

8 AGO. 1968



321223/

No. 321.224

321224

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY

Residencia: Wilmington, Delaware 19898, ESTADOS
UNIDOS.

Enunciado: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION
DE UNA COMPOSICION PESTICIDA MEJORADA"

.....

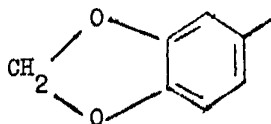
IG.

321224

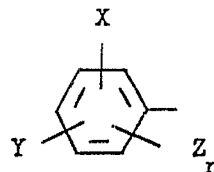


- 1 de 1 a 10 átomos de halógeno,
alcoxialquilo de 2 a 12 átomos de carbono,
dialquilaminoalquilo de 3 a 12 átomos de carbono,
carboalcoxialquilo de 3 a 12 átomos de carbono,
5 dialquilamino de 2 a 12 átomos de carbono,
carboalcoxi de 2 a 6 átomos de carbono,
alquiltioalquilo de 2 a 12 átomos de carbono,
cicloalquilo de 3 a 10 átomos de carbono,
bencilo,
10 clorobencilo,
1-naftilo,
2-naftilo,
fenilo,

15



y



donde

- X es flúor,
cloro,
20 bromo,
alquilo de 1 a 4 átomos de carbono,
alquenilo de 2 a 4 átomos de carbono,
ciclohexilo,
alcoxi de 1 a 4 átomos de carbono,
25 metiltio,

321224



- 1 dimetilamino,
nitro,
ciano,
nitroso y
- 5 trifluormetilo;
Y es hidrógeno,
flúor,
cloro,
bromo,
- 10 alquilo de 1 a 4 átomos de carbono,
alcoxi de 1 a 4 átomos de carbono y
nitro;
Z es cloro,
bromo y
- 15 alquilo de 1 a 4 átomos de carbono;
n es 0, 1 o 2;
 R_2 y R_3 son cada uno, por separado, hidrógeno o
metilo; y
Q es alcoxi o alquiltio de 1 a 12 átomos de carbono,
- 20 fenoxi, p-clorofenoxi,
feniltio, p-clorofeniltio,
benciloxi, p-clorobenciloxi,
benciltio, o p-clorobenciltio, con la condición de que
Q se limita a alcoxi o alquiltio de 1 a 3 átomos de car-
- 25 bono cuando R_1 contiene más de 5 átomos de carbono.

321224



1 Los compuestos de esta invención que son especialmente va-
 liosos debido a su elevado grado de actividad insecticida están re-
 presentados por la siguiente fórmula:



donde

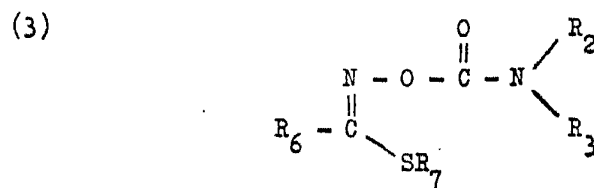
R₄ es alquilo de 1 a 5 átomos de carbono,
 alcóxialquilo de 2 a 5 átomos de carbono,
 10 alcóxitalquilo de 2 a 5 átomos de carbono,
 carboalcóxialquilo de 3 a 6 átomos de carbono,



donde

15 X es flúor, cloro o bromo; y
 R₅ es alquilo de 1 a 3 átomos de carbono

Los compuestos de esta invención que son especialmente va-
 liosos debido a su elevado grado de actividad en la protección de
 las plantas contra los nematodos están representados por la si -
 20 guiente fórmula:



donde

25

321224

28



1 R_6 es alquilo de 1 a 4 átomos de carbono,
alcoxialquilo de 2 a 5 átomos de carbono,
alquilticalquilo de 2 a 5 átomos de carbono, o
4-halofenilo;

5 R_7 es alquilo de 1 a 4 átomos de carbono; y
 R_2 y R_3 son los de la fórmula (1).

Los compuestos que son especialmente valiosos debido a su ac
tividad sobre insectos específicos son los siguientes:

1. Metiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo),
10 muy eficaz para moscas comunes, áfidos, ácaros, gusanos gri-
ses o rosquillas y grillo de la cápsula del algodón.

2. Metil-p-clorotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo),
muy eficaz para la mosca común, áfidos y grillo de la cápsu-
la del algodón.

15 3. Metiltiolisobutirohidroxamato de O-(metilcarbamilo),
muy eficaz para la mosca común, áfidos y grillo de la cápsu-
la del algodón.

Los compuestos que son especialmente valiosos por su elevada
actividad en la protección de las plantas contra nematodos específi
20 cos incluyen los tres indicados anteriormente y los siguientes:

4. Metiltiolacetohidroxamato de O-(dimetilcarbamilo).
5. Sec-butiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo).
6. Metiltiolpropionhidroxamato de O-(metilcarbamilo).
7. Metil-3-metoxitiolpropionhidroxamato de O-(metilcarbamilo).
- 25 8. Etiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)..

321224

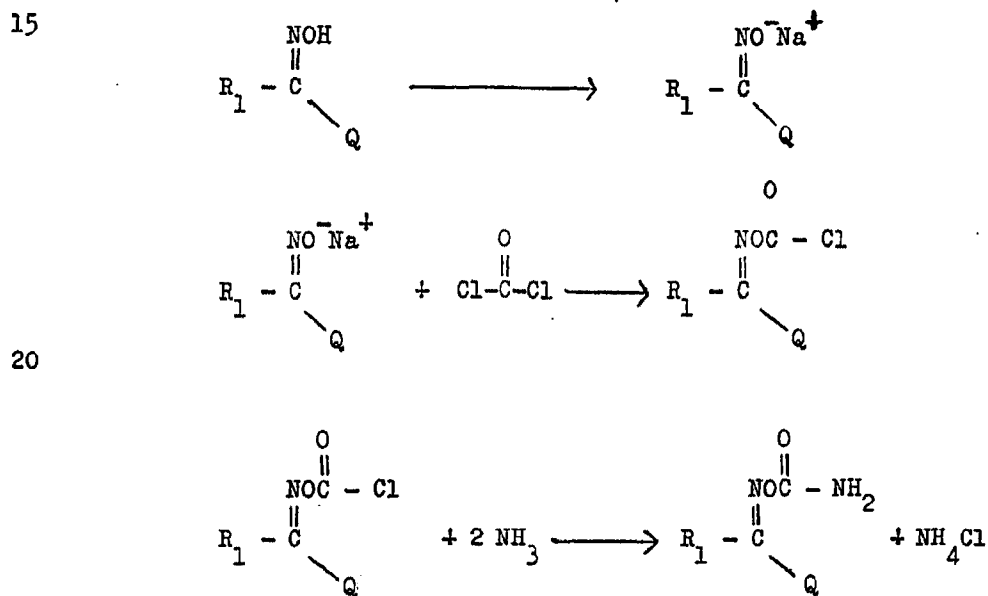


- 1 9. Metil-p-fluortiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo).
 10. Metil-p-bromotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo).
 11. Metiltiolbutirohidroxamato de O-(metilcarbamilo) y
 12. Isopropiltiolisobutirohidroxamato de O-(metilcarbamilo).

5 Los compuestos representados por las fórmulas generales anteriores pueden existir como isómeros sin y anti o como mezclas de los respectivos isómeros.

PREPARACION

10 Los ésteres hidroxamato de O-carbamilo de esta invención se preparan tratando un éster hidroxamato o tiolhidroxamato con hidru
 ro sódico en tetrahidrofurano, añadiendo la sal sódica resultante a una solución de fosgeno y tratando a continuación el cloroformato intermedio con dos equivalentes de amoniaco. El método está ilustrado por las siguientes ecuaciones:



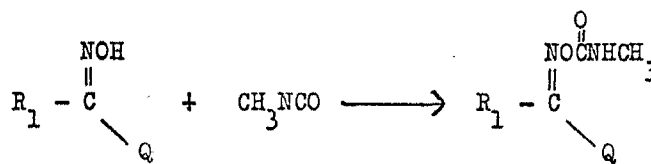
25 donde



1 R_1 y Q tienen el mismo significado anterior.

El éster hidroxamato y tiolhidroxamato intermedio requerido en el método de síntesis anterior puede prepararse mediante la reacción de un hidrocloreuro de iminoéter con hidroxilamina utilizando las condiciones previamente descritas en la literatura. Ver, por ejemplo, Ber., 29, 1149 (1896); Ber., 59, 2395 (1926); Ber., 69, 2352 (1936). Los ésteres tiolhidroxamato también pueden prepararse por cloración de una aldoximina en un disolvente inerte para formar el correspondiente cloruro de hidroxamilo (véase Ber., 27, 2197 (1894)), seguida de la reacción de este último con la sal de metal alcalino de un alquilmercaptano.

Los ésteres hidroxamato de O-(metilcarbamilo) de esta invención se preparan tratando un éster hidroxamato o tiolhidroxamato, preparado como se ha descrito anteriormente, con isocianato de metilo; como catalizador se encuentra presente una pequeña cantidad de 1,4-diazabicyclo-(2,2,2)-octano. Este método está ilustrado por la siguiente ecuación:



20

donde

R_1 y Q tienen el mismo significado anterior.

Los ésteres hidroxamato de O-dimetilcarbamilo de esta invención pueden prepararse tratando un éster hidroxamato o tiolhidroxamato con hidruro sódico en tetrahidrofurano y tratando la sal sódica

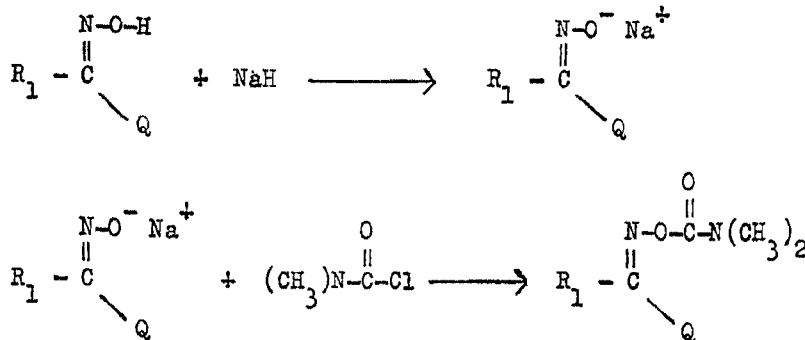
25

321224

28



1 ca resultante con cloruro de dimetilcarbamilo. Este método está
 5 ilustrado por las siguientes ecuaciones:



donde

10 R_1 y Q tienen el mismo significado anterior.

UTILIDAD

Las plagas de insectos, ácaros y nematodos que se destruyen,
 repelen o a las que se impide producir daños o molestias mediante
 las composiciones y métodos de esta invención están representadas,
 15 pero no limitadas, por las siguientes:

Hormigas, tales como:

Hormiga ígnea - Solenopsis geminata,

Hormiga ígnea procedente de Argentina - Solenopsis

saevissima var. richteri;

20 Afidos, tales como:

Afido de la habichuela - Aphis fabae,

Afido de la col - Brevicoryne brassicae,

Afido de la hoja del maíz - Aphis maidis,

Pulgón de la raíz del maíz - Anuraphis maidiradicis,

25 Afido del algodón - Aphis gossypii

321224

28



- 1 Pulgón del melocotonero verde - Myzus persicae,
Pulgón de la patata - Macrosiphum solanifolii,
Pulgón del rosal - Macrosiphum rosae,
Pulgón algodonoso del manzano - Eriosoma lanigerum;
- 5 Larvas, tales como:
Gardama - Laphygma frugiperda,
Gusanos grises o rosquillas - Prodenia eridania;
Cargapalitos o bicho del cesto - Thyridopteryx ephemerae-
formis;
- 10 Escarabajos de las cortezas, tales como:
Escólito norteamericano de la corteza del olmo - Hy-
lurgopinus rufipes,
Escólito menor europeo de la corteza del olmo - Scoly-
tus multistriatus;
- 15 Escarabajos, tales como:
Escarabajo asiático de huerta - Autoserica castanea,
Escarabajo del espárrago - Crioceris asparagi,
Escarabajo de la hoja de la habichuela - Cerotoma
trifurcata,
- 20 Escarabajo Black Hills - Dendroctonus ponderosae,
Escarabajo de los cigarrillos - Lasioderma serricor-
ne,
Escarabajo de la patata del Colorado - Leptinotarsa
decemlineata,
- 25 "Reloj de la muerte" - Xestobium rufovillosum,

