,O-dimetil-O-cumarina-3-ilo y tiofosfato de O,O-dietil-O-cumarina-3-ilo.

Por consiguiente el presente invento crea, en un aspecto, un compuesto orgánico de fósforo de fórmula

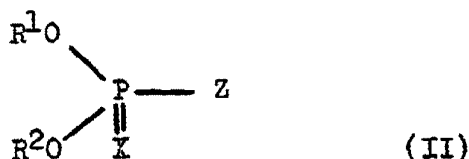
294468



(I).

Un compuesto de fórmula (I) puede prepararse por reacción de un compuesto O,O-R¹, R²-fósforo con 3-hidroxycumarina o una sal alcalina de 3-hidroxycumarina.

Por ejemplo, pueden prepararse por la reacción de un compuesto de fósforo de fórmula (II)



donde Z es un átomo de halógeno, preferentemente cloro, con 3-hidroxycumarina o una sal alcalina de 3-hidroxycumarina, en presencia de un agente fijador de ácido, por ejemplo un carbonato alcalino como carbonato potásico, de un disolvente como acetona, etilmetilcetona o benceno, de un catalizador como cobre finamente pulverizado y con calefacción.

En otro ejemplo, se preparan los compuestos de fórmula (I) por reacción de un compuesto de fósforo de fórmula (II), donde Z es un átomo de hidrógeno, con 3-hidroxycumarina en presencia de un agente fijador de ácido, por ejemplo trietilamina o piridina, preferentemente a una temperatura entre 10 y 50°C; la reacción puede ser realizada en un disolvente que puede actuar como un agente oxidante, como tetracloruro de carbono, o cuando se emplea un disolvente no-oxidante como el benceno, se añade de un hidrocarburo polihalogenado como el tetrabromuro de carbono como agente oxidante.

De acuerdo con otro aspecto del presente invento se proporciona el método descrito anteriormente para



preparar un compuesto orgánico de fósforo de fórmula (I).

Un compuesto orgánico de fósforo de fórmula (I) puede emplearse en una composición pesticida con un vehículo aceptable para él. Los componentes y el intervalo de dosis efectiva dependerán de un número de factores variables, por ejemplo, la efectividad y toxicidad del compuesto orgánico de fósforo de fórmula (I) y la composición, de la peste a controlar, del modo y frecuencia de uso de la composición y del método de fabricación. Así, puede contener un diluyente y un dispersante, un agente humectante o tenso-activo y puede estar presentado en forma de gránulos o polvo, o como un polvo humectable o dispesable o en una emulsión agua/aceite para riego o remojo o como un concentrado miscible con aceite donde puede incluirse un agente conservador, suspensante, espesante o emulsificante o un fijador; estas composiciones pueden prepararse por mezcla de los componentes. Los compuestos orgánicos de fósforo pueden también ser presentados en una resina termoplástica o termoestable, o con un propulsante en un envase a presión o aerosol preparado por la técnica en frío o a presión.

De acuerdo con todavía otro aspecto del presente invento, se crea una composición para el control de pestes (pesticida) que contiene un compuesto orgánico de fósforo de fórmula (I) y un vehículo aceptable para él y el método de fabricar la composición por mezcla de un compuesto orgánico de fósforo de fórmula (I) con un vehículo aceptable para él.

De acuerdo con todavía otro aspecto del presente invento, se crea un procedimiento para el control de

294468



pestes, específicamente miembros de (las Familias) de Insectos y Arácnidos, que comprende el empleo de un compuesto orgánico de fósforo de fórmula (I).

Se describen ahora ejemplos del invento, en los que todas las temperaturas están en grados centígrados (Celsius).

Ejemplo 1

Se agitaron en metil-etil-cetona seca (350ml) a reflujo durante una hora, 3-hidroxycumarina (16,2 gr.), carbonato potásico anhidro (20,0 gr.) y polvo de cobre recién preparado (0,5 gr.). Durante media hora se fué añadiendo tiofosfato de O,O-dietilo y la mezcla de reacción se calentó a reflujo durante tres horas más.

