

PATENTE DE INVENCION

Grupo 1º, Clase 2ª

332323

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

»PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPUESTOS ACTIVOS
PESTICIDAS».

Solicitante: CHEMAGRO CORPORATION,
una sociedad constituida de acuerdo con
las leyes del Estado de New York, EE.UU.,
establecida en
KANSAS CITY 20, Missouri,
Estados Unidos de América,
Hawthorn Road.



La presente invención se relaciona con nuevos compuestos para usos parasiticidas.

Se ha propuesto emplear sulfona de bis(2-cloroetilo) y sulfóxido de bis(2-cloroetilo) como fungicidas, nematocidas y herbicidas no selectivos que posean actividad tanto antes de la aparición como después de la misma, conforme queda descrito en la Patente norteamericana de Curtis Nº 3,063,824. Tal como ha sido confirmado por Curtis, tales compuestos no son particularmente eficaces como fungicidas y nematocidas, pero resultan más eficaces en su actividad herbicida. Los compuestos de Curtis, además, están formados por sulfuro de β -cloroetilo, que representa el muy venenoso gas mostaza. La sulfona de Curtis, además, posee propiedades vesicantes indeseables. Al elaborar el sulfóxido de Curtis se halla presente un poco de sulfuro o sulfona sobre-oxidada en el producto con las consecuencias acompañantes vesicantes para las personas.

Compuestos con gran actividad herbicida anterior a la aparición, normalmente no dan resultados satisfactorios como nematocidas puesto que persiste el problema del desarrollo del cultivo después de la destrucción de los nemátodos.

Es un objetivo de la presente invención la elaboración de nuevos sulfóxidos.

Otro objetivo consiste en la preparación de compuestos perfeccionados para la destrucción de nemátodos.

Otro objetivo consiste en la elaboración de tales



compuestos sin el peligro de consecuencias vesicantes serias.

Otro objetivo consiste en la elaboración de compuestos perfeccionados para la destrucción de hongos.

5 Otros objetivos y el campo completo de aplicación de la presente invención se desprenderán de la siguiente descripción detallada; debe comprenderse, no obstante, que la descripción detallada y los ejemplos especificados, aunque ilustran las formas de realización preferentes de la invención, son dados a título de ejemplo no
10 limitativo, puesto que diferentes cambios y modificaciones, dentro del espíritu y alcance de la presente invención, resultarán aparentes a los entendidos en la materia de esta descripción detallada.

15 Ha sido descubierto que los citados objetivos pueden ser alcanzados preparando compuestos de la fórmula $(\text{CHX}_2\text{CHX})_2\text{SO}$ en la que X es un halógeno de peso atómico entre 35 y 80, por ejemplo cloro o bromo. Ejemplos de tales compuestos son sulfóxido de bis(1,2,2-tricloroetilo),
20 sulfóxido de bis(1,2,2-tribromoetilo), sulfóxido de bis(1,2-dicloro-2-bromoetilo), sulfóxido de 1,2,2-tricloroetilo 1',2'-dicloro 2'-bromoetilo. El compuesto preferente es sulfóxido de bis(1,2,2-tricloroetilo). Resulta decisivo utilizar el sulfóxido de bis(1,2,2-trihaloetilo), puesto que al emplear el correspondiente sulfóxido de bis(2,2,2-trihaloetilo), por ejemplo sulfóxido
25 de bis(2,2,2-tricloroetilo), se obtienen propiedades nematocidas y fungicidas muy inferiores.



La obtención de una buena actividad nematocida y fungicida no es únicamente una cuestión de tener presente una gran cantidad de halógeno. Ello queda ilustrado además por el hecho de que sulfóxido de bis(1,2,2,2-tetracloroetilo) resulta ineficaz como nematocida y muestra una actividad fungicida mucho menor que el sulfóxido de bis(1,2,2-tricloroetilo).

Compuestos como por ejemplo sulfóxidos de bis(1,2,2-tricloroetilo) existen en diversos estados, por ejemplo como sólidos o como aceites a temperatura de ambiente. Ambos estados pueden ser útiles como nematocidas y fungicidas. Ninguno de ambos estados muestra propiedades vesicantes indeseables.

