

343039

P-35.782
Pos-11602-Sumitomo

343039

Memoria descriptiva

31 MAY. 1958

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LTD.

entidad / de nacionalidad japonesa

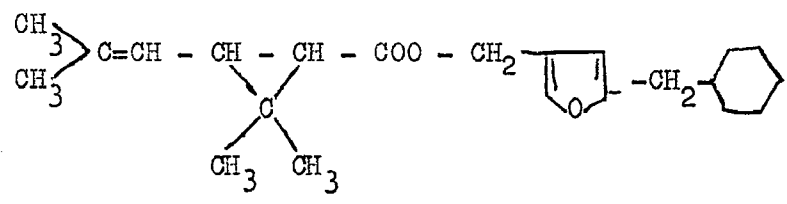
con domicilio en 15, Kitahama-5-chome, Higashi-ku, Osaka,
Japón.

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION PESTI
CIDA" (Clase Internacional C07d A01n).



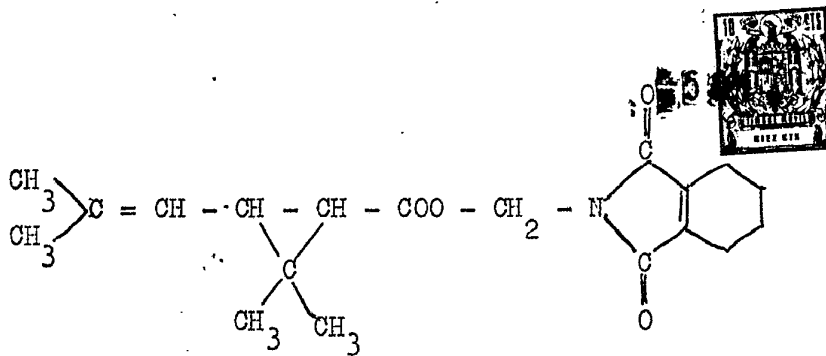
5 Extracto de la descripción. Una composición -
 insecticida de rápida acción y poco tóxica, en la que se
 combinan dl-cis,trans-crisantemato de 5-bencil-3-furil-
 metilo y dl-cis,trans-crisantemato de 3,4,5,6-tetrahidrof
 talimidometilo. Las propiedades individuales de efectos
 abatidores y matadores o destructores de los dos ante--
 riores compuestos pueden ser acrecentadas de forma sinér-
 gica combinando a ambos conjuntamente. El efecto sinérgi-
 co entre los dos compuestos puede mostrarse combinándo-
 10 los en cualquier proporción arbitraria. Un insecticida -
 que contiene la presente composición como ingrediente ..
 activo esencial se utiliza en cualquiera de las formas -
 de pulverización oleosa, aerosol, aerosol a base de agua,
 emulsión polvo humectable, preparado de polvo para espol-
 15 vorear o cebo.

El presente invento concierne a una composición
 insecticida que contiene, como ingrediente activo esen-
 cial, una mezcla de dl-cis,trans-crisantemato de 5,-ben-
 cil-3-furilmetilo (citado en lo que sigue como el compues-
 20 to número 1), de la fórmula



25 Compuesto nº 1
 y dl-cis,trans-crisantemato de 3,4,5,6 tetrahidroftali-
 midometilo (citado en lo que sigue como el compuesto nº
 30 2), de la fórmula

343039



Compuesto nº 2

5 Se han deseado composiciones insecticidas que
 tuviesen alta actividad insecticida junto con un rápido
 efecto abatidor (que significa un alta velocidad para -
 abatir y volver sobre sí mismos a los insectos) sobre -
 insectos domésticos y agrícolas, y estén exentos de to-
 10 xicidad para los mamíferos.

 Se ha conocido que los esteres del ácido cri-
 santémico se emplean en combinación con compuestos de -
 organocloro para acrecentar el efecto destructor sobre
 los insectos. Sin embargo, dicha combinación poseia el
 15 defecto de que desaparecía la propiedad caracteriza-
 mente ventajosa de la baja toxidad para los mamíferos -
 de los esteres del ácido crisantémico, a causa de que el
 compuesto de organocloro es más tóxico para los animales
 de sangre caliente que los ésteres del ácido crisanté-
 20 mico.