La mezcla se filtró a continuación y se eliminó el disolvente por destilación. El residuo se disolvió en benceno (100.0 ml), se lavó dos veces con una solución (al 5%) de carbonato sódico (100 ml), agua (10 ml.) y se secó sobre sulfato sódico anhidro. Se eliminó a continuación el benceno, para producir un aceite que, por adición de alcohol, produjo cristales de tiofosfato de O,O-dietil-O-cumarin-3-ilo, que tiene un punto de fusión de 61-63°.

Ejemplo 2

Se preparó el tiofosfato de O,O-dimetil-O-cumarin-3-ilo de manera similar a la descrita en el Ejemplo 1 y tenía un punto de fusión de 93-94°.

Ejemplo 3

Se preparó un concentrado (peso/volumen) misci

294468



ble en aceite de tiofosfato de O,O-dietil-O-cumarin-3-ilo,
 por mezcla de los siguientes componentes:

	Tiofosfato de O,O-dietil-O-cumarin-3-ilo	19,25
	Emulsificador SE	6,10
5	Tergitol XD	1,90
	Texofoe 90A20	3,00
	AR 395	hasta 100,0ml.

El Emulsificador SE es un agente dispersante aniónico lí
 quido al 75% de sulfonatos de alcohol-arilo.

10

Ejemplo 4

Se preparó un polvo humectable (peso/peso) de
 tiofosfato de O,O-dimetil-O-cumarin-3-ilo, por mezcla de
 los siguientes componentes:

15	Tiofosfato de O,O-dimetil-O-cumarin-3-ilo	10,0 gr.
	Dispersol AC	2,0 gr.
	Hyflo Supercel	88,0 gr.

El Dispersol AC es un agente dispersante aniónico sólido
 de ácido disodio-metileno-dinaftaleno sulfónico.

20

Ejemplo 5

Se agitaron a reflujo en etilmetil cetona anhi
 dra (75 ml.) 3-hidroxycumarina (5 gr.) y carbonato potá-
 sico anhidro, durante 2 horas. A continuación se agregó
 25 fosfoclorhidrato de dietilo (5.4 gr.) gota a gota y se
 continuó la agitación a reflujo durante dos horas más.
 A continuación se filtró la mezcla en caliente y el sól
 do se lavó con etilmetil cetona. El filtrado se evaporó
 a sequedad y el residuo se disolvió en benceno pasándolo
 30 por una columna de alúmina lavada por ácido. El eluato

294468

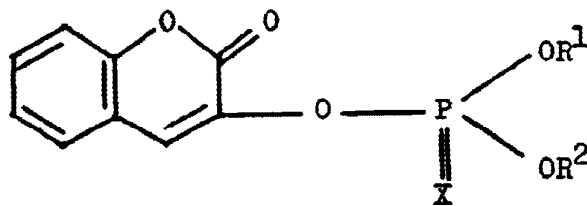


amarillo se evaporó a sequedad dando un aceite naranja
que cristalizó por reposo. Los cristales se recristali-
zaron en éter di-isopropílico que contiene trazas de al-
cohol isopropílico, dando un sólido incoloro, punto de
5 fusión 51-52°C, identificado como fosfato de O,O-dietil-
O-cumarin-3-ilo.

N O T A

10 Los puntos de invención propia, no nueva, pe-
ro no establecida, practicada ni divulgada en España,
que se presentan para que sean objeto de esta Patente de
15 Introducción, por DIEZ años, son los siguientes:

1.- Un método para la preparación de un com-
puesto de organofósforo de la fórmula



25 en que R¹ y R² son iguales o diferentes y cada uno de
ellos es un grupo alcohilo que contiene de 1 a 5 átomos
de carbono; y X es un átomo de oxígeno o azufre; compren-
diendo dicho método la reacción de un compuesto de O,O-R¹,
R²-fósforo con 3-hidroxycumarina o una sal alcalina de
3-hidroxycumarina.

30 2.- Un método de acuerdo con el punto 1 en que
R¹ y R² son iguales o diferentes y cada uno de ellos es

294468



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

Madrid,

P. A.

2 SEP. 1954

Ministerio de Euzkaintza
Por Faltas

294468