Los compuestos de la presente invención pueden ser elaborados según diversos métodos.

(a) Oxidando un sulfuro de bis(1,2,2-trihaloetilo) puro, por ejemplo con peróxido de hidrógeno o un peróxido orgánico tal como ácido peracético.

(b) Oxidando una mezcla cruda de sulfuro-disulfuro de bis(1,2,2-trihaloetilo) y separando los ácidos sulfínico y sulfónico.

Los compuestos de la presente invención pueden ser también reducidos a los correspondientes sulfuros de bis(1,2,2-trihaloetilo), y ello sirve de método conveniente para la elaboración de tales sulfuros puros, puesto que resulta difícil elaborar los sulfuros en forma pura directamente por otros caminos, por ejemplo (1) haciendo reaccionar dicloruro de azufre con 1,2-dicloroeti-

leno (ya sea cis o trans o una mezcla de cis y trans), o bien (2) haciendo reaccionar cloruro de sulfenilo de 1,2,2-tricloroetilo con dicloroetileno cis o trans en presencia de cloruro de aluminio o de cloruro férrico.

5 No ha sido posible elaborar sulfonas correspondientes a los sulfóxidos de la presente invención. Procedimientos para la oxidación de sulfuros que normalmente conducen a la formación de sulfona en la presente situación se interrumpen en el estado de sulfóxido.

10 De no indicarse otra cosa, todas las partes y porcentajes se refieren al peso.

Ejemplo 1

En 800 partes (8,0 moles) de dicloroetileno cis simétrico fueron suspendidas 10 partes de cloruro férrico anhidro y 204 partes (2,0 moles) de dicloruro de azufre fueron añadidas a unos 30 a 35°C durante un período de 2,75 horas. El producto se dejó reposar durante la noche y el cloruro férrico fue separado por filtración. El material fue lavado con ácido clorhídrico acuoso diluido y la capa orgánica secada y el disolvente extraído mediante destilación primaria con el fin de obtener 383 partes de una mezcla cruda de sulfuro de bis(1,2,2-tricloroetilo) y de disulfuro de bis(1,2,2-tricloroetilo). Durante la destilación en alto vacío se obtuvieron 60,8 partes (rendimiento 22,2%) de sulfuro puro de bis(1,2,2-tricloroetilo) como un aceite amarillo de B.P._{0,03}¹⁰² a 180°C., n_D^{20} 1.5705.

Este ejemplo fue repetido diversas veces utilizando



dicloroetileno simétrico cis, trans o una mezcla de cis y trans y tiempos de reacción de 2,5 a 3,0 horas. La separación del cloruro férrico fue obtenida asimismo mediante un tratamiento doble con 1 volumen de acetona seguido de una dilución con 2 volúmenes de agua con secado subsiguiente. La producción de mezclas crudas osciló entre un 65 a un 96% y la producción de sulfuro bis(1,2,2-tricloroetilo) puro osciló entre un 22 a un 28%. El compuesto puro es denominado a continuación Compuesto 4975.

10

Ejemplo 2

1 parte de cloruro de aluminio fue suspendida en 50 partes (0,5 mol) de dicloroetileno cis y 20 partes (0,1 mol) de cloruro de sulfenilo de 1,2,2-tricloroetilo fueron añadidas gota a gota a 57°C durante un período de 15 minutos. Un calentamiento subsiguiente de la mezcla durante 1 hora a 60°C completó la reacción. El catalizador de cloruro de aluminio fue separado mediante tratamiento con 1 volumen de acetona y a continuación 2 volúmenes de agua, la capa orgánica fue secada y a continuación liberada del disolvente mediante destilación en el vacío. Se obtuvieron 24,5 gramos del producto crudo adicional en forma de un aceite marrón, $n_D^{25} 1.5770$. La destilación en alto vacío produjo 15,7 partes (producción 53%) de sulfuro de bis(1,2,2-tricloroetilo) en forma de un aceite amarillo con B.P._{0.01} 110°C., $n_D^{25} 1.5736$ con el mismo espectro infrarrojo básico que el producto del Ejemplo 1. El procedimiento del Ejemplo 2 suministró rendimientos mayores, por ejemplo de 47 a 74,0% en las respectivas

20

25

fases diferentes, que el del Ejemplo 1. No obstante, los productos del Ejemplo 2, en promedio, no resultaron tan puros como los del Ejemplo 1.