321224

28



- 1 Escarabajo japonés - Popillia japonica,
- Coccinela mejicana de las habichuelas - Epilachna
varivestris,
- Escarabajo de la calabaza - Epilachna borealis,
- 5 Escarabajo de la caña de azúcar - Euetheola rugiceps,
- Escarabajo de orla blanca - Grophognathus leucoloma;
- Picudo o grillo de la cápsula del algodón - Anthonomus gran-
dis;
- Oruga de la cápsula del algodón - Heliothis armigera,
- 10 Heliothis zea;
- Insectos perforadores, tales como:
- Pirausta europeo perforador del maíz - Pyrausta nu-
bilalis,
- Barrenador del melocotonero - Sanninoidea exitiosa,
- 15 Barrenador de la calabaza - Melittia cucurbitae,
- Barrenador de la caña de azúcar - Diatraea saccha-
ralis;
- Mariposas, tales como:
- Mariposa de la alfalfa - Colias eurytheme,
- 20 Mariposa de la col - Pieris rapae;
- Orugas, tales como:
- Azufrada de la alfalfa - Colias philodice eurytheme,
- Oruga de librea - Malocosoma americana;
- Larva de la "fiebre fluvial" - Eutrombicula alfred-dugesi
- 25 Chinche de patas rojas - Blissus leucopterus;

321224 28 D



- 1 Cigarra periódica - Magacicada septendecim;
- Gorgojo de la ciruela - Conotrachelus nenuphar;
- Gusano del maíz - Heliothis armigera (ver oruga de la cápsula del algodón);
- 5 Escarabajos saltadores, tales como:
- Escarabajo saltador del maíz - Chaetocnema pulicaria,
- Pulga de la patata - Epitrix cucumeris,
- Pulga del tabaco - Epitrix hirtipennis;
- Chinche del algodón - Psallus seriatus;
- 10 Moscas, tales como:
- Mosca negra de los árboles cítricos - Aleurocanthus woglumi,
- Mosca hessiana - Phytophaga destructor,
- Mosca de los cuernos del ganado vacuno - Siphona irritans,
- 15 Mosca común - Musca domestica,
- Mosca de los establos - Stomoxys calcitrans;
- Moscas de las frutas, tales como:
- Mosca mediterránea - Ceratitis capitata,
- 20 Mosca mejicana - Anastrepha ludens,
- Mosca oriental - Dacus dorsalis;
- Langostas, tales como:
- Langosta diferencial - Melanoplus differentialis,
- Langosta migratoria menor - Melanoplus mexicanus;
- 25 Chinche verde - Toxoptera graminum;

321224

28



- 1 Larva de la polilla cornuda del tabaco - Protoparce sexta;
Insectos minadores de las hojas, tales como:
Minador de las hojas de azalea - Gracilaria azaleella,
Minador caracoleado de las hojas - Liriomyza pusilla,
- 5 Insectos enrolladores de hojas, tales como:
Oruga anidadora de los frutales - Archips argyropila,
Enrolladora de hojas de banda rojas - Argrotaenia velutinana;
- 10 Saltahojas, tales como:
Cicadélido de la remolacha - Circulifer tenellus,
Cicadélido de la patata - Empoasca fabae,
Fulgora de la caña de azúcar - Perkinsiella saccharicida;
- 15 Oruga de la hoja del algodón - Alabama argillacea;
Cresas, tales como:
Cresa del manzano - Rhagoletis pomonella,
Cresa de la cebolla - Hylemya antiqua,
Cresa de la simiente de maíz - Hylemya cilicrura;
- 20 Cochinillas, tales como:
Cochinilla del limón - Pseudococcus citri;
Cochinilla de la piña - Pseudococcus brevipes;
Acaros, tales como:
Acaro rojo de los árboles cítricos - Paratetranychus citri,
- 25

321224

28



- 1 Acaro del trébol - Bryobia praetiosa,
- Acaro rojo europeo - Paratetranychus pilosus,
- Acaro pacífico - Tetranychus pacificus;
- Mosquitos, tales como:
- 5 Mosquito común de la malaria - Anopheles quadri-
maculatus,
- Mosquito de las marismas - Aedes sollicitans,
- Mosquito común del Sur - Culex quinquefasciatus;
- Polillas, tales como:
- 10 Polilla tejedora - Tineola biselliella,
- Polilla de la manzana - Carpocapsa pomonella,
- Polilla europea de los brotes del pino - Rhyacionia
buloliana,
- Polilla de la uva - Polychrosis viteana,
- 15 Polilla gitana - Porthetria dispar,
- Polilla oriental de la fruta - Grapholitha molesta;
- Nematodos, tales como:
- Nematodo de lezna - Dolichodorus heterocephalus,
- Nematodo del plátano - Pratylenchus musicola,
- 20 Nematodo de las yemas y hojas - Aphelenchoides
species,
- Nematodo perforador - Radopholus similis,
- Nematodo de la raíz de la zanahoria - Heterodera
carotae,
- 25 Nematodo nodular de la raíz del café - Meloidogyne

321224

2



- 1 exigua,
Nematodo del maíz - Pratylenchus zeae,
Nematodo de daga - Xiphinema diversicaudatum,
Nematodo dorado - Heterodera rostochiensis,
5 Nematodo de la hierba - Anguina agrostis,
Nematodo arriñonado - Rotylenchus reniformis,
Nematodo de lanza - Hoplolaimus species,
Nematodo de las praderas - Pratylenchus pratensis,
Nematodo nodular norteño de la raíz - Meloidogyne
10 hapla,
Nematodo de la raíz del guisante - Heterodera go-
ttingiana,
Nematodo nodular de la raíz del cacahuet - Meloido-
gyne arenaria,
15 Nematodo de la podredumbre de la patata - Ditylenchus
destructor,
Nematodo del arroz - Ditylenchus angustus,
Nematodo de anillo - Criconemoides species,
Nematodo de cabeza blanda de la lesión - Pratylen-
20 chus brachyurus,
Nematodo nodular sureño de la raíz - Meloidogyne
incognita,
Nematodo del quiste de la soja - Heterodera gly-
cines,
25 Nematodo espiral - Helicotylenchus buxophilus,



- 1 Nematodo de los tallos y bulbos - Ditylenchus dipsaci,
- Nematodo de aguijón - Belonolaimus species,
- Nematodo grueso de las raíces - Trichodorus species,
- 5 Nematodo de la remolacha azucarera - Heterodera schachtii,
- Nematodo dorado del tabaco - Heterodera tabacum,
- Nematodo del achaparramiento del tabaco - Tylenchorhynchus claytoni,
- 10 Nematodo del trigo - Anguina tritici;
- Oruga de la cápsula del clavel - Pectinophora gossypiella;
- Chinche tiznada de las plantas - Lygus oblineatus;
- Orugas de las raíces, tales como:
- Oruga de la raíz del maíz - Diabrotica longicornis,
- 15 Oruga de la raíz del maíz, del Sur - Diabrotica undecimpunctata howardi;
- Insectos cóccidos, tales como:
- Cócido rojo de California - Aonidiella aurantii,
- Cócido algodonoso del melocotón - Pulvinaria amygdali,
- 20 Cócido de San José - Aspidiotus perniciosus;
- Trips, tales como:
- Trips de la cebolla - Thrips tabaci,
- Trips del tabaco - Frankliniella fusca;
- 25 Garrapatas, tales como:

321224

28



- 1 Garrapata americana del perro - Dermacentor varia-
bilis,
- Garrapata del ganado vacuno - Boophilus annulatus;
Oruga tejedora de la remolacha - Loxostege sticti-
5 calis; y
- Gorgojos, tales como:
- Gorgojo de la alfalfa - Hypera postica,
Gorgojo del grano - Sitophilus granarius,
Gorgojo del arroz - Sitophilus oryza, y
10 Gorgojo de la batata - Cylas formicarius elegan-
tulus.

COMPOSICIONES

Las composiciones de esta invención adecuadas para su uso
práctico como insecticidas y composiciones protectoras de las plan-
15 tas incluirán uno o más de los compuestos de fórmula (1) citados an-
teriormente y pueden incluir agentes superficialmente activos, di-
luyentes sólidos o líquidos y otros materiales a voluntad para pro-
ducir polvos mojables, suspensiones, concentrados emulsionables,
polvos finamente divididos, soluciones, gránulos o composiciones de
20 gran actividad.

Cuando se utilizan en estas composiciones, los agentes super-
ficialmente activos actúan como agentes de mojado, dispersantes y
emulsificantes que facilitan la dispersión del material activo en
una pulverización. Además, los agentes superficialmente activos ac-
25 túan como extendedores que contribuyen a obtener recubrimientos uni-

321224

28



1 formas de las superficies que han de ser protegidas contra los in-
sectos. Los agentes superficialmente activos pueden ser aniónicos,
no iónicos y catiónicos, tales como los utilizados hasta ahora en
las composiciones insecticidas de tipo similar. Una lista detalla-
5 da de tales agentes puede encontrarse en "Detergents and Emulsi-
fiers Annual - 1963" (John W. McCutcheon, Inc.).

Se prefieren los agentes superficialmente activos anió-
cos y no iónicos. Entre los aniónicos, los preferidos son los ál-
calis y las sales de metales alcalinos de los ácidos alquilarilsul-
10 fónicos, por ejemplo, dodecibencenosulfonatos y alquilnaftaleno-
sulfonatos, los ésteres dialquilsulfosuccinato sódico, laurilsul-
fato sódico, N-metil-N-oleiltaurato sódico, dodecildifenil éter
disulfonato sódico y el éster del ácido oleico e isotionato sódico.
Entre los agentes superficialmente activos no iónicos, los pre-
15 feridos son los condensados de óxido de etileno con octilfenol, no-
nilfenol, dodecilfenol, ésteres grasos de la sorbita y alcoholes y
mercaptanos de cadena larga, así como los ésteres de polioxietile-
no con ácidos grasos.

Los dispersantes preferidos son los álcalis y las sales de
20 metales alcalinos de los ácidos lignosulfónicos, las sales de los
alquilarilsulfonatos polimerizados que se venden con los nombres
comerciales de "Daxad" y "Darvan" , así como la metilcelulosa, al-
cohol polivinílico y similares.

Los agentes superficialmente activos se encuentran presen-
25 tes en las composiciones de mi invención en la proporción del 0,1

321224



1 al 15 % en peso sobre el peso total de la composición pesticida
resultante.

La composición puede contener, con o sin agente superficial
mente activo, un diluyente sólido finamente dividido, tales como
5 silicatos naturales, por ejemplo, talco, sepiolita, pirofilita; arcillas,
por ejemplo, montmorilonita, caolinita, atapulgita; tierra
de diatomáceas, silicato magnésico sintético, sílices sintéticas,
silicato cálcico, sulfato cálcico, carbonato cálcico, fosfato cálcico
y harinas y serrines derivados de fuentes naturales, tales como
10 la cáscara de nuez, pino gigante de California, semilla de algodón
y similares. El sólido finamente dividido se encontrará presente
en las composiciones de este invento en concentraciones que pueden
variar entre el 5 y el 98 % en peso sobre el peso total de la
composición insecticida resultante.

15 Las composiciones de este invento que son especialmente valiosas
debido a su elevada actividad residual son aquellas que contienen
una resina seleccionada entre los polímeros de indeno de bajo
peso molecular y los copolímeros de indeno con fenol y cumarona,
también de bajo peso molecular, y un hidroxamato de carbamilo de
20 fórmula (1) donde R_1 es un alquilo de 1 a 5 átomos de carbono, alcoxialquilo
de 2 a 5 átomos de carbono, alquiltioalquilo de 2 a 5 átomos de carbono
o carboalcoxialquilo de 2 a 5 átomos de carbono; R_2 es alquiltio de 1 a 3
átomos de carbono; R_3 es H o CH_3 y R_4 es H o CH_3 . La preparación de
25 estos hidroxamatos de carbamilo con las citadas resinas reduce considerablemente
cualquier fitoto



1 xicidad inherente de los hidroxamatos de carbamilo y aumenta su actividad pesticida residual.