 El compuesto número 2 es un insecticida que -
 muestra un efecto abatidor muy rápido contra los insec-
 tos denominados higiénicamente perjudiciales, tales co-
 mo moscas domésticas, mosquitos, cucarachas y similares.
 25 Su efecto abatidor es predominante o máximo entre los -
 ésteres del ácido crisantémico, incluyendo tanto los na-
 turales como los sintéticos. Sin embargo, el efecto des-
 tructor no es siempre fuerte cuando se utiliza el com-
 30 puesto número 2 sólo. Por otra parte, el compuesto núme-



ro 1 posee similarmente fuertes propiedades insecticidas contra los insectos higiénicamente perjudiciales, que son predominantes o máximas entre los ésteres del ácido crisantémico y tiene una toxicidad muy baja para los animales de sangre caliente. Sin embargo, desgraciadamente, los compuestos número 1 tienen el defecto de que su efecto abatidor es muy malo.

El invento está basado en el descubrimiento del hecho de que cuando se combinan entre ellos los compuestos número 1 y número 2, se compensan mutuamente los respectivos defectos, de los mismos y que la combinación de los dos compuestos da como resultado una importante acción sinérgica para el efecto abatidor así como para el efecto destructor.

Un objeto del presente invento es el de crear una composición insecticida que pueda destruir a los insectos perjudiciales, en forma de veneno por contacto, veneno gaseoso o veneno estomacal.

Otro objeto del presente invento es el de crear una composición insecticida que posee baja toxicidad para los animales de sangre caliente, con creciente actividad insecticida y rápido efecto abatidor. Otros objetos resultaran evidentes a partir de las siguientes descripciones.

Para la preparación de la presente composición insecticida, se mezcla el compuesto número 1 con el compuesto número 2 en un amplio margen de proporciones en peso, entre 0,5:9,5 y 9,5:0,5.

Con cualquier proporción de los ingredientes activos combinados entre ellos, se puede esperar el



efecto sinérgico de los mismos, pero su proporción varía dependiendo del objeto de la utilización.

Es especialmente sorprendente el hecho de que la eficacia de las presentes composiciones sobre los insectos supera notablemente al valor de la suma de los efectos de cada uno de los constituyentes. Utilizando la presente composición, es posible disminuir de forma significativa la cantidad del componente activo que es necesaria para la destrucción completa del insecto, y al mismo tiempo se despliega un efecto abatidor sorprendentemente rápido.

Los siguientes experimentos están dados para explicar la acción sinérgica entre los compuestos números 1 y 2, combinados entre ellos.

Experimento 1. Utilizando queroseno desodorizado, se prepararon pulverizaciones oleosas que comprendían únicamente el compuesto número 1 o el compuesto número 2, en cantidades respectivas de 0,01% (de solamente el compuesto núm. 1), 0,03%, 0,05%, 0,07% y 0,09% (del compuesto número 2 solamente). Similarmente, se prepararon pulverizaciones oleosas al 0,1% en las que los compuestos números 1 y 2 habían sido combinados en las proporciones de 1:0, 3:7, 5:5 y 7:3, respectivamente.

0,7 mililitros de cada una de las pulverizaciones oleosas así obtenidas, fueron atomizados respectivamente en una caja de vidrio de 70 x 70 x 70 cm., bajo una presión de 0,7 kg/cm², con un atomizador. Se observó el abatimiento de adultos de moscas domésticas que habían vivido 3 a 5 días después del nacimiento, colocadas en la caja de vidrio, en función del periodo de tiempo, para -



medir el tiempo requerido para abatir el 50% (siendo -
designado el tiempo requerido para ello, como TA 50). -
Los resultados de estos experimentos están mostrados -
en la tabla 1, que muestra claramente el efecto sinérgi-
co entre los dos compuestos en cuanto a la velocidad -
de abatimiento. Cada valor mostrado en la tabla 1 es un
promedio obtenido repitiendo cinco veces los experimen-
tos.

