



328518

328518

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

a favor de:

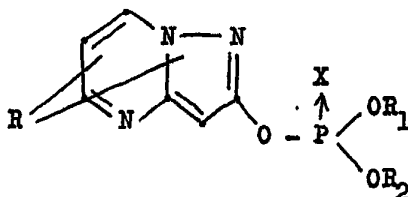
FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, vormalis Meister Lucius & Brüning,  
de nacionalidad alemana, residente en Frankfurt (M) - Hoechst (República  
Federal Alemana), por:

"PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE UN PRODUCTO PLAGUICIDA".

-----  
Memoria descriptiva

El objeto del presente invento es un procedimiento de obtención de  
un producto plaguicida a base de nuevos derivados de ésteres de ácido  
fósforico.

5 Ha sido descubierto un procedimiento para la preparación de nuevos  
derivados de ésteres de ácido fosfórico de la fórmula general



10

donde R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> representan restos alcohilo de bajo peso molecular (C<sub>1</sub> a





3285 18

R representa siempre especialmente restos alcohilo de C<sub>1</sub> a C<sub>4</sub> y X representa O ó S; los grupos alcohilamino tienen con preferencia grupos alcohilo C<sub>1</sub> a C<sub>4</sub>; los grupos acilamino son especialmente NH.CO.H; 45 NH.CO.CH<sub>3</sub>; NH.CO.C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>; NH.CO.C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>; NH.CO.C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>.

La reacción transcurre en general ya a una temperatura de unos 15 a 25° C con rapidez suficiente. Esta rapidez puede aumentarse incrementando la temperatura, por ejemplo a 50-70° C o a temperatura de reflujo y/o 50 por adición de algo de polvo de cobre.

Los nuevos compuestos son en partes aceites que no pueden destilarse sin descomponerse y, en parte, productos cristalizados sólidos.

Poseen una acción señalada contra insectos que chupan y comen así como contra arácnidos tales como ácaros y garrapatas en todas las fases de su desarrollo, con inclusión de los huevos. Además, los compuestos 55 son eficaces contra nematodos y hongos fitopatógenos.

Las nuevas sustancias activas se emplean en mezclas usuales con materiales portadores inertes, sólidos o líquidos, agentes adherentes, humectantes, dispersantes, auxiliares de molienda, como agentes de es- 60 polvoreo o de pulverización en forma de un caldo de pulverización acuoso o, como emulsión, sólo o conjuntamente con otras sustancias activas. Poseen acción de ingestión, de contacto, de evaporación y sistémica.

Ha de hacerse recalcar que los compuestos poseen en parte mejor actividad contra plagas y, en parte menor toxicidad para animales de sangre caliente, en comparación con los preparados comerciales y que, al 65 propio tiempo, poseen adicionalmente acción fungicida.

El invento se explicará a base de los ejemplos siguientes:

Ejemplo 1.

Mezclando los componentes, se prepara el siguiente denominado polvo 70 de pulverización:

10,0 % de éster O,O-dimetil-O-(5,7-dimetil-pirazolo-pirimidílico)-(2)  
del ácido tiofosfórico

10,0 % de ácido silícico activo

10,0 % de silicato de aluminio

75 3,5 % de aralcohilosulfonato como humectante

56,5 % de sulfato sódico

10,0 % de pez de celulosa

3285 18



80 Por puesta en suspensión en agua se obtiene un caldo de pulverización que se emplea al 0,05%, es decir, con una concentración de sustancia activa de 0,005%.

85 En ensayos de laboratorio se rociaron manzanas pequeñas sin madurar y se colocaron en sus proximidades huevos de la araña del manzano (*Carpocapsa pomonella*), de modo que los gusanos pudieran buscar por sí mismos las manzanas o un punto de penetración, tal como ocurre en la naturaleza. Las manzanas tratadas estuvieron protegidas antes del ataque y los gusanos murieron en un 100%, a más tardar al intentar la penetración, incluso cuando se pusieron 15 huevos por manzana y todos los gusanos habían salido del huevo.

90 El tionofosfato de 0,0-dietil-0-(2-isopropil-4-metil-pirimidil-6) empleado con fines de comparación (véase Schrader: Die Entwicklung neuer insektizider Phosphorsäureester, 1963, Verlag Chemie, Pág. 149) consiguió, con la misma concentración de sustancia activa de 0,005% una mortalidad de sólo 68% y con una concentración sobre (0,01%) una mortalidad de sólo 83%.  
Ejemplo 2.

95 Un caldo de pulverización acuoso obtenido a partir de un polvo de pulverización con la formulación análoga a la del Ejemplo 1, con 10% de éster 0,0-dietil-0-(5-fenil-7-metil-pirazolo-pirimidilico-(2)) del ácido tiofosfórico se pulverizó sobre algodón y alfalfa atacados por la oruga del algodón egipcio (*Prodenia litura*). La concentración de empleo de 0,25% del polvo de pulverización, es decir, por tanto, de 0,025% de la sustancia activa, impidió el ataque ulterior por las orugas y las mató ya en el mismo día. Incluso en el caso de orugas grandes de la quinta fase, la mortalidad alcanzó el 100%.