Las resinas de las composiciones arriba descritas de esta invención pueden incluir productos de condensación fenol/indeno en los que, por ejemplo, la resina consista en un fenol que contenga 5 1, 2 o 3 unidades indeno en posición para respecto al grupo fenólico y 1,2 o 3 unidades indeno en posición orto respecto al grupo fenólico y mezclas de tales resinas. También pueden encontrarse presentes en el producto de condensación fenol/indeno pequeñas cantidades de cumarona o bien la resina puede ser un compuesto de bajo 10 peso molecular en el que la cumarona está copolimerizada con el indeno.

Estas resinas pueden estar caracterizadas por tener una temperatura de fusión o fluidificación comprendida entre unos 60 y 15 150 °C, siendo especialmente valiosas para su uso en las composiciones de esta invención aquéllas que funden entre 90 y 120 °C. Estas resinas también deben ser frágiles en frío y químicamente compatibles con los hidroxamatos de carbamilo de fórmula (1). Las resinas pueden prepararse por cualquiera de los métodos bien conocidos en la técnica o pueden ser adquiridas como composiciones existentes en el comercio. Entre las resinas comerciales adecuadas se encuentran, por ejemplo, "Nevillac" Hard, "Nevillac" Special Hard 20 y "Neville" Resin R-13, fabricadas por la Neville Chemical Company.

25 Los líquidos orgánicos adecuados para la preparación de solu

321224

28



1 ciones, suspensiones y concentrados emulsificables de los hidroxamatos de carbamilo de fórmula (1) son hidrocarburos parafínicos, hidrocarburos aromáticos e hidrocarburos halogenados, aunque también pueden utilizarse cetonas, ésteres y sulfamidas. Según la solubilidad del compuesto particular en cuestión, podrán prepararse suspensiones o soluciones acuosas.

En general, se prefieren las preparaciones en suspensión si la solubilidad del ingrediente activo en el vehículo líquido es menor del 0,1% aproximadamente.

10 Para preparaciones en forma de aerosol se prefieren como disolventes e impelentes los hidrocarburos halogenados de bajo punto de ebullición, aunque pueden ser sustituidos por hidrocarburos de bajo punto de ebullición que actúan como impelentes.

15 El líquido orgánico adecuado para las composiciones de esta invención se encontrará presente en la proporción del 20 al 98% en peso sobre el peso total de la composición insecticida.

Puede ser conveniente utilizar modificadores adicionales. Aunque los compuestos de fórmula (1) son bastante estables en la mayoría de las condiciones, resultará conveniente el empleo de un desecante, un agente regulador o tampón o materiales tales como urea que inactivan los puntos catalíticos sobre las partículas diluyentes. También pueden emplearse aditivos que inhiban la corrosión, reduzcan la formación de espuma y de tortas y aumenten la floculación. En las soluciones o suspensiones acuosas, con frecuencia es deseable la presencia de bactericidas, fungicidas, bac

20

25

321224



1 teriostatos y fungistatos.

Los bactericidas, fungicidas, bacteriostatos y fungistatos se encontrarán presentes en las composiciones de la presente invención en la proporción de 1 a 4 partes en peso por cada parte en peso de compuesto de fórmula (1).

Las composiciones de esta invención pueden contener adicionalmente conocidos insecticidas, fungicidas, acaricidas, nematocidas, fertilizantes y elementos nutritivos.

Las composiciones que contienen resina de esta invención se preparan por incorporación del hidroxamato de carbamilo de fórmula (1) a la resina, seguido de la preparación de composiciones adecuadas para una conveniente aplicación. Generalmente, la resina y un hidroxamato de carbamilo de fórmula (1) pueden fundirse juntas, solidificando después la mezcla fundida. Generalmente, se prefiere convertir después el producto fundido o solidificado en una preparación adecuada para su aplicación. Alternativamente, pueden mezclarse la resina y el hidroxamato de carbamilo de fórmula (1) con un disolvente común a ambas, seguido de la posterior preparación de una fórmula y eliminación del disolvente. La incorporación de la resina puede también llevarse a cabo disolviendo el hidroxamato de carbamilo en un constituyente monomérico de la resina, seguido de polimerización in situ, por ejemplo calentando en presencia de un catalizador adecuado de la polimerización.

Preferiblemente, el hidroxamato de carbamilo se encontrará coloidalmente distribuido en la preparación resinica y, aun mejor,

321224

28



1 se encontrará en forma de solución sólida en la resina.

La proporción de hidroxamato de carbamilo de fórmula (1) utilizada con respecto a la resina será desde 0,5 a 50 partes en peso por cada 100 partes en peso de resina. No obstante, se obtie
5 nen los máximos beneficios compatibles con una aplicación económica si la proporción de hidroxamato de carbamilo de fórmula (1) se encuentra entre 5 y 25 partes en peso por cada 100 partes en peso de resina.

La composición final generalmente puede prepararse por los
10 métodos ordinariamente utilizados para las composiciones pesticidas de tipo similar. Las composiciones sólidas, con excepción de los gránulos, se preparan mediante una operación de mezclado y habitualmente incluirán el paso a través de una máquina trituradora tal como un molino de frotamiento, molino de martillos o un moli-
15 no hidráulico.

Las soluciones se preparan por agitación de los ingredien-
tes combinados; en algunos casos se puede acelerar la disolución calentando y en otros puede ser necesario enfriar o trabajar a presión para evitar la evaporación del disolvente. Las suspensio
20 nes acuosas y oleosas se preparan mezclando el ingrediente activo insoluble y los otros ingredientes y moliendo la mezcla en un molino de bolas o por enarenado para producir una pasta concentrada de partículas muy finamente divididas.

Los gránulos se preparan por diferentes procedimientos. Los
25 gránulos preformados, absorbentes, se pulverizan con una solución

321224

28 D



1 de ingrediente activo y coadyuvantes, o con una mezcla de ingre-
diente activo y coadyuvante que se ha calentado suficientemente
para dar un líquido que fluya fácilmente. Alternativamente, el in-
5 grediente activo y los diluyentes sólidos se mezclan con una can-
tidad de líquido suficiente para permitir la extrusión de pasti -
llas o la formación de gránulos en un tambor agitador.

APLICACION

Al aplicar los compuestos de esta invención para el control
de las pestes, el compuesto, naturalmente, se aplica en cantidad
10 suficiente para ejercer la deseada acción pesticida. Sin embargo,
las cantidades requeridas para obtener la acción de control de la
peste particular deseada dependen de variables tales como la tem-
peratura, la época del año, la humedad y otras.

Los compuestos se aplican sobre el lugar o zona que ha de
15 protegerse. La aplicación puede realizarse directamente sobre el
lugar o zona que se quiere proteger contra las pestes durante el
periodo de infestación. Alternativamente, la aplicación puede ha-
cerse antes de una infestación prevista, de forma que las plagas
ingieran o se pongan en contacto con el compuesto activo y sean
20 destruidas.

Las composiciones de esta invención se aplican generalmen-
te en concentraciones desde 1/4 de libra a 4 libras de ingredien-
te activo por 100 galones de agua (desde 113 a 1814 gramos en
378 litros de agua). Preferiblemente, sin embargo, se utiliza de
25 una a dos libras de ingrediente activo por 100 galones de agua

321224

28



1 (de 454 a 907 g en 378 litros). Las superficies que han de prote-
gerse se pulverizan hasta que el liquido escurre. Las proporciones
utilizadas en superficies tales como terrenos agricolas varían en-
tre 0,1 y 40 libras de ingrediente activo por acre de superficie
5 en realidad tratada (entre 45,4 g y 18,144 kg por 0,405 Ha). Por
razones de economia y eficacia, son especialmente útiles las pro-
porciones de 0,5 a 20 libras por acre (de 227 g a 9,027 kg por
0,405 Ha).

10 Para el tratamiento de semillas, bulbos o plantitas de vi-
vero se utilizará una concentración comprendida entre 0,0001 y 20
libras por 100 galones de agua (0,0454 g y 9,072 kg por 378 li-
tros), siendo la más conveniente una concentración comprendida en
tre 0,001 y 10 libras por 100 galones (0,454 g y 4,536 kg por 378
litros).

15 La síntesis de los compuestos de fórmula (1) así como su
preparación y uso para el control de las plagas quedan mejor ilus-
trados en los siguientes ejemplos.

Ejemplo 1

20 A una suspensión agitada de 48 partes de hidruro sódico al
50 % en aceite mineral y 1.170 partes de tetrahidrofurano se aña-
de en porciones 201,5 partes de p-clorotiolbenzohidroxamato de me-
tilo. La sal sódica resultante suspendida en tetrahidrofurano se
añade en porciones sobre 297 partes de fosgeno en 1.420 partes de
éter etílico mantenido a 0-5 °C. El exceso de fosgeno se separa
25 por destilación a presión reducida. La mezcla resultante se aña-

321224

28



1 de en porciones sobre 34 partes de amoniaco disueltas en 1.050
partes de acetonitrilo mantenido a 0-10 °C. Después de calentar
la mezcla hasta la temperatura ambiente, se filtran los sólidos
y el filtrado se extrae con hexano para separar el aceite mine-
5 ral. A continuación se separa el disolvente dando metil-p-cloro
tiolbenzohidroxamato de O-(carbamilo), que se recristaliza en
una mezcla etanol-agua.

El metil-p-clorotiolbenzohidroxamato de O-(carbamilo) se
prepara y aplica como sigue:

10	metil-p-clorotiolbenzohidroxamato de O-(carbamilo)	10,0 %
	diocilsulfosuccinato sódico	0,5 %
	alcarilsulfonatos polimerizados	1,0 %
	pirofilita	88,5 %

15 Los ingredientes se mezclan ligeramente, se pasan a través
de un micropulverizador para producir partículas todas ellas sus-
tancialmente de un tamaño inferior a 50 micras y después se mez-
clan íntimamente antes de empaquetarlos.

20 El polvo fino diluido se aplica formando una capa continua
mediante un espolvoreador de manivela sobre las superficies supe-
rior e inferior del follaje de los rosales. Los áfidos infestan -
tes, tales como el pulgón de la patata Macrosiphum euphorbiae y
el pulgón de los rosales Macrosiphum rosae son eficazmente contro-
lados mediante esta aplicación.

Ejemplos 2 - 8

25 Los siguientes compuestos se preparan en la misma forma que

321224



1 el metil-p-clorotiolbenzohidroxamato de O-(carbamilo) del Ejemplo
1 sustituyendo un peso equivalente del material de partida indica
do. El producto se prepara y aplica en forma similar para dar re-
sultados semejantes.

	<u>Material de partida</u>	<u>Producto</u>
5	2. propionohidroxamato de n-butilo	n-butilpropionohidroxamato de O-(carbamilo)
	3. ciclohexanocarbohidroxamato de metilo	metilciclohexanocarbohidroxamato de O-(carbamilo)
	4. p-metiltiolbenzohidroxamato de metilo	metil-p-metiltiolbenzohidroxamato de O-(carbamilo)
10	5. o-n-butoxitiolbenzohidroxamato de metilo	metil-o-n-butoxitiolbenzohidroxamato de O-(carbamilo)
	6. tiolisobutirohidroxamato de metilo	metiltiolisobutirohidroxamato de O-(carbamilo)
	7. tiolformohidroxamato de bencilo	benciltiolformohidroxamato de O-(carbamilo)
15	8. p-bromobenzotiolhidroxamato de metilo	metil-p-bromobenzotiolhidroxamato de O-(carbamilo)

Ejemplo 9

A una suspensión agitada de 48 partes de hidruro sódico al
50 % en aceite mineral y 1.170 partes de tetrahidrofurano se añade
en porciones 105 partes de tiolacetohidroxamato de metilo. La sal
20 sódica resultante suspendida en tetrahidrofurano se añade en por-
ciones sobre 297 partes de fosgeno en 1.420 partes de éter etílico
mantenido a 0-5 °C. El fosgeno en exceso se separa por destila-
ción a presión reducida. La mezcla resultante se añade en porcio-
nes sobre 34 partes de amoníaco disuelto en 1.050 partes de aceto-

25

321224



1 nitrilo mantenido a 0-10 °C. Después de calentar hasta la tempe-
ratura ambiente, se separan por filtración los sólidos y el fil-
trado se extrae con hexano para separar el aceite mineral. Des-
pués se elimina el disolvente, dando metiltiolacetohidroxamato
5 de O-(carbamilo).