Ejemplo 3

5 En una suspensión de 1 parte de cloruro férrico en 30 partes de 1,2-dicloroetileno cis se añadieron gota a gota y con continua agitación 12 partes (0,06 mol) de cloruro de sulfenilo de 1,2,2-tricloroetilo a 60°C (reflujo moderado) durante un período de 15 minutos. Después de reposar durante la noche, separar el cloruro férrico utilizando acetona y agua, secar la solución restante y separar el disolvente orgánico en el vacío se obtuvieron 16,3 partes de producto crudo, que a su vez suministró 7,6 partes (rendimiento 42,5%) de sulfuro de bis(1,2,2-tricloroetilo) puro en forma de un aceite amarillo, B.P._{0,1} 125°C., n_D^{20} 1.5710 al ser sometido a un fraccionamiento en alto vacío.

10

15

Ejemplo 4

3,1 gramos (0,01 mol) de sulfóxido de bis(1,2,2-tricloroetilo) preparado en el Ejemplo 6) fueron añadidos a una mezcla de 20 ml. de ácido acético glacial y 20 ml. de anhídrido acético y reducidos mediante la adición gota a gota y bajo agitación de 15 ml. de una solución de 20% de $TiCl_3$ en ácido clorhídrico concentrado a temperatura del ambiente con refrigeramiento ocasional para controlar el ascenso de la temperatura exotérmica durante un período de 30 minutos. La mezcla fue mantenida a continuación durante 3 horas entre 90° y 95°C. y dejada

20

25



reposar durante la noche a temperatura del ambiente. Todas las operaciones se llevaron a cabo en una atmósfera de nitrógeno. Después de filtrar y separar el precipitado formado de dióxido de titanio y de oxiclорuros, diluir el filtrado con 2 volúmenes de agua, introducir el aceite pesado en cloroformo, limpiarlo repetidamente de ácido mediante agua, secarlo y destilar el disolvente se obtuvieron 2,8 gramos (rendimiento 94%) de sulfuro de bis(1,2,2-tricloroetilo) puro, la mayor parte del cual fue destilada entre 90° y 95°C a una presión de 0,05 mm Hg. y presentaba el mismo espectro infrarrojo básico que el producto del Ejemplo 1.

Ejemplo 5

En 100 partes de una mezcla cruda de sulfuro de bis(1,2,2-tricloroetilo) y disulfuro de bis(1,2,2-tricloroetilo), elaborada como en el Ejemplo 1, fueron introducidas bajo agitación y refrigeración ocasional mediante un baño externo de agua de hielo a 30°C durante un período de 1 hora, 15 partes de gas de cloro seco, suficiente para convertir el 70% de disulfuro en la mezcla cruda en cloruro de sulfenilo de 1,2,2-tricloroetilo fácilmente destilable. La mezcla resultante fue sometida a continuación a evaporación por vacío a 0.1 mm Hg. El cloruro de sulfenilo evaporado entre 30° y 40°C fue recuperado en un recipiente y el resto fue destilado en alto vacío para obtener 17 partes de sulfuro de bis(1,2,2-tricloroetilo) en forma de un aceite amarillo con un rendimiento de 57%. En otros ensayos se obtuvieron rendimien-



tos de hasta 63%.