Tabla 1

Pulverización oleosa que contiene el compuesto nº 1.		Pulverización oleosa que contiene el compuesto nº 2.		Pulverización oleosa mixta que contiene los compuestos n.ºs. 1 y 2 combinados entre ellos.		
Concentración (%)	TA 50 (segundos)	Concentración (%)	TA 50 (segundos)	Proporción de mezcla (No. 1 : No. 2).	Concentración (%)	TA 50 (segundos)
-		0,1	78			
0,01	600	0,09	83	1:9	0,1	67
0,03	600	0,07	96	3:7	0,1	83
0,05	453	0,05	107	5:5	0,1	91
0,07	352	0,03	172	7:3	0,1	130
0,1	310	-		-		

Experimento 2. Se prepararon pulverizaciones -
oleosas con diversas concentraciones, que comprendían -
únicamente el compuesto número 1 o el compuesto número 2,
y que comprendían los compuestos números 1 y 2 combina-
dos entre ellos en las proporciones de 1:9, 3:7, 5:5, -
y 7:3 respectivamente, para medir sus valores respecti-
vos de CL 50 (concentración letal de 50%) por el método
de la plataforma giratoria de Campbell [Soap and Sani-
tary Chemicals volumen 14, nº 6, 119 (1938)]. Seguida-
mente, se calcularon, por el método de Yun-Pei-Sun y --



otros [J.E.E. 53, pags. 887 y 891 (1960)]7, los valores teóricos de CL 50 de agentes oleosos en que los compuestos números 1 y 2 habían sido combinados en cualquier proporción arbitraria para desplegar eficacia adicional.

5

Los valores teóricos obtenidos y los valores reales medidos de la manera anterior están mostrados en la tabla 2. Tal como resulta evidente en la tabla 2, con cualquier proporción del compuesto número 1 al compuesto número 2, el valor real medido es superior al valor teórico, y por esto se admite que se ha logrado una considerable mejora de la eficacia letal de los mismos.

10

Tabla 2

Pulverización oleosa mixta que contiene los compuestos núms. 1 y 2 combinados entre ellos. (No. 1 : NO. 2)	CL50 (mg/100 ml)	
	Valor real medido.	Valor teórico calculado.
0 : 10	120,0	
1 : 9	29,0	41,4
3 : 7	10,5	17,9
5 : 5	7,7	11,4
7 : 3	5,9	8,4
10 : 0	6,0	

20

25

Experimento 3: Se prepararon aerosoles a base de aceite al 0,4% y aerosoles a base de agua al 0,4%, - que comprendían únicamente el compuesto número 1 y el compuesto número 2, respectivamente. Además, se prepararon respectivamente aerosoles a base de aceite al 0,4% y aerosoles a base de agua al 0,4%, que comprendían los

30



compuestos números 1 y 2 combinados entre ellos en la -
 proporción de 1:1. Estos aerosoles fueron atomizados en
 cámaras de Peet Grady, en cantidades de 650 ± 50 mg., -
 respectivamente, y se observaron los efectos abatidores
 5 e insecticidas de los mismos contra adultos de moscas -
 domésticas.

Los resultados fueron los mostrados en la ta-
 bla 3, a partir de los cuales se ha observado claramen-
 te la acción sinérgica entre los dos compuestos

10 Tabla 3

Aerosol	Cantidad ato- mizada (mg/180 x 180 x 180 m)	Abatimiento (%)			Mortali- dad de insectos abatidos %
		5 min.	10 min.	15 min.	
A base de aceite que contiene el compues- to No. 1	700	8,6	27,0	72,2	72,2
A base de aceite que contiene el compues- to No. 2	670	9,8	32,9	60,7	10,3
A base de aceite que contiene los compues- tos No. 1 + No. 2.	680	15,8	68,9	93,5	93,5
A base de agua que - contiene el compues- to No. 1.	650	6,7	40,7	82,0	82,0
A base de agua que - contiene el compues- to No. 2.	625	10,5	50,3	73,9	8,4
A base de agua que - contiene los compues- tos No. 1 + No. 2.	625	19,9	75,0	96,0	96,0

Experimento 4. Se prepararon, respectivamente,
 emulsiones al 10% que comprendían únicamente el compuesto
 número 1 o el compuesto número 2, y las que comprendían
 30 los compuestos números 1 y 2 combinados entre ellos en -



las proporciones de 1:9, 3:7, 5:5 y 7:3, y fueron tratadas con agua destilada para preparar soluciones de muestra que tenían diversas concentraciones. 200 mililitros de cada una de estas soluciones de muestra fueron colocados en un vaso de 300 mililitros de capacidad. Larvas completamente desarrolladas de mosquitos domésticos del norte fueron colocadas en el vaso para examinar la eficacia insecticida de aquellos. Los valores de CL 50 (concentración letal de 50%) fueron los mostrados en la tabla 4.