Ejemplo 10

 A una solución agitada compuesta por 201,5 partes de p-
clorotiolbenzohidroxamato de metilo y 2 partes de 1,4-diazabici-
clo(2,2,2)octano en 1.000 partes de benceno se añaden 65 partes
10 de isocianato de metilo. Después de la adición, se calienta la
mezcla reaccionante a 40-50 °C durante una hora. Se separa el di-
solvente a presión reducida dando metil-p-clorotiolbenzohidrox-
amato de O-(metilcarbamilo) en forma de sólido blanco que se puri-
fica por recristalización en benceno-ciclohexano.

15 El producto, metil-p-clorotiolbenzohidroxamato de O-(me-
tilcarbamilo), se prepara y aplica en la forma siguiente:

metil-p-clorotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	80 %
montmorilonita no hinchable	20 %

20 Los ingredientes se mezclan íntimamente en un mezclador de
cinta y se pasan por un molino hidráulico para producir particu-
las todas ellas de un tamaño sustancialmente inferior a 10 micras.
Este polvo fino de base se presta a una nueva dilución con un di-
luyente antes de su aplicación.

25 concentrado en polvo descrito anteriormente 12,5 %

321224

28



	<u>Ej.</u>	<u>Material de partida</u>	<u>Producto</u>
1	15.	Tridecanohidroxamato de etilo	etiltridecanohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	16.	3 -butenohidroxamato de metilo	metil-3-butenohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
5	17.	10-undecenohidroxamato de metilo	metil-10-undecenohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	18.	tiolacetohidroxamato de metilo	metiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	19.	3-butirohidroxamato de metilo	metil-3-butirohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
10	20.	12-tridecinohidroxamato de metilo	metil-12-tridecinohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	21.	tiolacetohidroxamato de etilo	etiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	22.	tiolisobutirohidroxamato de metilo	metiltiolisobutirohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	23.	tiol-2-metoxiacetohidroxamato de etilo	etiltiol-2-metoxiacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
15	24.	tiol-3-metoxipropionohidroxamato de metilo	metiltiol-3-metoxipropionohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	25.	3-etoxitiolpropionohidroxamato de metilo	metil-3-etoxitiolpropionohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
20	26.	tiolacetohidroxamato de isopropilo	isopropiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	27.	tricloroacetohidroxamato de metilo	metiltricloroacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	28.	triclorotiolacetohidroxamato de metilo	metiltriclorotiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
25	29.	tiolformohidroxamato de metilo	metiltiolformohidroxamato de O-(metilcarbamilo)

321224



	<u>Ej.</u>	<u>Material de partida</u>	<u>Producto</u>
1	30.	tiolformohidroxamato de fenilo	feniltiolformohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	31.	tiolformohidroxamato de bencilo	benciltiolformohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
5	32.	tiolformohidroxamato de isopropilo	isopropiltiolformohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	33.	tiolisobutirohidroxamato de isopropilo	isopropiltiolisobutirohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	34.	tiolpivalohidroxamato de metilo	metiltiolpivalohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
10	35.	tiolacetohidroxamato de fenilo	feniltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	36.	acetohidroxamato de fenilo	fenilacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	37.	isobutirohidroxamato de fenilo	fenilisobutirohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
15	38.	tiolacetohidroxamato de bencilo	benciltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	39.	tiolacetohidroxamato de p-clorobencilo	p-clorobenciltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	40.	tiolacetohidroxamato de p-clorofenilo	p-clorofeniltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
20	41.	cloroacetohidroxamato de metilo	metilcloroacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	42.	3-cloropropionhidroxamato de n-butilo	n-butil-3-cloropropionhidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	43.	3,4-diclorobutirohidroxamato de etilo	etil-3,4-diclorobutirohidroxamato de O-(metilcarbamilo)

25

321224

28



	<u>Ej.</u>	<u>Material de partida</u>	<u>Producto</u>
1	44.	4,4,4-tribromobutirohidroxamato de metilo	metil-4,4,4-tribromobutirohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
5	45.	10,11-dibromoundecanohidroxamato de metilo	metil-10,11-dibromoundecanohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	46.	2-fluorpropionohidroxamato de n-butilo	n-butil-2-fluorpropionohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	47.	tiolperfluorvalerohidroxamato de metilo	metiltiolperfluorvalerohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
10	48.	tiolmetiltioacetohidroxamato de metilo	metiltiolmetiltioacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	49.	11-metiltiolundecanohidroxamato de metilo	metil-11-metiltiolundecanohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
15	50.	tiolciclopropanocarbohidroxamato de metilo	metiltiolciclopropanocarbohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	51.	ciclododecanocarbohidroxamato de metilo	metilciclododecanocarbohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	52.	tiolfenilacetohidroxamato de metilo	metiltiolfenilacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
20	53.	p-clorofenilacetohidroxamato de metilo	metil-p-clorofenilacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	54.	tiol-1-naftohidroxamato de metilo	metiltiol-1-naftohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	55.	tiol-2-naftohidroxamato de metilo	metiltiol-2-naftohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
25	56.	carboetoxitiolformohidroxamato de metilo	metilcarboetoxitiolformohidroxamato de O-(metilcarbamilo)

321224

28 D



1	Ej.	<u>Material de partida</u>	<u>Producto</u>
	57.	p-fluortiolbenzohidroxamato de metilo	metil-p-fluortiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	58.	tiolheptanohidroxamato de metilo	metiltiolheptanohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
5	59.	p-clorobenzohidroxamato de metilo	metil-p-clorobenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	60.	m-clorotiolbenzohidroxamato de etilo	etil-m-clorotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
10	61.	p-bromotiolbenzohidroxamato de metilo	metil-p-bromotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	62.	p-(trifluormetil)tiolbenzohidroxamato de metilo	metil-p-(trifluormetil)tiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	63.	p-sec-butiltiolbenzohidroxamato de n-butilo	n-butil-p-sec-butiltiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
15	64.	tiolpiperonilohidroxamato de metilo	metiltiolpiperonilohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	65.	p-aliltiolbenzohidroxamato de metilo	metil-p-aliltiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
20	66.	o-ciclohexiltiolbenzohidroxamato de metilo	metil-o-ciclohexiltiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	67.	o-metoxitiolbenzohidroxamato de n-propilo	n-propil-o-metoxitiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	68.	(p-metiltio)tiolbenzohidroxamato de metilo	metil-(p-metiltio)tiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
25	69.	p-dimetilaminotiolbenzohidroxamato de metilo	metil-p-dimetilaminotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)

321224

28 DV



1	<u>Ej.</u>	<u>Material de partida</u>	<u>Producto</u>	
		to de metilo	benzohidroxamato de O- (metilcarbamilo)	
	70.	m-nitrotiolbenzohidroxamato de metilo	metil-m-nitrotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	
5		71.	p-cianotiolbenzohidroxamato de metilo	metil-p-cianotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
		72.	p-nitrosotiolbenzohidroxamato de metilo	metil-p-nitrosotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
10		73.	2-bromo-4-fluortiolbenzohidroxamato de metilo	metil-2-bromo-4-fluortiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
		74.	3,4-diclorotiolbenzohidroxamato de metilo	metil-3,4-diclorotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
		75.	2,4,5-triclorotiolbenzohidroxamato de metilo	metil-2,4,5-triclorotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
15		76.	2,3,5,6-tetraclorotiolbenzohidroxamato de metilo	metil-2,3,5,6-tetraclorotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
		77.	3-cloro-6-metoxitiolbenzohidroxamato de metilo	metil-3-cloro-6-metoxitiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
20		78.	3-bromo-5-cloro-6-metoxitiolbenzohidroxamato de metilo	metil-3-bromo-5-cloro-6-metoxitiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
		79.	2,4-dicloro-3,5-dimetoxitiolbenzohidroxamato de metilo	metil-2,4-dicloro-3,5-dimetoxitiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
25		80.	2-cloro-4-nitrosotiolbenzohidroxamato de metilo	metil-2-cloro-4-nitrosotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)

321224



	<u>Ej.</u>	<u>Material de partida</u>	<u>Producto</u>
1	81.	2-cloro-4-cianotiolbenzohidroxa- mato de metilo	metil-2-cloro-4-cianotiol- benzohidroxamato de O-(me- tilcarbamilo)
	82.	2-alil-4-bromotiolbenzohidroxa- to de metilo	metil-2-alil-4-bromotiol- benzohidroxamato de O-(me- tilcarbamilo)
5	83.	2-bromo-4-nitrotiolbenzohidroxa- to de metilo	metil-2-bromo-4-nitrotiol- benzohidroxamato de O-(me- tilcarbamilo)
	84.	3-bromo-4-dimetilaminotiolbenzohi- droxamato de metilo	metil-3-bromo-4-dimetilami- notiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
10	85.	2-bromo-4-(trifluormetil)tiolben- zohidroxamato de metilo	metil-2-bromo-4-(trifluor- metil)tiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	86.	3-bromo-6-ciclohexiltiolbenzohi- droxamato de metilo	metil-3-bromo-6-ciclohexil- tiolbenzohidroxamato de O- (metilcarbamilo)
	87.	2,4,6-tribromotiolbenzohidroxa- to de metilo	metil-2,4,6-tribromotiol- benzohidroxamato de O-(me- tilcarbamilo)
15	88.	3,5-dibromo-6-etoxitiolbenzohidro- xamato de metilo	metil-3,5-dibromo-6-etoxi- tiolbenzohidroxamato de O- (metilcarbamilo)
	89.	3-dimetilaminotiolpropionohidro- xamato de n-butilo	n-butyl-3-dimetilaminotiol- propionohidroxamato de O- (metilcarbamilo)
20	90.	3-diamilaminotiolpropionohidroxa- mato de metilo	metil-3-diamilaminotiolpro- pionohidroxamato de O-(me- tilcarbamilo)
	91.	3-(n-butyl,metilamino)tiolpropio- nohidroxamato de metilo	metil-3-(n-butyl,metilami- no)tiolpropionohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
	92.	3-(dimetilamino)tiolpropionohidro- xamato de metilo	metil-3-(dimetilamino)tiol- propionohidroxamato de O- (metilcarbamilo)
25			

321224

28



	<u>Ej.</u>	<u>Material de partida</u>	<u>Producto</u>
1	93.	3-(dietilamino)tiolpropionohidro- xamato de metilo	metil-3-(dietilamino)tiol- propionohidroxamato de O- (metilcarbamilo)
5	94.	dimetilaminotiolformohidroxamato de metilo	metildimetilaminotiolformo hidroxamato de O-(metilcar- bamilo)
	95.	3-carbometoxitiolpropionohidroxa- mato de metilo	metil-3-carbometoxitiolpro- pionohidroxamato de O-(me- tilcarbamilo)
	96.	dietilaminotiolacetohidroxamato de metilo	metildietilaminotiolace to- hidroxamato de O-(metilcar- bamilo)
10	97.	dihexilaminotiolformohidroxamato de metilo	metildihexilaminotiolformo hidroxamato de O-(metilcar- bamilo)
	98.	tiolacetohidroxamato de n-hexilo	n-hexiltiolacetohidroxama- to de O-(metilcarbamilo)
	99.	3-(isopropoxi)tiolpropionohidro- xamato de metilo	metil-3-(isopropoxi)tiol- propionohidroxamato de O- (metilcarbamilo)
15	100.	tiol-3-butenohidroxamato de meti- lo	metiltiol-3-butenohidroxa- mato de O-(metilcarbamilo)
	101.	dipropilaminotiolformohidroxama- to de etilo	etildipropilaminotiolformo hidroxamato de O-(metilcar- bamilo)
20	102.	tiol-4-metilvalerohidroxamato de metilo	metiltiol-4-metilvalerohi- droxamato de O-(metilcar- bamilo)
	103.	tioacetohidroxamato de o-nitrofe- nilo	o-nitrofeniltiolacetohidro- xamato de O-(metilcarbami- lo)
	104.	tiolacetohidroxamato de p-cloro- bencilo	p-clorobenciltiolacetohi- droxamato de O-(metilcar- bamilo)
25	105.	tiolacetohidroxamato de dodecilo	dodeciltiolacetohidroxama- to de O-(motilcarbamilo)