Ejemplo 6

62 g (0,209 moles) de sulfuro de bis(1,2,2-tricloro-
roetilo) redestilado fueron oxidados diluyéndolos con
5 100 ml. de ácido acético glacial y mezclándolos gradual-
mente con 23,7 gramos de peróxido de hidrógeno acuoso
al 30% (ligero exceso), dejándolos reposar a continua-
ción a temperatura del ambiente (25°C) durante un perío-
do de 42 horas y calentándolos a continuación a unos
10 60° a 70°C durante 2 horas más. Después de una dilución
con 2 volúmenes de agua, de recoger el aceite precipita-
do en cloroformo, de separar el ácido acético libre me-
diante repetidos lavados con agua, de secar y de desti-
lar el disolvente, se obtuvo una producción de 55 gramos
15 (rendimiento 84%) de un aceite pesado que al ser diluido
con éter de petróleo (Skelly B) y refrigerado repetida-
mente produjo 21 gramos (rendimiento 32%) de producto
sólido crudo que fue recristalizado para la obtención
de 17 gramos (rendimiento 26%) de cristales blancos puros
20 de sulfóxido de bis(1,2,2-tricloroetilo), M.P. 88°C.,
B.P. 0.01 102° a 105°C., Cl 67,0% (68,0% teóricamente);
S 10,0% (10,2% teóricamente). El producto sólido puro se
identifica a continuación como Compuesto 4922.

En una repetición de este experimento utilizando un
25 período de reposo de 4 días a temperatura del ambiente
para la oxidación, la producción de producto puro fue
aumentada a un 34%. Temperaturas bajas redundaron en una
disminución de la formación de materias insaturadas como



impurezas.

Ejemplo 7

60 gramos (0,202 mol) de sulfuro de bis(1,2,2-tri-
cloroetilo) puro fueron diluidos con 150 ml. de ácido
5 acético glacial, se añadieron 20,2 gramos de peróxido de
hidrógeno acuoso al 30% y la mezcla se dejó reposar du-
rante 4 días a temperatura del ambiente (25° a 27°C.).
La mezcla fue vertida a 2 volúmenes de agua de hielo, el
aceite del fondo fue introducido en cloroformo y esta
10 solución fue tratada tal como ha quedado descrito en el
Ejemplo 6 para producir 63,5 gramos (producción cuanti-
tativa) de aceite crudo, del cual se obtuvieron, después
de la separación del sulfóxido de bis(1,2,2-tricloroeti-
lo) sólido mediante enfriamiento del éter de petróleo
15 (Skelly B) y destilación en vacío, 34,2 gramos (rendi-
miento 54%) de sulfóxido de bis(1,2,2-tricloroetilo) en
forma de aceite (esto es, el estado del aceite). Este
fue sometido a destilación en alto vacío y hervido entre
117°C y 125°C a una presión de 0,02 a 0,03 mm Hg. y pre-
20 sentaba un n_D^{20} 1.5602 a 1.5720. Unos 10 gramos aproxima-
damente de la última fracción obtenida en este orden
presentaban un n_D^{20} 1.5720 y formaban un jarabe espeso,
casi incoloro. El producto óleo fue dividido en dos frac-
ciones. La fracción de punto de ebullición más bajo entre
25 los 117° y 125°C presentaba en el análisis 66,3% de Cl,
10,6% de S y la fracción de punto de ebullición más alto
entre los 117° y 125°C presentaba en el análisis 66,8%
de Cl y 11,6% de S. (Teóricamente para el sulfóxido de



bis(1,2,2-tricloroetilo) es un 68,0% de Cl y un 10,2%
de S). El espectro infrarrojo para la fracción del aceite
de alto punto de ebullición en el Ejemplo 7 era muy simi-
lar al del producto sólido del Ejemplo 6, mostrando ambos
5 puntas a los 3,4 micrones, alrededor de los 7,8 micrones,
9,3 micrones, 9,8 micrones, 12,6 micrones y 13,7 micrones.
El espectro para el producto sólido del Ejemplo 6 presen-
taba una traza de impurezas insaturadas a los 10,9 micro-
nes, mientras que el espectro del aceite del Ejemplo 7
10 presentaba considerablemente más impurezas insaturadas
a los 10,9 micrones y presentaba también impurezas insa-
turadas a los 6,4 micrones. La fracción de alto punto
de ebullición en el Ejemplo 7 fue redestilada y presenta-
ba un B.P. $_{03}115^{\circ}$ a 117°C . Este estado aceitoso del sul-
15 fóxido de bis(1,2,2-tricloroetilo) se identifica a conti-
nuación como Compuesto 5008.

