

32423



MEMORIA DESCRIPTIVA

=====

PATENTE DE INVENCION

DURACION: 20 AÑOS

OBJETO: "METODO DE OBTENCION DE COMPUESTOS INSECTICIDAS"

A favor de: STAUFFER CHEMICAL COMPANY

Residente en: 380 Madison Avenue, NEW YORK, N.Y. (USA)

Nacionalidad: NORTEAMERICANA

Invetores: KAROLY SZABO Y THOMAS B. WILLIAMSON

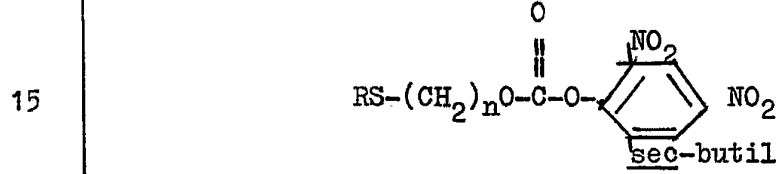
-. - . - . - . - . - . -



5 La presente invención, tal como su enunciado in
dica, se refiere a un método de obtención de compuestos in
secticidas, de acuerdo con la descripción que de la misma
se realice, que ha de entenderse en su más amplio sentido
y no restrictivamente.

Este invento se refiere a ciertos nuevos y ori-
ginales carbonatos mezclados y a su uso como insecticidas,
acaricidas y herbicidas. Más concretamente, este invento-
pertenece a ciertos alquilticalquil carbonatos fenil subs-
tituidos y a la utilidad de dichos compuestos en composi-
10 ciones insecticidas, acaricidas y herbicidas.

Los compuestos que comprende la presente clase-
corresponden a la fórmula general:



en la que R es un miembro seleccionado del grupo consis-
tente en radicales alquil conteniendo de 1 a 10 átomos de
carbono, inclusive fenil y halofenil; n es un número has-
20 ta 8. También se incluye el método de preparar, usar y --
aplicar dichas composiciones.

Los nuevos compuestos de este invento pueden ser
preparados por varios métodos. Uno de tales métodos gene-
rales aplicado en la preparación de los compuestos fue la
25 reacción de condensación entre el adecuado tioalquil clo-



roformato S substituido y 2,4-dinitro-6-sec-butylfenol. La adición de un aceptor de cloruro de hidrógeno es favorable para ayudar a la reacción. Compuestos tales como trietilamina, carbonato de potasio, carbonato de sodio y similares pueden ser usados como aceptores de cloruro de hidrógeno. La reacción se desenvuelve completamente en la fase líquida. También es útil el empleo de un disolvente orgánico inerte, que facilita el procedimiento así como la agitación de los reactantes. Se emplean temperaturas que permiten la operación en la fase líquida y que permiten condiciones de reacción controlables. Preferiblemente, la mezcla de reacción se refluje, generalmente a la temperatura de reflujo del disolvente, si se usa alguno.

Se ha hallado que los compuestos del presente invento son particularmente eficaces como insecticidas, acaricidas y herbicidas.

Los compuestos del presente invento pueden ser de acuerdo con el siguiente ejemplo.

E J E M P L O

Preparación del etiltiotil-(2,4-dinitro-6-sec-butyl-fenil) carbonato.

A una redoma de tres cuellos, provisto de un agitador, termómetro y embudo de goteo se añadieron 10,1 g. (0,06 mol) de etiltiostilcloroformato, 14,4 g. (0,06 mol), de 2,4-dinitro,6-sec-butylfenol en 80 ml. de acetona como disolvente. A esta solución se añadieron 6,1 g. de trietilamina. Tuvo lugar una reacción exotérmica e inmediatamente empezó a formarse hidrocioruro de trietilamina, La mezcla de reacción fué agitada y calentada para refluir durante una hora. Después se dejó enfriar a temperatura ambiente. Se

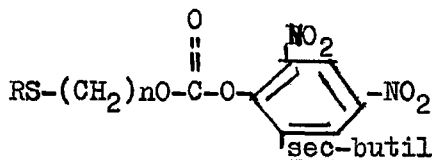


extrajo por filtración el hidrocioruro de trietilamina. La porción líquida fué extraída con cloruro de metileno secado sobre sulfato de magnesio anhidroso y el disolvente retirado con un evaporador rotatorio de vacío.