321224

28



	<u>Ej.</u>	<u>Material de partida</u>	<u>Producto</u>
1		106. 3,5-dimetiltiolbenzohidroxamato de metilo	metil-3,5-dimetiltiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
5		107. 3,5-di- <u>terc</u> -butil-4-metoxitiolbenzohidroxamato de metilo	metil-3,5-di- <u>terc</u> -butil-4-metoxitiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
		108. 3-bromo-4- <u>sec</u> -butiltiolbenzohidroxamato de metilo	metil-3-bromo-4- <u>sec</u> -butiltiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
		109. 2-n-butoxi-3-nitrotiolbenzohidroxamato de metilo	metil-2-n-butoxi-3-nitrotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
10		110. 4-metoxi-3-(metiltio)tiolbenzohidroxamato de metilo	metil-4-metoxi-3-(metiltio)tiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
		111. 2,3-dimetoxitiolbenzohidroxamato de metilo	metil-2,3-dimetoxitiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
15		112. 3-metoxi-4-n-propoxitiolbenzohidroxamato de metilo	metil-3-metoxi-4-n-propoxitiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
		113. 2,4-dinitrotiolbenzohidroxamato de metilo	metil-2,4-dinitrotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
		114. 2,3,5,6-tetrametiltiolbenzohidroxamato de metilo	metil-2,3,5,6-tetrametiltiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)

20

Ejemplo 115

A una suspensión agitada de 48 partes de hidruro sódico al 50 % con aceite mineral en 730 partes de tetrahidrofurano se añade, a lo largo de una hora, 89 partes de tiolacetohidroxamato de metilo. La temperatura se mantiene a 20-30 °C. Una vez que ha cesado el desprendimiento de gases, se añaden 107,5 g de cloruro de dimetil-

25



1 carbamilo durante una hora, manteniendo la temperatura entre 15 y
 25 °C. Se continúa la agitación durante una hora a la temperatura
 ambiente y se separan los sólidos por filtración. Se elimina el di-
 solvente a presión reducida, obteniéndose metiltiolacetohidroxama-
 5 to de O-(dimetilcarbamilo).

El producto, metiltiolacetohidroxamato de O-(dimetilcarbami-
 10 lo, se prepara y aplica en la forma siguiente:

metiltiolacetohidroxamato de O-(dimetil- carbamilo)	75 %
alquilnaftalensulfonato sódico	2 %
10 lignosulfonato sódico	2 %
dextrina	4 %
atapulgita	17 %

Los ingredientes se mezclan, se muelen groseramente en un
 molino de martillos y después se pasan por un molino hidráulico
 15 para producir partículas todas ellas sustancialmente de un tamaño
 inferior a 10 micras.

La mosca común, Musca domestica, se controla en graneros
 utilizando 1 libra de la fórmula anterior en 2,5 galones de agua
 (0,454 kg en 9,460 litros) y pulverizando las paredes, suelos,
 20 rendijas, grietas, establos y corrales con un pulverizador de mo-
 chila hasta que el líquido escurre.

Ejemplos 116 - 118

Los siguientes compuestos se preparan en la misma forma que
 el metiltiolacetohidroxamato de O-(dimetilcarbamilo) del Ejemplo
 25

321224

28



1 115 sustituyendo el tiolacetohidroxamato de metilo de dicho Ejemplo por un peso equivalente del material de partida indicado. El producto se prepara y aplica en forma similar para dar resultados semejantes.

5	<u>Ej.</u>	<u>Material de partida</u>	<u>Producto</u>
	116.	tiolisobutirohidroxamato de metilo	metiltiolisobutirohidroxamato de O-(dimetilcarbamillo)
	117.	p-clorotiolbenzohidroxamato de metilo	metil-p-clorotiolbenzohidroxamato de O-(dimetilcarbamillo)
10	118.	tiolacetohidroxamato de etilo	etiltiolacetohidroxamato de O-(dimetilcarbamillo)
	119.	tiolformohidroxamato de metilo	metiltiolformohidroxamato de O-(dimetilcarbamillo)
	120.	tiolacetohidroxamato de fenilo	feniltiolacetohidroxamato de O-(dimetilcarbamillo)
15	121.	p-bromotiolbenzohidroxamato de metilo	metil-p-bromotiolbenzohidroxamato de O-(dimetilcarbamillo)
	122.	tiolacetohidroxamato de isopropilo	isopropiltiolacetohidroxamato de O-(dimetilcarbamillo)
	123.	tiolisobutirohidroxamato de isopropilo	isopropiltiolisobutirohidroxamato de O-(dimetilcarbamillo)
20	124.	tiol-3-metoxipropionohidroxamato de metilo	metiltiol-3-metoxipropionohidroxamato de O-(dimetilcarbamillo)
	125.	tiolpropionohidroxamato de etilo	etiltiolpropionohidroxamato de O-(dimetilcarbamillo)
25	126.	tioldimetilaminoformohidroxamato de metilo	metiltioldimetilaminoformohidroxamato de O-(dimetilcarbamillo)



1	<u>Ej.</u>	<u>Material de partida</u>	<u>Producto</u>
	127.	acetohidroxamato de p-clorofenilo	p-clorofenilacetohidroxamato de O-(dimetilcarbamilo)
	128.	acetohidroxamato de bencilo	bencilacetohidroxamato de O-(dimetilcarbamilo)

5

Ejemplo 129Preparación de hidrocioruro de metiltiolacetimidato intermediario

Un total de 41 partes en peso de acetonitrilo, 250 partes en peso de éter anhidro y 48 partes en peso de metilmercaptano se agitan y se mantienen en atmósfera de nitrógeno a medida que se añaden a la mezcla gradualmente 36,5 partes en peso de HCl seco. Cuando la adición de HCl se aproxima a su fin, la solución clara se enturbia y comienza a formarse un precipitado. Los cristales blancos que se forman se recogen por filtración, se lavan con éter frío y se secan en estufa de vacío a la temperatura ambiente. Se obtiene un total de 83 partes en peso de hidrocioruro de tiolacetimidato de metilo, blanco, cristalino, higroscópico, que funde a 81-89 °C.

10

15

Pueden prepararse en forma semejante otros imidatos intermediarios utilizados en esta invención, empleando los correspondientes alcoholes, mercaptanos y nitrilos.

20

Estos imidatos se tratan con hidrocioruro de hidroxilamina en presencia de piridina para dar los correspondientes hidroxamatos intermediarios en la reacción.

Ejemplo 130

metil-p-clorobenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)

25

75 %

321224

28



alquilnaftalensulfonato sódico	2 %
ligninsulfonato cálcico	2 %
talco micáceo	21 %

5 Los ingredientes se mezclan íntimamente y se micropulverizan para producir partículas todas ellas sustancialmente de un tamaño inferior a 50 micras. La composición puede ser utilizada como base de polvo fino o como polvo mojable.

Ejemplo 131

10 Sustituyendo el metil-p-clorobenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo) del Ejemplo 130 por una cantidad semejante en peso de metil-p-fluortiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo) se obtiene un concentrado en forma de polvo fino o un polvo mojable de utilidad práctica.

Ejemplo 132

15 metiltiolisobutirohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	10,0 %
diocilsulfosuccinato sódico	0,5 %
alquilarilsulfonatos polimerizados	1,0 %
pirofilita	88,5 %

20 Los ingredientes se mezclan ligeramente, se pasan por un micropulverizador para producir partículas todas ellas sustancialmente de un tamaño inferior a 50 micras y a continuación se mezclan íntimamente antes de su empaquetado.

25 El polvo fino diluido se aplica formando un recubrimiento continuo mediante un espolvoreador de manivela sobre las superfi-



ficies superior e inferior del follaje de los rosales. Los áfidos infestantes tales como el pulgón de la patata, Macrosiphum euphorbiae, y el pulgón del rosal, Macrosiphum rosae, son eficazmente controlados mediante esta aplicación.

5

Ejemplo 133

Sustituyendo el metiltiolisobutirohidroxamato de O-(metilcarbamilo) del Ejemplo 132 por una cantidad semejante en peso de metiltiolvalerohidroxamato de O-(metilcarbamilo) se obtiene un polvo fino diluido que puede aplicarse en forma similar dando resultados semejantes.

10

Ejemplo 134

metil-p-bromotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	5 %
talco micáceo	95 %

15

Después de mezclados íntimamente, los ingredientes combinados se pasan por un molino de golpeo para producir partículas todas ellas sustancialmente de un tamaño inferior a 50 micras.

Ejemplo 135

Sustituyendo el metil-p-bromotiolbenzohidroxamato del Ejemplo 134 por una cantidad semejante en peso de etil-p-fluortiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo) se obtiene un polvo fino diluido semejante.

20

Ejemplo 136

etil-p-clorotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	10 %
éster oleico de isotianato sódico	2 %

25

321224

28



ligninsulfonato sódico	1 %
caolinita	25 %
pirofilita	62 %

Los ingredientes se mezclan en un mezclador de cinta, se
5 micropulverizan para producir partículas todas ellas sustancial-
mente de un tamaño inferior a 50 micras y se vuelven a mezclar.

Ejemplo 137

metiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarba milo)	20 %
cloruro de metileno	72 %
10 monoestearato de sorbita y condensados del mismo con polioxietileno	8 %

Los ingredientes se combinan y se agitan para producir una
solución homogénea.

Esta preparación se diluye con agua y se aplica al algodón
15 mediante un pulverizador de poco volumen montado sobre un tractor
en la proporción de 0,25 a 2 libras de ingrediente activo por acre
(113 a 907 g por 0,405 Ha). El grillo de la cápsula del algodón,
Anthonomus grandis, y ciertas larvas de lepidópteros, tales como
la oruga de la cápsula del algodón, Heliothis zea, que infestan a
20 la planta citada se controlan eficazmente con esta aplicación.

Ejemplo 138

metilbutirohidroxamato de O-(metilcarbamillo)	20 %
xileno	74 %
25 mezcla de sulfonatos solubles en aceite y éte- res de polioxietileno	6 %

321224

20



Se combinan y se agitan los ingredientes para producir una solución homogénea. Esta preparación se emulsifica con agua y se aplica en la forma descrita para la fórmula del Ejemplo 137.

Ejemplo 139

5	isopropiltiolisobutirohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	80,0 %
	dioctilsulfosuccinato sódico	0,5 %
	celulosa metilada	3,0 %
	montmorilonita no hinchable	16,5 %

10 Los ingredientes se mezclan, se pasan por un molino de golpeo para producir partículas todas ellas sustancialmente de un tamaño inferior a 50 micras y se vuelven a mezclar.

Ejemplo 140

15 Sustituyendo el isopropiltiolisobutirohidroxamato de O-(metilcarbamilo) del Ejemplo 139 por una cantidad semejante en peso de etiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo) se obtiene un polvo mojable de características similares.

Ejemplo 141

	n-butiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	75 %
20	alquilnaftalensulfonato sódico	2 %
	ligninsulfonato sódico	2 %
	dextrina	4 %
	atapulgita	17 %

25 Los ingredientes se mezclan, se muelen groseramente en un molino de martillos y después se pasan por un molino hidráulico

321224

28



para producir partículas todas ellas sustancialmente de un tamaño inferior a 10 micras.

La mosca común, Musca domestica, se controla en graneros utilizando 1 libra de la composición anterior en 2,5 galones de agua (454 g en 9,460 litros) y pulverizando las paredes, suelos, rendijas, grietas, establos y corrales con un pulverizador de mochila hasta que el líquido chorrea.

Ejemplo 142

10	isopropiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	5 %
	óxido de etileno condensado con nonilfenol	4 %
	ligninsulfonato cálcico	2 %
	sílice fina sintética	5 %
	caolinita	54 %

15 Mientras se están mezclando los ingredientes secos, se pulveriza el agente de mojado líquido sobre ellos. La composición mezclada se pasa a continuación por un molino de golpeo y finalmente se vuelve a mezclar.