Ejemplo 3.

105 Un polvo de pulverización de la formulación del Ejemplo 1, con 10% de éster 0,0-dimetil-0-(5,7-dimetilpirazolo-pirimidilico-(2)) del ácido tiofosfórico, en suspensión acuosa, alcanzó una mortalidad del 96% contra el oidio del trigo, con una concentración de 0,06% de sustancia activa y del 90% con 0,03% de sustancia activa.

110 Contra el oidio de la judía, se alcanzó un 97% de mortalidad con una concentración de sustancia activa de 0,025% y de 92% con 0,012% de sustancia activa.



Ejemplo 4.

115 Larvas de la 4ª fase de la langosta migratoria africana (*Pachytilus migratorius migratorioides*) fueron destruidas al cabo de pocas horas por pulverización directa con 0,1% de un agente de pulverización emulsionable de la siguiente composición:

- 120 10 % de éster 0,0-dietil-0-(5,7-dimetil-pirazolo-pirimidílico-2) del ácido tiofosfórico
- 78 % de etanol
- 10 % de fenoles alcohólicos oxietilados
- 2 % de epiclorhidrina

El correspondiente compuesto dimetílico alcanza plena actividad contra estas larvas de langosta con 0,02% de sustancia activa.

125 El producto de comparación, 0,0-dimetil-5- $\sqrt{4}$ -oxo-1,2,3-benzo-triazin-3(4H)-il-metil-7-fosforoditioato (Schrader, loc. cit., pág. 176) llegó, con 0,02% de sustancia activa, a una mortalidad de sólo el 80%. Esta diferencia que parece, quizás, pequeña, adquiere importancia por la diferencia en la toxicidad contra animales de sangre caliente. La DL 50 oral aguda para ratas albino hambres ascendió, en el compuesto empleado de acuerdo con el invento, a 62 mg/kg; por el contrario, en el "Azinphos", a 10-18 mg/kg.

130

Ejemplo 5.

135 Insectos chupadores de plantas, a saber piojo de las hojas, cochinitillas y chinches, fueron aniquilados con preparados de éster 0,0-dimetil-0-(5,7-dimetil-pirazolo-pirimidílico-(2)) del ácido tiofosfórico, formulados según los Ejemplos 1 y 4.

140 *Doralis fabae* y *Pyrethromyzus sanborni* fueron todos aniquilados en plantas como *Vicia faba* o *Chrysanthemum species* pocas horas después de una sola pulverización con sólo 0,00075% de contenido de sustancia activa.

Ejemplo 6.

145 La propiedad sistémica inherente al éster 0,0-dimetil-0-(5,7-dimetil-pirazolo-pirimidílico-(2)) del ácido tiofosfórico se pone de manifiesto si se emplea en un vendaje de guata, rodeado por una hoja de plástico, en el tallo de *Vicia faba*, en forma del preparado descrito en el Ejemplo 4.

Todos los piojos de las hojas (*Doralis fabae*) en las partes superiores



3285 18

de la planta murieron al cabo de breve tiempo con una cantidad de sustancia activa en el vendaje de sólo 1-2mg.

Ejemplo 7.

150 Sobre los insectos del orden Diptera , el éster 0,0-dimetil-0-(5,7-dimetil-pirazolo-pirimidílico-(2) del ácido tiofosfórico ejerce una acción intensa. En la Mosca doméstica la acción sobre cepas de resistencia polivalente es similar a la de las moscas normalmente sensibles. En el ensayo de la cubeta de Petri, en que cada media cubeta recibe la adición de 1 c.c.  
155 de una solución acetónica al 0,01% de éster 0,0-dimetil-0-(5,7-dimetil-pirazolo-pirimidílico-(2)) del ácido tiofosfórico y se inclina repetidamente hasta sequedad para obtener una distribución uniforme, las moscas colocadas quedan todas, al cabo de 45-60 min., tendidas sobre el lomo de manera irreversible. Entre moscas normales y resistentes de ambos sexos  
160 había sólo una pequeña diferencia en cuanto a rapidez de la acción. Incluso después de 4 semanas de ventilación de las cubetas abiertas, se comprobó todavía con ambas cepas de moscas una acción mortal en un 100% al cabo de 3 horas de tiempo de acción.

Ejemplo 8.

165 En larvas de moscas consideradas como insectos nocivos para la higiene y para los alimentos, el éster 0,0-dietil-0-(5,7-dimetil-pirazolo-pirimidílico-(2)) del ácido tiofosfórico, después de mezclarlo con un alimento para las larvas de la mosca doméstica tal como cuajo es mortalmente seguro en una concentración de sólo 0,0001%, Incluso las concentraciones  
170 todavía menores, adecuadamente empleadas, consiguen elevadas cifras de mortalidad.