La cristalización del estado aceitoso del sulfóxido
de bis(1,2,2-tricloroetilo) preparado en el Ejemplo 7 no
pudo ser lograda en este experimento o en experimentos
20 repetidos, en los que se obtuvo un rendimiento de un 51%
del estado aceitoso.

Ejemplo 8

10 gramos de cloruro férrico (anhidro) fueron sus-
pendidos en 400 gramos (100% de exceso) de cloruro de
25 vinilideno y 102 gramos (1,0 mol) de dicloruro de azufre
fueron añadidos gota a gota bajo agitación y refrigera-
ción ocasional para mantener un reflujo suave (35°C)
durante un período de 1 hora. Después de dejar reposar



la suspensión durante la noche, calentarla hasta reflujo durante 3 horas, separar el cloruro férrico mediante un tratamiento con acetona, secar y extraer por destilación el exceso de cloruro de vinilideno, se obtuvieron 232
5 gramos de una mezcla cruda de sulfuro de bis(2,2,2-tri-
cloroetilo) - disulfuro de bis(2,2,2-tricloroetilo) que
fue sometida a fraccionamiento. Se obtuvo un rendimiento
de un 30% de una fracción incolora que tenía un
B.P._{0.02} 91°C., n_D^{20} 1.5642. Esta fue redestilada para la
10 obtención de sulfuro de bis(2,2,2-tricloroetilo) puro
(Compuesto 5006) con un B.P. .07 88° a 89°C., n_D^{20} 1.5551.
El producto se solidificó al dejarlo reposar en forma
de agujas blancas con un M.P. de 45°C.

Ejemplo 9

15 3,5 gramos (0,0118 mol) de sulfuro de bis(2,2,2-
tricloroetilo) fueron diluidos con 10 ml. de ácido acé-
tico glacial y se añadieron 1,2 gramos de peróxido de
hidrógeno acuoso de 31,0% (0,011 mol). La mezcla se dejó
reposar durante 6 días a temperatura del ambiente (25° a
20 30°C) y al diluirla con agua se obtuvieron 3,7 gramos
(producción cuantitativa) del producto crudo en forma
de sólido blanco. Este último fue introducido en cloro-
formo, lavado varias veces con agua, secado y destilado
para la obtención de 1,8 gramos (rendimiento 50%) de
25 sulfóxido de bis(2,2,2-tricloroetilo) (Compuesto 5025)
en forma de un sólido blanco que al recrystalizar tenía
un M.P. de 135° a 137°C y un B.P._{0.09} de 143° a 144°C.

Los compuestos de la presente invención pueden usar-

se por sí solos como nematocidas o fungicidas, pero se ha observado la conveniencia de aplicarlos a las plagas, por ejemplo al suelo que aloja a los nemátodos, junto con sólidos inertes para formar polvos, o más preferi-
5 blemente suspendidos en un adecuado diluyente líquido, preferiblemente agua. También pueden añadirse agentes superficialmente activos y sólidos inertes en tales formulaciones líquidas. Convenientemente, se empleará del 0,05 al 1% en peso de agente superficialmente activo. El
10 ingrediente activo puede representar del 0,01 al 95% en peso de la composición total, en tales casos.

En lugar de agua, pueden emplearse disolventes orgánicos como vehículos, por ejemplo hidrocarburos tales como benceno, tolueno, xileno, keroseno, aceite diesel,
15 fuel-oil y nafta de petróleo, cetonas tales como acetona, cetona metil-etílica y ciclo-hexanona, alcoholes, por ejemplo etanol, isopropanol y alcohol-amilo, etc.

Los nematocidas y fungicidas de la presente invención pueden aplicarse también con coadyuvantes o vehículos
20 los nematocidas o fungicidas inertes tales como talco, pirofilita, sílice fina sintética, arcilla de atapulgita (Attaclay), kieselguhr, greda, harina fósil, cal, carbonato cálcico, bentonita, tierra de batán, caparazones de semilla de algodón, harina de trigo, harina de soja,
25 pomez, trípoli, harina de madera, harina de cáscara de nuez, harina de madera y lignina.

Es con frecuencia deseable incorporar un agente superficialmente activo en las composiciones paraciticidas



de esta invención. Tales agentes superficialmente activos, concretamente un agente humectante, se emplean ventajosamente tanto en las composiciones sólidas como en las líquidas. El agente superficialmente activo puede ser de carácter aniónico, catiónico o no iónico.