Ejemplo 143

20	metil-p-clorotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	25,00 %
	mezcla de ligninsulfonato sódico y cálcico	6,00 %
	atapulgita hidratada	2,00 %
	fosfato potásico monobásico	1,00 %
	acetato de fenilmercurio	0,25 %
25	agua	65,75 %



Los ingredientes sólidos se mezclan y micropulverizan, después se mezclan con agua y la pasta resultante se muele por enarenado en un equipo convencional para producir partículas todas ellas sustancialmente de un tamaño inferior a 2 micras.

5 Esta preparación se diluye con agua y se aplica al algodón infestado con el grillo de la cápsula, Anthonomus grandis, mediante un pulverizador montado en un tractor, en la proporción de 0,5 a 2 libras de ingrediente activo por acre (227 a 907 g por 0,405 Ha). Mediante esta aplicación se controla eficazmente la plaga.

10

Ejemplo 144

metiltiol-3-metoxipropionohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	50,0 %
ácido poliacrílico espesador	0,3 %
alcohol polivinílico	1,0 %
fosfato disódico	1,0 %
15 fosfato monosódico	0,5 %
pentaclorofenol	0,5 %
antiespumante de silicona	0,1 %
agua	46,6 %

20

Se mezclan los ingredientes sólidos, se muelen groseramente y después se mezclan con el agua. La pasta resultante se muele por enarenado para producir partículas todas ellas sustancialmente de un tamaño inferior a 2 micras.

Ejemplo 145

25

etiltilolpropionohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	35,0 %
--	--------

321224



ligninsulfonato cálcico	8,0 %
atapulgita hidratada	1,5 %
agua	55,5 %

5 Se mezclan los ingredientes sólidos, se micropulverizan y después se mezclan con el agua. La pasta resultante se muele por enarenado para producir partículas todas ellas sustancialmente de tamaño inferior a 5 micras.

Ejemplo 146

10 isopropiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	30 %
éster mixto de sorbitol y polioxietileno	3 %
diacetona alcohol	67 %

Se combinan los ingredientes y se agitan para producir una solución homogénea que puede diluirse con agua y aplicarse.

Ejemplo 147

15 metilacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	45 %
éter de trimetilnonilo y polietilenglicol	5 %
ciclohexanona	50 %

20 Se combinan los ingredientes y se agitan para producir una solución homogénea que puede diluirse con agua y aplicarse en forma de solución acuosa.

25 Una pulverización que contenga el 1 % de esta preparación, aplicada hasta que el líquido escurra, mediante un pulverizador de mochila, controla eficazmente el pulgón del melocotonero verde, Myzus persicae, que infesta los claveles.

321224 28 DIC

Ejemplo 148

metil-p-bromotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	40 %
heptaoleato de sorbitol y polioxietileno	8 %
silice fina sintética	1 %
aceite parafínico hidrocarbonado	51 %

5

La pasta se muele por enarenado para producir partículas todas ellas sustancialmente de un tamaño inferior a 5 micras. La composición es emulsificable en agua.

Ejemplo 149

10

metil-p-clorotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	3 %
diclorodifluormetano	57 %
triclorofluormetano	40 %

15

La solución se prepara a presión con enfriamiento moderado y se introduce en vasijas a presión.

Esta preparación en forma de aerosol se pulverizó en el ambiente de un restaurante. Las moscas comunes, Musca domestica, presentes en el momento de la aplicación murieron.

Ejemplo 150

20

metil-p-clorotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	40 %
sulfato sódico	10 %
mezcla de ligninsulfonatos de calcio y de sodio	13 %
sub-bentonita del Mississippi	31 %
caolinita	6 %

25

321224

28



Esta mezcla se micropulveriza groseramente y se mezcla con el 18 % en peso de agua. Esta pasta espesa se extruye y se corta para formar pastillas que se secan antes de su empleo.

Ejemplo 151

5	metilacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	10 %
	atapulgita granular (20/40 mallas)	90 %

El ingrediente activo se fluidifica con una cantidad mínima de cloruro de metileno y después se pulveriza sobre la atapulgita en un mezclador. El cloruro de metileno se elimina secando al
10 aire.

Ejemplo 152

	metiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	10,0 %
	éster de trimetilnonilo y polietilenglicol	2,0 %
	acetato de fenilmercurio	0,1 %
15	agua	87,9 %

Los ingredientes se agitan para formar una solución.

Esta composición se diluye con agua hasta una concentración final del 3 % de compuesto activo. La mosca común, Musca domestica, y otras moscas determinadas, tales como la de los establos, Stomoxys calcitrans, se controlan en los edificios de las granjas, corrales y otros lugares al aire libre pulverizando esta composición
20 al aire con un insuflador de niebla o directamente sobre los insectos volando o en reposo mediante un pulverizador hidráulico.

Ejemplo 153

25	metil-p-clorotiolbenzohidroxamato de O-(metil-
----	--

321224

28

D



1	carbamilo)	94 %
	caolinita	4 %
	alquilnaftalensulfonato sódico	2 %

Esta composición se mezcla y se micropulveriza groseramente.

- 5 Esta composición de gran actividad puede diluirse preparando otras fórmulas que pueden contener el compuesto anterior como único ingrediente activo o contener otros pesticidas.

Ejemplo 154

Polvo mojable

- 10 Se funde en una vasija "Nevillac" Hard, una resina de cumarona-indeno modificada con fenol, y se mantiene a una temperatura de 100-110 °C mediante un baño de aceite. Se añade al polímero fundido suficiente metiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo) para obtener una composición que contenga el 12,5 % de pesticida activo. La mezcla fundida de polímero y pesticida se agita eficazmente para garantizar su homogeneidad. A continuación se enfría la masa fundida hasta la temperatura ambiente y el sólido frágil resultante se prepara en forma de polvo mojable con el 10 % de actividad en la forma siguiente:

20	composición resina-pesticida	80,0 %
	montmorilonita	15,5 %
	silice sintética finamente dividida	2,0 %
	ligninsulfonato sódico	1,0 %
	sulfosuccinato de dioctilo y sodio	1,5 %

- 25 Los ingredientes anteriores se micropulverizan hasta un ta-

321224

280



1 maño de partícula menor de 60 mallas. El polvo mojable resultante
se dispersa en agua a una concentración de 25 libras de polvo por
100 galones de agua (11,340 kg por 378 litros). La dispersión acuosa se aplica a razón de 3 libras de ingrediente activo por acre de
5 tierra infestada (1,360 kg por 0,405 Ha) con nematodos patógenos
de las plantas incluido el nematodo nodular sureño de las raíces
(Meloidogyne incognita). Las plantas de algodón cultivadas en el
terreno tratado presentan un desarrollo normal mientras que las
plantas cultivadas en un terreno similar no tratado son desmedra-
10 das y dan cosechas menores debido a la infección por nematodos.

Ejemplos 155 - 166

El metiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo) del Ejemplo 154 se sustituye cada vez por uno de los siguientes compuestos, obteniéndose resultados igualmente notables.

- 15 155. Metiltiolpropiohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
156. Metiltiolacetohidroxamato de O-(dimetilcarbamilo)
157. n-Propiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
158. Metiltiolhexanohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
159. Metil- α -metoxitiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
- 20 160. Metil- β -etoxitiolpropionohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
161. Etil- α -metilmercaptotiolacetohidroxamato de O-(carbamilo)
162. Metil- β -metilmercaptotiolbutirohidroxamato de O-(dimetilcarbamilo)
163. Metilcarboetoxitioformohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
- 25 164. n-Propiltiolhexanohidroxamato de O-(metilcarbamilo)

321224

28



165. Etilcarbometoxitiolformohidroxamato de O-(metilcarbamilo)

166. Metilcarbobotoxitiolformohidroxamato de O-(metilcarbamilo)

Ejemplo 167

El polvo mojable del Ejemplo 154 se mezcla de la forma siguiente con "Arasan" SF-X, un polvo mojable con el 75 % de actividad que contiene thiram:

"Arasan" SF-X	50 %
Polvo mojable del Ejemplo 154	50 %

Este producto, en forma de pasta acuosa, se aplica a las judías en la proporción de 3 onzas/bushel (96 g/36,3 l). Las judías quedan protegidas contra los insectos que atacan el grano almacenado. Cuando las judías se plantan germinan normalmente dando una plantación sana. Las semillas en germinación y las pequeñas plantitas también quedan protegidas contra el ataque de los insectos y nematodos que habitan en el terreno.

Ejemplo 168

Una parte de metiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo) y 5,67 partes de "Nevillac" Special Hard, resina de cumarona-indeno modificada con fenol, se disuelven en 6,36 partes de cloruro de metileno. Esta solución se vierte a continuación sobre 2,86 partes de sílice sintética finamente dividida y la mezcla se homogeniza por agitación. La sílice absorbe toda la fase líquida. El disolvente cloruro de metileno se deja evaporar completamente y de esta forma se separa de la composición y los restantes componentes se preparan en forma de polvo mojable mediante la adición

321224 28



1 de agentes de mojado y dispersantes seguida de micropulverización.

La composición del polvo mojable resultante es la siguiente:

	metiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	10,3
5	resina de cumarona-indeno modificada con fenol	58,7
	silice sintética finamente dividida	29,5
	sulfosuccinato de dioctilo y sodio	1,0
	ligninsulfonato sódico	0,5

La preparación arriba descrita se utiliza para hacer suspen-
10 siones acuosas pulverizables. Las plantas de las habichuelas se
pulverizan con preparaciones acuosas que contienen 0,01, 0,005 y
0,0025 por ciento de ingrediente activo. Seis días después del tra-
tamiento químico, incluso a las proporciones más bajas, se produce
un 80 % de mortalidad entre las larvas situadas sobre el follaje
15 tratado.

Ejemplo 169

El polvo mojable del Ejemplo 168 se mezcla con fórmulas que
contienen thiram y pentacloronitrobenceno en la forma siguiente:

	polvo mojable del Ejemplo 168	14 partes
20	PCNB, polvo al 75 %	3 partes
	thiram, polvo al 75 %	3 partes

Este producto se mezcla en la tolva con la semilla de algodón des-
linterada a máquina previamente tratada con una aplicación conven-
cional de "Ceresan" L, tratamiento mercurial de las semillas. La
25 proporción utilizada es de 10 libras de la mezcla anterior por 100



1 libras de semilla de algodón (4,537 kg de ingrediente por 45,370 kg de semilla). Después de sembrada, la semilla germina normalmente y se obtiene una plantación sana.

Ejemplo 170

5 Una parte de metiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo) y 2,8 partes de "Nevillac" Hard, resina de cumarona-indeno modificada con fenol, se disuelven en 20 partes en peso de cloruro de metileno. Esta solución se vierte sobre 15 partes de gránulos de atapulgita de 16-30 mallas. La mezcla se agita brevemente para asegurar
10 la impregnación de todos los gránulos. A continuación se extienden los gránulos y se deja evaporar el disolvente. La composición de la fórmula resultante es la siguiente:

	metiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	5,3 %
	resina	14,7 %
15	gránulos de atapulgita	80,0 %

Los gránulos preparados en la forma descrita se utilizan para tratar el terreno que se sabe está infestado con el gusano de las raíces del maíz (Diabrotica longicornis) y en el que se va a plantar maíz. La proporción utilizada es de una libra de ingrediente activo por acre (454 g por 0,405 Ha) de campo de cultivo, concentrando el producto químico en una banda de 6 pulgadas (15 cm) de anchura sobre el surco. El maíz de la zona así tratada presenta un aspecto saludable, crece bien y desarrolla un sistema de raíces resistente. Las plantas de maíz de una zona semejante no tratada
20 presentan un color amarillento, crecen lentamente y su sistema radicu-
25

321224 26



1 lar es débil como evidencia el hecho de que se arrancan fácilmente.

Ejemplo 171

	metiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	75,0 %
	sulfato sódico anhidro	20,0 %
5	silice sintética finamente dividida	4,0 %
	dioctilsulfosuccinato sódico	1,0 %

Los ingredientes anteriores se mezclan y se tamizan a través de un tamiz de 70 mallas y después se vuelven a mezclar. Esta preparación se disuelve en agua y se aplica por inundación sobre el terreno situado sobre la zona de las raíces de las plantas de boj infestadas con el nematodo espiral (Helicotylenchus buxophilus) a razón de 3 libras de ingrediente activo por acre de superficie tratada (1,307 g por 0,405 Ha), utilizando agua suficiente para arrastrar el ingrediente activo hasta las raíces de las plantas. Mediante este tratamiento, prácticamente todos los nematodos de espiral son controlados, permitiendo que la planta de boj se desarrolle en la forma normal. Las plantas de boj infestadas de forma semejante que se dejan sin tratar crecen poco y finalmente mueren.