Ejemplo 9.

Un polvo de espolvorear para cereales almacenados, consistente en:  
175 2% de 5-metil-2,7-bis-(0,0-dietiltionofosforil)-pirazolo-pirimidina  
6% de hidrosilicato de aluminio y  
92% de talco  
añadido en la proporción de 1:1000 al cereal, tal como trigo, de una manera uniforme en sí conocida, aniquila los gusanos del grano (Calandra granaria), gusanos del arroz (Calandra oryzae) y otros insectos dañinos  
180 para la economía de los alimentos almacenados.



3285 18

Ejemplo 10.

185 Cucarachas como *Phyllodromia* germánica y *Periplaneta americana* mueren cuando son colocados sobre un suelo que ha sido espolvoreado con un preparado de 2% de 2-(0,0-dietiltionofosforil)-5-metil-7-hidroxi-pirazolo)-pirimidina, 6% de hidrosilicato de aluminio y 92% de talco en una cantidad de 1-2 g/m<sup>2</sup>.

Ejemplo 11.

190 Garrapatas de la fiebre recurrente, chupadoras de sangre (*Ornithodoros moubata*) son aniquilados con el éster 0,0-dietil-0-(3-bromo-5,7-dimetil-pirazolo-pirimidílico(2)) del ácido tiofosfórico en forma de emulsión (2% de un preparado con 10% de sustancia activa, 78% de etanol, 10% de fenoles alcohólicos oxietilados de gran concentración y 2% de epíclorhidrina).

Ejemplo 12.

195 Huevos de polilla de la harina (*Anagasta kuehniella*) mueren cuando entran en contacto con una solución acuosa al 1% de un preparado que contiene 10% de éster 0,0-dietil-0-(5,7-dimetil-pirazolo-pirimidílico-(2)) del ácido tiofosfórico, 78% de etanol, 10% de fenoles alcohólicos oxietilados de gran concentración y 2% de epíclorhidrina.

200 Ejemplo 13.

Una tierra fuertemente sembrada con nemátodos de las clases *Pratylenchus*, *Paratylenchus*, *Rotylenchus* y otras especies nocivas es liberada de las plagas vertiendo en el suelo el siguiente preparado:

205 10,0 % de éster 0,0-dimetil-0-(5,7-dimetilpirazolo-pirimidílico-(2)) del ácido tiofosfórico.

10,0 % de ácido silícico activo

10,0 % de silicato de aluminio

10,0 % de pez de celulosa

56,5 % de sulfato sódico

210 3,5 % de alcoholarilsulfonato como humectante.

Sobre 200 c.c. de tierra en recipiente abierto se vierten 50 c.c. de agua con 1 g. del preparado arriba descrito de modo que basta 0,1 g de sustancia activa para matar los nemátodos.



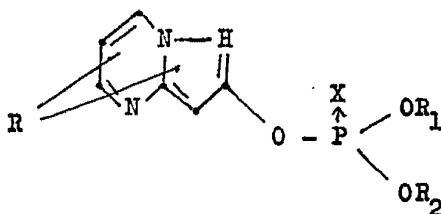
# 328518

215 Esta solicitud corresponde a las presentadas en Alemania el 20 de Febrero de 1.965 bajo el número F 45 303 IVa/451 y F 45 304 IVd/12p, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión.

### REIVINDICACIONES

220 1). Procedimiento de obtención de un producto plaguicida para la lucha contra insectos perjudiciales, arácnidos, organismos del género de los hongos, por empleo profiláctico o curativo en el lugar de su aparición por medio de una formulación que se caracteriza por contener sustancia activa de derivados de ésteres de ácido fosfórico de la fórmula general

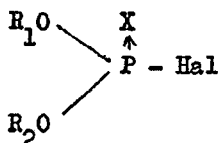
225



230

donde  $R_1$  y  $R_2$  representan restos alcohilo de bajo peso molecular ( $C_1-C_4$ ) y X es O o S y, en el caso de la sustitución, R puede significar un resto alcohilo, arilo, halógeno, acilo, carbalcoxi, hidroxilo, dialcohol-(tieno)-fosforilo, nitro, amino, alcoholamino, acilamino o ciano, obtenidos por reacción de haluros de ácido fosfórico de la fórmula general

235



240

donde X,  $R_1$  y  $R_2$  tienen la significación anterior y Hal representa un átomo de halógeno, con 2-hidroxi-pirazolo-pirimidinas correspondientes en presencia de sustancias fijadoras de ácidos o con sales de 2-hidroxi-pirazolo-pirimidina, aislando el producto del procedimiento desde la



3285 18

mezcla de reacción en concentración tóxica para los organismos nocivos.

2). "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE UN PRODUCTO PLAGUICIDA".

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

245

Madrid, 28 de Junio de 1.966

Handwritten signature or initials.