Entre las clases típicas de agentes superficialmente activos figuran las sales de sulfonatos alquílicos, de sulfonatos alquilarfílicos, de sulfatos alquílicos, de sulfonatos alquilamídicos, alcoholes polietéreos alquilarilos, ésteres de ácidos grasos de alcoholes polihídricos y los productos de adición de óxidos alquilénicos de tales ésteres, así como productos de adición de mercaptanos y óxidos alquilénicos de cadena larga. Ejemplos típicos de tales agentes superficialmente activos incluyen los sulfonatos sódico-alquílico bencénicos que tienen de 14 a 18 átomos de carbono en el grupo alquilo, productos de condensación alquilfenol-óxido etilénico, por ejemplo p-isooctilfenol condensado con 10 unidades de óxido etilénico, jabones, por ejemplo estearato sódico, sal sódica del ácido propilnaftaleno-sulfónico, éster (di-2-etilhexílico) del ácido sódico-sulfosuccínico, lauril-sulfato sódico, sal sódica del monoglicérido sulfonado de ácidos grasos de coco, sesquioleato de sorbitano, cloruro lauril-trimetil-amónico, cloruro octadecil-trimetil-amónico, éter polietileno-glicol-laurilo, ésteres polietilénicos de ácidos grasos y ácidos resinosos, por ejemplo Ethofat 7 y 13, N-metil-N-oleiltaurato sódico, aceite rojo de Turquía, dibutil-

30 9 1966



naftaleno-sulfonato sódico, lignin-sulfonato sódico (Marasperse N), estearato polietileno-glicólico, dodecibencenosulfonato sódico, tioeter de dodecil-polietilenglicol terciario (Noiónico 218), productos de condensación de óxidos etilénicos y propilénicos de cadena larga, por ejemplo Pluronic 61, monolaurato de sorbitano, éster polietileno-glicólico de ácidos de taloil, octilfenoxietoxietil-sulfato sódico, monoestearato de tris (polioxietileno)-sorbitano (Tween 60), y dihexil-sulfosuccionato sódico.

Las formulaciones sólidas y líquidas pueden prepararse por cualesquiera métodos convencionales. Así, los ingredientes activos pueden mezclarse con el vehículo sólido en forma finamente dividida, en cantidades suficientemente pequeñas, para preservar la propiedad de libre fluidez de la composición pulverulenta final.

En la práctica comercial, las composiciones que contienen los nematocidas de la presente invención se aplican al suelo infectado de nemátodos.

En los siguientes ejemplos o tablas que ilustran la actividad nematocida o fungicida, los compuestos de la invención así como los compuestos comparativos se formularon como polvos humectables consistentes en un 50% del compuesto objeto de ensayo, el 46% de Hi-Sil 233 (sílice ultra fina), 2% de Marasperse N (lignin-sulfonato sódico) y un 2% de Pluronic L-61 (producto de reacción de adición de óxido polietilénico y óxido propilénico, con peso molecular de 1000 aproximadamente). Este polvo humectable



se designará en adelante por formulación A.

<u>Número clave del Compuesto</u>	<u>Nombre químico</u>
4337	sulfóxido de bis(2-cloroetilo)
4242	sulfona de bis(2-cloroetilo)
5 4922	sulfóxido de bis(1,2,2-tricloroetilo)(sólido)
5008	sulfóxido de bis(1,2,2-tricloroetilo) (aceite)
5025	sulfóxido de bis(2,2,2-tricloroetilo)
5054	sulfóxido de bis(1,2,2,2-tetracloroetilo)

Ejemplo 10

10 Los ensayos sobre nemátodos saprofiticos se efectuaron en agua como medio, con Panagrellus y Phabditis spp. a temperatura del ambiente utilizando la Formulación A. Los resultados están indicados como porcentajes de aniquilación o exterminio de las dosis indicadas en partes por millón al cabo de un período de incubación de 4 días.