Ejemplo 172

20 La fórmula soluble en agua del Ejemplo 171 se disuelve para dar un sistema acuoso que contiene 60 ppm de ingrediente activo. Los bulbos de narciso infestados con el nematodo de los tallos y bulbos (Ditylenchus dipsaci) se sumergen en esta preparación diluida durante 10 a 30 minutos. Los bulbos tratados plantados en el suelo crecen dando buenas cosechas tanto de flores cortadas como de

321224²⁸ D



1 nuevos bulbos. Los bulbos similarmente infestados que no son tratados se desarrollan mal, dando cosechas escasas de flores y bulbos.

Ejemplo 173

5 La preparación soluble en agua del Ejemplo 171 se pulverizó sobre unos paneles seleccionados de un campo de fresas que se sabía estaba intensamente infestado con el nematodo de las yemas y hojas (Aphelenchoides besseyi). La solución para pulverizaciones contiene una libra de ingrediente activo de la composición de esta invención en 100 galones de agua (454 g en 378 litros). El volumen de la aplicación es tal que proporciona dos libras de ingrediente activo por acre de parcela (907 g por 0,405 Ha). Todas las partes de la planta que sobresalen del suelo quedan completamente mojadas. Las plantas de las parcelas pulverizadas crecen bien y dan una buena cosecha. Por otra parte, en las porciones no pulverizadas del campo, las plantas son amarillas, crecen lentamente y producen una mala cosecha.

Ejemplo 174

20 La composición soluble en agua del Ejemplo 171 se disuelve en la proporción de 1/4 de libra por 100 galones de agua (113 g por 378 litros). Se sumergen en esta solución durante tres minutos las raíces y la parte inferior del tallo de las plantitas leñosas de vivero infestadas por el nematodo de lanza (Hoplolaimus coronatus). Cuando el material así tratado se planta, se desarrolla bien y presenta buen aspecto. El material similar no sometido a tratamiento se desarrolla mal, presenta mal aspecto y en muchos

321224²⁶



1 casos no sobrevive.

Ejemplo 175

	<u>sec-butiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)</u>	20,0 %
	éter de trimetilnonilo y polietilenglicol	5,0 %
5	sulfonato de petróleo soluble en aceite	5,0 %
	xileno	70,0 %

La fórmula anterior, un concentrado emulsificable, se diluye con agua suficiente para inundar el terreno en la zona donde se encuentran las raíces de unos rosales y se aplica en la proporción de 8 libras de ingrediente activo por acre (3,623 kg por 0,405 Ha). Se consigue un excelente control del nematodo de daga (Xiphinema diversicaudatum) lo que permite que las rosas se desarrollen en la forma normal. Análogamente, los rosales infestados no sometidos a tratamiento se desarrollan mal y su valor ornamental es escaso.

15 Ejemplo 176

	metiltiolpropionohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	10,0 %
	arcilla atapulgita granular (20/40 mallas)	90,0 %

La fórmula anterior se prepara fluidificando el ingrediente activo en una cantidad mínima de cloruro de metileno y pulverizando el fluido sobre la atapulgita en un mezclador. A continuación se elimina el cloruro de metileno por secado al aire.

20 El producto granular se aplica al terreno infestado con nematodos patógenos de las plantas a razón de 15 a 20 libras de ingrediente activo por acre (6,804 a 9,072 kg por 0,405 Ha) utilizando un distribuidor de fertilizantes convencional. A continuación

25

321224²⁸ L. 10



1 se introducen los gránulos en el suelo mediante una labor de la-
branza con discos. Con este tratamiento se consigue un control sus-
tancialmente completo de los daños causados por una elevada pobla-
ción de nematodos de aguijón (Belonolaimus longicaudatus) como in-
5 dica el conteaje de nematodos realizado 15 días después del trata-
miento. En una zona similar no tratada la población de nematodos
de aguijón continúa en un nivel perjudicial.

Los siguientes compuestos, preparados y aplicados de forma
semejante al del Ejemplo 176, dan resultados semejantes:

- 10 metiltiobutirohidroxamato de O-(carbamilo)
metil-2-oxo-2-feniltioloacetohidroxamato de O-(carbamilo)
isopropiltiobutirohidroxamato de O-(carbamilo)
n-butiltioloacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
isopropiltioproponohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
15 metil-2-metoxitioloacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
metil-2-propoxitioloacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
metil-3-metoxitiolpropionohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
metil-3-etoxitioloacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
metil-4-metoxitiobutirohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
20 metiltiol-2-metiltioacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
metiltiol-4-metiltiobutirohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
metiltioetiltioacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
metiltiolisopropiltioacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
metil-p-yodotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
25 metil-2-oxo-2-feniltioloacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)

321224



- 1 isobutiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
isopropiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)
terc-butiltiolacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo)

Ejemplo 177

5	metil-p-bromotiolbenzohidroxamato de O-(metilcarbamilo)	50,0 %
	dioctilsulfosuccinato sódico	1,5 %
	celulosa metilada	1,0 %
	lignosulfonato sódico	4,0 %
10	caolinita	43,5 %

Se mezclan los ingredientes anteriores, se muelen groseramente en un molino de martillos y después se pasan por un molino hidráulico para producir partículas todas ellas sustancialmente de un tamaño inferior a 10 micras.

15 El polvo mojable así preparado se mezcla con agua y la suspensión resultante se pulveriza a razón de 15 libras por acre de ingrediente activo en 120 galones de agua (6,804 kg por 0,405 Ha en 454 litros de agua) en un campo infestado con el nematodo de la lesión (Pratylenchus brachyurus) y el producto químico se introduce en el suelo por laboreo a una profundidad de 6 pulgadas (15 cm).
20 El tabaco cultivado en este suelo está sustancialmente exento de nematodos y da una buena cosecha mientras que el tabaco cultivado en un terreno semejante pero no tratado crece lentamente y produce una hoja poco comercial.

Ejemplo 178

25 Para el control simultáneo del nematodo nodular de la raíz

321224^{28 D}



1 y de los hongos del suelo representados por Pythium sp. y Rhizoc-
tonia sp., el polvo mojable del Ejemplo 177 se aplica en forma de
pulverización que también contiene un polvo mojable de 1,4-dicloro-
2,5-dimetoxibenceno. Para este tipo de aplicación se añaden a
5 100 galones de agua (378 litros) 20 libras (9,072 kg) de ingredien
te activo de la fórmula del Ejemplo 177 y 40 libras (18,144 kg) de
ingrediente activo de 1,4-dicloro-2,5-dimetoxibenceno. Esta mezcla
se aplica en forma de pulverización sobre el suelo en una banda de
10 pulgadas (25 cm) de anchura sobre el surco en que ha de plantar
10 se el algodón. La aplicación sobre el surco se hace a razón de 60
libras (27,216 kg) de ingrediente activo total (20 libras (9,072
kg) del compuesto de esta invención y 40 libras (18,144 kg) de
1,4-dicloro-2,5-dimetoxibenceno) por acre (0,405 Ha) de superficie
realmente tratada. El suelo es volteado inmediatamente después pa-
15 ra mezclar íntimamente los productos químicos con el terreno. A
continuación se siembra la semilla de algodón en la banda tratada.
Las plantitas de algodón que se desarrollan están protegidas con-
tra el nematodo nodular de la raíz (Meloidogyne incognita) y los
hongos Pythium sp. y Rhizoctonia sp. Se obtiene una plantación de
20 algodón sana y en el momento de la recolección una gran cosecha de
algodón. En las zonas no tratadas, la plantación es pobre, el cre-
cimiento lento y la cosecha de linter reducida.

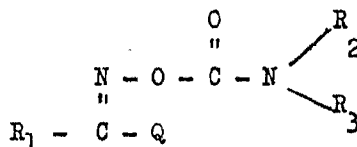
25

321224⁸



- REIVINDICACIONES -

-1. Un procedimiento para la fabricación de una composición pesticida mejorada en el cual se emplean uno o más hidroxamato-carbamatos de la fórmula siguiente



donde

R₁ está seleccionado entre el grupo formado por hidrógeno,

alquilo de 1 a 12 átomos de carbono,

alquenilo de 2 a 12 átomos de carbono,

alquinilo de 3 a 12 átomos de carbono,

haloalquilo de 1 a 12 átomos de carbono y de 1 a 10 átomos de halógeno,

alcoxilquilo de 2 a 12 átomos de carbono,

dialquilaminoalquilo de 3 a 12 átomos de carbono,

carboalcoxilquilo de 3 a 12 átomos de carbono,

dialquilamino de 2 a 12 átomos de carbono,

carboalcoxi de 2 a 6 átomos de carbono,

alquiltioalquilo de 2 a 12 átomos de carbono,

cicloalquilo de 3 a 10 átomos de carbono,

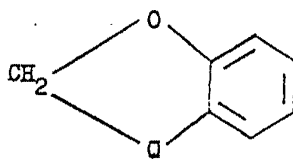
bencilo,

clorobencilo,

1-naftilo,

2-naftilo,

fenilo,



y



321224

donde

X está seleccionado entre el grupo formado por

flúor,

cloro,

5

bromo,

alquilo de 1 a 4 átomos de carbono,

alqueno de 2 a 4 átomos de carbono,

ciclohexilo,

alcoxi de 1 a 4 átomos de carbono,

10

metiltio,

dimetilamina,

nitro,

ciano,

nitroso y

15

trifluormetilo;

Y está seleccionado entre el grupo formado por

hidrógeno,

flúor,

cloro,

20

bromo,

alquilo de 1 a 4 átomos de carbono,

alcoxi de 1 a 4 átomos de carbono y

nitro;

Z está seleccionado entre el grupo formado por

25

cloro,

bromo, y

alquilo de 1 a 4 átomos de carbono;

n está seleccionado entre el grupo formado por

0, 1 y 2; y

30

R₂ y R₃ están seleccionados independientemente cada uno



de ellos entre el grupo formado por hidrógeno y metilo; y

Q está seleccionado entre el grupo formado por

alcoxi de 1 a 12 átomos de carbono,

alquiltio de 1 a 12 átomos de carbono,

5

fenoxi, p-clorofenoxi,

feniltio, p-clorofeniltio,

benciloxi, p-clorobenciloxi,

benciltio y p-clorobenciltio,

con la limitación de que Q está seleccionado entre el

10

grupo formado por alcoxi de 1 a 3 átomos de carbono y

alquiltio de 1 a 3 átomos de carbono cuando R₁ contiene

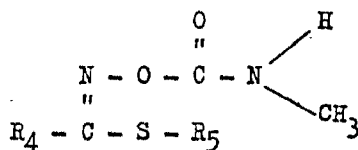
más de 5 átomos de carbono.

2. Un procedimiento según la reivindicación 1 que con-

siste en emplear uno o más hidroxamato-carbamatos de fórmula

15

general



donde

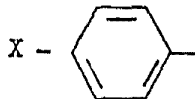
R₄ es alquilo de 1 a 5 átomos de carbono,

20

alcoxialquilo de 2 a 5 átomos de carbono,

alquiltioalquilo de 2 a 5 átomos de carbono,

carboalcoxialquilo de 3 a 6 átomos de carbono, o



25

donde

X es flúor, cloro o bromo; y

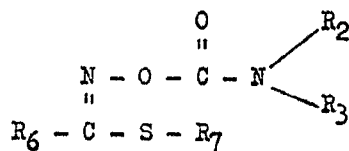
R₅ es alquilo de 1 a 3 átomos de carbono.