60 Se obtuvieron 22,1 g. (99,0 por ciento en teoría) del compuesto del título, $n_D^{21} = 1,5675$.

La siguiente es una tabla de los compuestos -- preparados según el procedimiento arriba descrito. A cada compuesto se le ha asignado un número, el cual se emplea en el resto de la solicitud.

TABLA I



Número de compuesto	n	R	n_D^{20}
1	2	etil	1,5675/21 ^o
2	2	metil	1,5374/23 ^o
3	2	n-propil	1,5216/22 ^o
4	2	n-butyl	1,5200/22 ^o
5	2	n-amil	1,5065/22 ^o
6	2	n-hexil	1,5115/24 ^o
7	2	n-octil	1,5072/22 ^o
8	2	fenil	1,5717/22 ^o
9	6	etil	1,5146/22 ^o
10	3	i-propil	1,5140/24 ^o
11	2	p-clorofenil	1,5783/24 ^o

* NO 1, preparado en el ejemplo.



85 Como se mencionó anteriormente, las composiciones aquí descritas, producidas en la manera anteriormente descrita son compuestos biológicamente activos -- que son útiles y valiosos para controlar distintos organismos nocivos. Los compuestos de este invento fueron ensayados de la siguiente manera.

90 Prueba de valoración acaricida. El gorgojo doble manchado Tetranychus telarius (Linn) se empleó en ensayos para acaricidas. Como plantas huésped se utilizaron judías pintas jóvenes en estado primario de hoja. Las plantas de judías pintas jóvenes fueron infestadas con varios cientos de gorgojos. Se prepararon dispersiones de los materiales candidatos disolviendo 0,1 gramo en 10 ml. de un disolvente adecuado, generalmente acetona. Partes alícuotas de las soluciones intoxicantes se suspendieron en agua conteniendo 0,0175 por ciento, volumen por volumen de "Sponto 221", un agente emulsificador, siendo suficiente la cantidad de agua para dar concentraciones de ingrediente activo oscilantes desde el 0,25 por ciento al 0,0008 por ciento. Las suspensiones de ensayo se rociaron entonces sobre las plantas de judías pintas infestadas. Después de siete días, se determinaron las mortandades en las formas post-embrionarias y ovicidas. El porcentaje de mortandad fue determinado por comparación con plantas de control que no habían sido rociadas con los compuestos

95

100

105



110 candidatos. El valor LD-50 fue calculado utilizando usado procedimientos bien conocidos. Estos valores se registran bajo las columnas "PE" y "Huevos" de la tabla II.

TABLA II

Compuesto número	<u>Actividad acaricida</u>	
	<u>Gorgojo</u>	<u>doble manchado</u>
	<u>PE</u>	<u>Huevos</u>
115 1	0,003%	0,03%
2	0,005	0,005
3	0,005	0,008
4	0,005	0,01
5	0,01	0,03
120 6	0,01	0,03
7	0,008	0,05
8	0,008	0,008
9	0,008	0,03
10	0,003	0,008
125 11	0,008	0,03

La oruga de las marismas saladas, Estigmene acrea (Drury), resultó tener un LD-50 del 0,05 por ciento u del 0,08 por ciento para los compuestos 3 y 4 respectivamente.