15 Una aniquilación de un 10% corresponde a la aniquilación obtenida mediante una muestra no activa.

Tabla I

Compuesto	<u>NESA en ppm.</u>				
	200	100	50	25	12.5
4922	100	100	100	40	40
5008	100	100	100	70	30
5025	100	40	10	10	10
5054	30	10	10	10	10
25 4242	62		18		9
4337	20		20		20

Se observará que tanto los estados aceitosos como

30 SEP 1966



sólidos de sulfóxido de bis(1,2,2-tricloroetilo) resultaron nematocidas saprofiticos eficaces aun a 1/8 de la dosis del estrechamente relacionado sulfóxido de bis(2,2,2-tricloroetilo) y a 1/16 de la dosis de sulfóxido de bis(1,2,2,2-tetracloroetilo). Resulta también
5 aparente que los Compuestos 4922 y 5008 son muy superiores en su eficacia nematocida que los Compuestos 4242 y 4337.

El Compuesto 4922 fue ensayado también contra nemátodos parásitos empleando la Formulación A. El nemátodo empleado era Meloidogyne spp. y el procedimiento consistía en un ensayo de contacto de 10 días realizado en un medio agárico de agua en presencia de raíces de tomates a temperatura del ambiente. Los resultados están indicados en una escala de 0-10 en la que 0 indica la presencia de nudos intensos, es decir, ninguna eficacia, y 10 indica la ausencia total de tales nudos, es decir una eficacia del 100%. El Compuesto 4922 alcanzó 10 con 25 ppm, y 5 con 12.5 ppm., mientras que los restantes
15
20 compuestos de la Tabla I resultaron ineficaces en las cantidades mencionadas.

Ejemplo 11

Los compuestos se ensayaron también como fungicidas en ensayos de plato fungicida tal como se indica en la Tabla II. Los compuestos fueron introducidos en la Formulación A y añadidos a las culturas agáricas de los hongos. En la tabla, 10 indica 100% de eficacia y 0 indica una eficacia nula. En la Tabla II, Py representa
25



a Pythium spp., Rh a Rhizoctonia, F a Fusarium y H a Helminthosporium. Las concentraciones están expresadas en partes por millón (ppm).

Tabla II

5	<u>Compuesto</u>	Py		Rh		F		H	
		100	10	100	10	100	10	100	10
	4922	10	10	10	10	10	3	10	10
	5008	10	10	10	10	10	3	10	10
	5025	0	0	0	0	0	0	0	0
	5054	0	0	-	-	0	0	0	0
10	4337	10	0	10	0	0	0	10	5

Los Compuestos 4922 y 5008 resultaron también muy eficaces como fungicidas para el suelo en cantidades (libras / acre) de 200, 100, 50, 25 y 12,5. El Compuesto 4922 resultó mejor que el 5008 particularmente en cantidades de 25 libras / acre e inferiores.

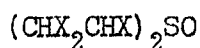
NOTA:



N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de ponerlo en práctica, se hace constar que todo cuanto no altere, cambie o modifique su principio fundamental, puede quedar sometido a variaciones de detalle, siendo lo esencial y por lo que se solicita Patente de Invención, por veinte años, lo que queda resumido en las siguientes reivindicaciones:

1ª.- Procedimiento para la obtención de compuestos activos pesticidas, de fórmula general:



en la que X significa un átomo de halógeno de peso atómico comprendido entre 35 y 80, susceptibles de emplearse, en cantidades eficaces, para la destrucción de nemátodos y hongos, caracterizado porque se oxida el sulfóxido de bis(1,2,2-trihaloetilo), en el que el átomo de halógeno tiene un peso atómico comprendido entre 35 y 80, con un compuesto elegido del grupo consistente en peróxido de hidrógeno y un peróxido orgánico, preferentemente ácido peracético.

2ª.- PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE COMPUESTOS ACTIVOS PESTICIDAS, tal y como queda descrito y reivindicado en la presente memoria que consta de diecinueve hojas mecanografiadas por una sola cara.

BARCELONA, 30 de Septiembre de 1966.

CHEMAGRO CORPORATION
P.P.

J. GOMEZ-ACEBO Y CAÑA

A. G. Hamedo, W. G. Hamedo