3. Un procedimiento según la reivindicación 1 que con-

siste en emplear uno o más hidroxamato-carbamatos de fórmula ge-

30

neral



donde

- 5 R_6 es alquilo de 1 a 4 átomos de carbono, alcoxialquilo de 2 a 5 átomos de carbono, alquiltiosalquilo de 2 a 5 átomos de carbono, o 4-halofenilo;
- R_7 es alquilo de 1 a 4 átomos de carbono; y
- 10 R_2 y R_3 son cada uno de ellos hidrógeno o metilo.
4. Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3 que comprende el uso de O-(metilcarbamil)-p-clorotiolbenzohidroxamato de metilo.
5. Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3 que comprende el uso de O-(metilcarbamil)-tiolacetohidroxamato de metilo.
- 15 6. Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3 que comprende el uso de O-(metilcarbamil)-tiolisobutirohidroxamato de metilo.
- 20 7. Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3 que comprende el uso de O-(dimetilcarbamil)-tiolacetohidroxamato de metilo.
8. Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3 que comprende el uso de O-(metilcarbamil)-tiolacetohidroxamato de sec-butilo.
- 25 9. Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3 que comprende el uso de O-(metilcarbamil)-tiolpropionohidroxamato de metilo.
- 30 10. Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3 que comprende el uso de O-(metilcarbamil)-3-metoxitiolpropionohi-

321224



droxamato de metilo.

11. Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3 que comprende el uso de O-(metilcarbamil)-tiolacetohidroxamato de etilo.

5 12. Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3 que comprende el uso de O-(metilcarbamil)-p-fluortiolbenzohidroxamato de metilo.

10 13. Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3 que comprende el uso de O-(metilcarbamil)-p-bromotiolbenzohidroxamato de metilo.

14. Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3 que comprende el uso de O-(metilcarbamil)-tiolbutirohidroxamato de metilo.

15 15. Un procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3 que comprende el uso de O-(metilcarbamil)-tiolisobutirohidroxamato de isopropilo.

20 16. Un procedimiento según cualquiera de las precedentes reivindicaciones 1 a 15, en el cual los compuestos de la fórmula dada se dispersan homogéneamente en un vehículo inerte y/o se asocian con un agente superficialmente activo.

25 17. Un procedimiento para la fabricación de una composición pesticida mejorada, concretamente un hidroxamato-carbamato de la fórmula de la reivindicación 1, que consiste en tratar el correspondiente éster de hidroxamato o éster de tiolhidroxamato en una de las siguientes formas, según el producto final que se desee:

- 30 a) tratar el éster de hidroxamato o tiolhidroxamato con isocianato de metilo en presencia de 1,4-diazabicyclo-[2,2,2]-octano para formar O-metilcarbamilhidroxamato;
- b) tratar el éster de hidroxamato o tiolhidroxamato con



hidruro sódico en un disolvente adecuado y

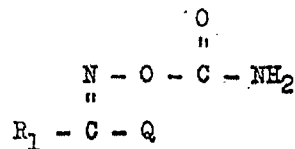
(1) tratar después la sal sódica formada en la etapa

b) con cloruro de dimetilo para formar O-dimetil-carbamilhidroxamatos; o

(2) poner en contacto la sal sódica formada en la etapa

b) con fosgeno y tratar el cloroformato intermedio así formado con amoniaco para formar O-metil-carbamilhidroxamatos.

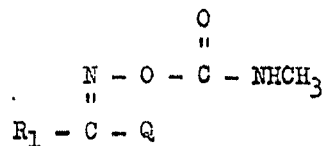
18. Un procedimiento para la fabricación de una composición pesticida mejorada, concretamente un hidroxamato-carbamato de fórmula



donde

R₁ y Q son los dos de la fórmula de la reivindicación 1, que consiste en tratar el correspondiente éster de hidroxamato o éster de tiolhidroxamato con hidruro sódico en un disolvente adecuado, poner en contacto la sal sódica así producida con fosgeno y tratar el cloroformato intermedio así formado con amoniaco.

19. Un procedimiento para la fabricación de una composición pesticida mejorada, concretamente un hidroxamato-carbamato de fórmula



donde

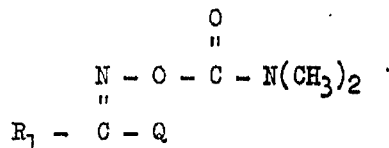
R₁ y Q son los de la fórmula de la reivindicación 1, que consiste en tratar el correspondiente éster de hidroxamato o éster de tiolhidroxamato con isocianato de metilo en presencia de 1,4-diazabicyclo-[2,2,2]-octano.

321224

28



20. Un procedimiento para la fabricación de una composición pesticida mejorada, concretamente un hidroxamato-carbamato de fórmula



donde

R₁ y Q son los de la fórmula de la reivindicación 1, que consiste en tratar el correspondiente éster de hidroxamato o éster de tiolhidroxamato con hidruro sódico en un disolvente adecuado y tratar la sal sódica así formada con cloruro de dimetilo.

21. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA FABRICACION DE UNA COMPOSICION PESTICIDA MEJORADA".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de sesenta y siete páginas mecanografiadas.

Madrid, 28 Diciembre de 1.965

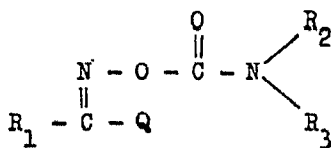
ALFONSO UNGRIA

P.P.



1 fenoxi, p-clorofenoxi,
 feniltio, p-clorofeniltio,
 benciloxi, p-clorobenciloxi,
 benciltio y p-clorobenciltio, con la limitación de que
 5 Q se selecciona entre el grupo consistente en
 alcoxi de 1 a 3 átomos de carbono y
 alquiltio de 1 a 3 átomos de carbono cuando
 R₁ contiene más de 5 átomos de carbono.

17. Un método de control de plagas que consiste en aplicar
 10 al lugar que ha de protegerse una cantidad capaz de controlar la
 peste de un compuesto de fórmula



15 donde

R₁ se selecciona entre el grupo consistente en
 hidrógeno,
 alquilo de 1 a 12 átomos de carbono,
 alqueno de 2 a 12 átomos de carbono,
 20 alquino de 3 a 12 átomos de carbono,
 haloalquilo de 1 a 12 átomos de carbono y
 de 1 a 10 átomos de halógeno,
 alcoxialquilo de 2 a 12 átomos de carbono,
 dialquilaminoalquilo de 3 a 12 átomos de carbono,
 25 carboalcoxialquilo de 3 a 12 átomos de carbono,

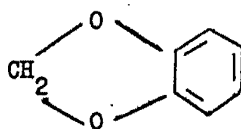
321224

28

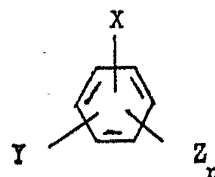


- 1 dialquilamino de 2 a 12 átomos de carbono,
carboalcoxi de 2 a 6 átomos de carbono,
alquiltioalquilo de 2 a 12 átomos de carbono,
cicloalquilo de 3 a 10 átomos de carbono,
5 bencilo,
clorobencilo,
1-naftilo,
2-naftilo,
fenilo,

10



y



donde

- X se selecciona entre el grupo consistente en
15 flúor,
cloro,
bromo,
alquilo de 1 a 4 átomos de carbono,
alquenilo de 2 a 4 átomos de carbono,
20 ciclohexilo,
alcoxi de 1 a 4 átomos de carbono,
metiltio,
dimetilamino,
nitro,
25 ciano,

321224

28 DIC



- 1 nitroso y
trifluormetilo;
Y se selecciona entre el grupo consistente en
hidrógeno,
- 5 flúor,
cloro,
bromo,
alquilo de 1 a 4 átomos de carbono,
alcoxi de 1 a 4 átomos de carbono y
10. nitro;
Z se selecciona entre el grupo consistente en
cloro,
bromo y
alquilo de 1 a 4 átomos de carbono;
- 15 n se selecciona entre el grupo consistente en
0, 1 y 2; y
 R_2 y R_3 se seleccionan, cada uno por separado, entre el
grupo consistente en hidrógeno y metilo; y
Q se selecciona entre el grupo consistente en
- 20 alcoxi de 1 a 12 átomos de carbono,
alquiltio de 1 a 12 átomos de carbono,
fenoxi, p-clorofenoxi,
feniltio, p-clorofeniltio,
benciloxi, p-clorobenciloxi,
- 25 benciltio y p-clorobenciltio, con la limitación de que

321224

28 D.O.



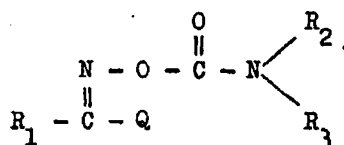
1 Q se selecciona entre el grupo consistente en
alcoxi de 1 a 3 átomos de carbono y
alquiltio de 1 a 3 átomos de carbono cuando
R₁ contiene más de 5 átomos de carbono.

5 18. Un método de acuerdo con la Reivindicación 17 en el
que el compuesto es metil-p-clorotiolbenzohidroxamato de O-(metil-
carbamilo).

19. Un método de acuerdo con la Reivindicación 17 en el
que el compuesto es metiltioacetohidroxamato de O-(metilcarbamilo).

10. 20. Un método de acuerdo con la Reivindicación 17 en el
que el compuesto es metiltiolisobutirohidroxamato de O-(metilcar-
bamilo).

15 21. Un método de protección de las plantas que consiste en
aplicar a la zona de la planta que ha de protegerse una cantidad
capaz de proteger la planta de un compuesto de fórmula



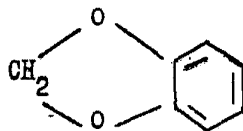
donde

20 R₁ se selecciona entre el grupo consistente en
hidrógeno,
alquilo de 1 a 12 átomos de carbono,
alquenilo de 2 a 12 átomos de carbono,
alquinilo de 3 a 12 átomos de carbono,
25 haloalquilo de 1 a 12 átomos de carbono y

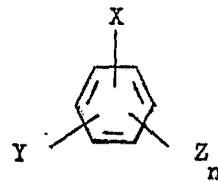


- 1 de 1 a 10 átomos de halógeno,
 alcoxialquilo de 2 a 12 átomos de carbono,
 dialquilaminoalquilo de 3 a 12 átomos de carbono,
 carboalcoxialquilo de 3 a 12 átomos de carbono,
 5 dialquilamino de 2 a 12 átomos de carbono,
 carboalcoxi de 2 a 6 átomos de carbono,
 alquiltioalquilo de 2 a 12 átomos de carbono,
 cicloalquilo de 3 a 10 átomos de carbono,
 bencilo,
 10. clorobencilo,
 1-naftilo,
 2-naftilo,
 fenilo,

15



y



donde

- X se selecciona entre el grupo consistente en
 flúor,
 20 cloro,
 bromo,
 alquilo de 1 a 4 átomos de carbono,
 alquenilo de 2 a 4 átomos de carbono,
 ciclohexilo,
 25 alcoxi de 1 a 4 átomos de carbono,

321224

28 Dic



- 1 metiltio,
dimetilamino,
nitro,
ciano,
- 5 nitroso y
trifluormetilo;
Y se selecciona entre el grupo consistente en
hidrógeno,
flúor,
- 10 cloro,
bromo,
alquilo de 1 a 4 átomos de carbono,
alcoxi de 1 a 4 átomos de carbono y
nitro;
- 15 Z se selecciona entre el grupo consistente en
cloro,
bromo y
alquilo de 1 a 4 átomos de carbono;
n se selecciona entre el grupo consistente en
- 20 0, 1 y 2; y
 R_2 y R_3 se seleccionan, cada uno por separado, entre el
grupo consistente en hidrógeno y metilo; y
Q se selecciona entre el grupo consistente en
alcoxi de 1 a 12 átomos de carbono,
- 25 alquiltio de 1 a 12 átomos de carbono,

321224

28 D.



1

fenoxi, p-clorofenoxi,

feniltio, p-clorofeniltio,

benciloxi, p-clorobenciloxi,

benciltio y p-clorobenciltio, con la limitación de que

5

Q se selecciona entre el grupo consistente en

alcoxi de 1 a 3 átomos de carbono y

alquiltio de 1 a 3 átomos de carbono cuando

R_1 contiene más de 5 átomos de carbono.

10

22. Los nuevos compuestos, métodos y composiciones aquí
descritos.

23. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de
recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN COMPUESTO PARA
EL CONTROL DE PESTES".

15

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente
Memoria descriptiva que consta de setenta y cuatro páginas mecano-
grafiadas .

Madrid, 28 de Diciembre 1.965

ALFONSO UNGRIA
P.P.

(Fdo. Juan Pedraza)

20

25