130 Las nuevas composiciones de que aquí se trata - también fueron halladas eficaces como herbicidas. Son particularmente eficaces para el control de hierbas y de plantas de hoja ancha con actividad tanto previa a la emergencia como después del brote. Los compuestos son fitotóxicos



135 y encuentran utilidad en el control de diversas especies de plantas. Cuando se aplican a razón de 20 libras por acre el número 1 y el número 2 muestran del 85 al 100 por ciento de control antes del brote del garranchuelo (*Digitaria sanguinalis*), la hierba azul-anual (gramínea norteamer. de talle verde-azulado, gen *Poa*), y la hierba de agua. También, a 20 libras por acre en aplicación previa a la emergencia, los compuestos número 1, 2 y 4 producen del 85 al 100 por ciento de control de las especies de hoja ancha: chual, mostaza y bardana rizada. Cuando se aplica con posterioridad a la emergencia a razón de 12,5 lbs por acre, todos los compuestos dan del 85 al 100 por ciento de Control de la mostaza y de la bardana rizada. Los compuestos 1, 2, 4, 6, 8 y 10 del 85 al 100 por ciento de control posterior al brote del garranchuelo, cuando sea aplicada a 12m5 lbs. por acre.

150 Los compuestos del presente invento pueden usarse como insecticidas eficaces, acaricidas y herbicidas, pudiendo aplicarse en una variedad de formas en concentraciones diversas. En la práctica, los compuestos se formulan generakmente con un adjutor inerte, utilizando métodos bien conocidos por los peritos en el arte, haciéndolos así aplicables en forma de polvos, pulverizaciones o remojadores y similares. La cantidad aplicada dependerá de los insectos, hierbas o semillas que se vayan a controlar. El grado de aplicación variará de 1 a 50 lbs, por acre. El método particular de aplicación

155

160



165 a un habitat de insectos de las composiciones que com-
prenden los compuestos del presente invento es bien-
conocido por los peritos en el arté. Una forma ventajo
sa de aplicar las composiciones herbicidas comprendien
do un adjutor y una cantidad eficaz de compuesto aquí
descrito es una banda estrecha a lo largo de una hile-
ra de plantación, a caballo sobre la hilera.

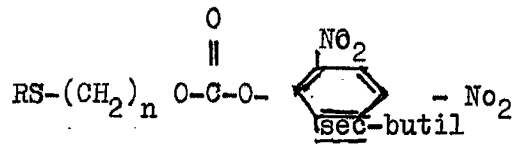
170 En la realización preferida del presente inven-
to la suma de los átomos de carbono contenidos en R y
el radical alquileno de la fórmula general anterior es
hasta 12 ya que en general dichos compuestos tienen ac-
tividad biológica más alta.

175 Descrita suficientemente la naturaleza de la
presente invención, se hace constar expresamente que cual-
quier modificación de detalle que pudiera introducirse se
considerará incluida dentro de la misma, en tanto no alte-
re o modifique sustancialmente sus características funda-
mentales.

180 Por último, se declaran de novedad y propia in-
vención las siguientes:

REIVINDICACIONES

185 1ª.- METODO DE OBTENCION DE COMPUESTOS INSECTICI-
DAS, caracterizado esencialmente por comprender un adjutor
insecticida inerte mezclado con una cantidad conveniente -
de un compuesto, aplicándose sobre un habitat de insectos,
siendo el compuesto de la fórmula.



190

en la que R es un miembro seleccionado del grupo consistente en radicales alquil, conteniendo de 1 10 átomos de carbono, inclusive, fenil y halofenil; n es un entero hasta 8 correspondiendo el compuesto utilizado al grupo (2,4-dinitro 6- sec-butilfenil) carbonato y pudiendo ser etiltioetil metiltioetil, n-octiltioetil, feniltioetil e impropiltiopropil.

195

2ª.- METODO DE OBTENCION DE COMPUESTOS INSECTICIDAS"

200

Todo ello tal y como queda expuesto en la presente Memoria Descriptiva, que consta de nueve hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras y a dos espacios.

Madrid, 19 de Octubre 1.966

LUIS MARTIN XUNEUNEGUI
POR PODER

Firmado: FAUSTO GANCHEZ