Los valores teóricos de CL 50 de la combinación de los compuestos números 1 y 2 mostrados en la tabla 4 fueron obtenidos de acuerdo con el método de Yun-Pei-Sun y otros, igual que en el experimento 2.

Tal como resulta evidente a partir de los resultados mostrados en la tabla 4, con cualquier proporción del compuesto número 1 al compuesto número 2, el valor real medido es superior al valor teórico, a partir de lo cual se puede observar una considerable mejora de eficacia letal contra larvas de mosquitos domésticos del norte.

Tabla 4

	Emulsión mixta que contenía los compuestos núms. 1 y 2 combinados entre ellos (No. 1 : No. 2)	CL50 (ppm)	
		Valor real medido	Valor teórico
25	0 : 10	0,105	
	1 : 9	0,055	0,068
	3 : 7	0,029	0,036
	5 : 5	0,020	0,025
	7 : 3	0,011	0,017
30	10 : 0	0,012	



La represión de insectos utilizando la presente composición se efectúa de acuerdo con los procedimientos convencionales, por ejemplo tratando los objetos que han de ser protegidos, con la presente composición en forma de pulverización oleosa, polvo para espolvorear, emulsión, aerosol, gránulos, polvos humectables y cebos que son ingeridos preferiblemente por los insectos perjudiciales, o polvos para espolvorear y agentes sólidos que inducen el efecto insecticida a los que se añade una sustancia atractiva, y otros tipos ordinarios de preparados insecticidas de esteres del ácido orisantémico. Además, la presente composición puede obtenerse fácilmente por los métodos usuales para producir insecticidas. Se producen resultados especialmente favorables cuando la presente composición se emplea en forma de aerosoles.

Las presentes composiciones insecticidas pueden emplearse para abatir y destruir insectos a una escala doméstica o agrícola.

Las composiciones presentes con eficaces, para reprimir insectos, para diversas etapas de generación tales como huevos, larvas y adultos de los insectos perjudiciales, tales como por ejemplo moscas domésticas, mosquitos, cucarachas y similares.

Los ejemplos siguientes están dados para ilustrar más completamente el presente invento, pero es natural que no se pretenda que el alcance del invento esté limitado a estos ejemplos. Las partes están en peso.

Ejemplo 1.- 1 parte del compuesto número 1, y 9 partes del compuesto número 2 fueron mezcladas en-

5 OCT.



tre sí de forma homogénea. 0,2 g de la mezcla resultante fueron disueltos en 99,8 g de queroseno desodorizado para obtener una pulverización oleosa.

5 Ejemplo 2.- 5 partes del compuesto número 1, y 5 partes del compuesto número 2 fueron mezcladas entre sí de forma homogénea. 0,4 g de la mezcla resultante, - 7,1 g de xileno y 7,5 g de queroseno desodorizado fueron mezcladas entre sí y la mezcla resultante fue cargada - en un recipiente para aerosoles. Después de montar una
10 porción de válvula sobre el mismo, se cargaron dentro de él, bajo presión, 35 g de un agente pulverizador (por - ejemplo tal como Freon, monómero de cloruro de vinilo, gas de petróleo licuado o similar), para obtener un ae-
rosol.

15 Ejemplo 3.- 3 partes del compuesto número 1, y 7 partes del compuesto número 2 fueron mezcladas entre sí de forma homogénea: 0,4 g de la mezcla resultante fue
20 ron mezclados con 13,6 g de queroseno desodorizado y 1,0 g de monooleato de glicerina, que es un agente emulsifi-
cante, y la mezcla fue emulsificada añadiéndole 50 g de agua pura. La emulsión fue cargada dentro de un recipien-
te para aerosoles junto con 35 g de una mezcla de 3:1 -
de butano desodorizado y propano desodorizado, para ob-
tener un aerosol a base de agua.

25 Ejemplo 4.- 7 partes del compuesto número 1, y 3 partes del compuesto número 2 fueron mezcladas entre
sí de forma homogénea. 20 g de la mezcla resultante, 25
g de Sorpol 2.020 (nombre comercial registrado del pro-
ducto producido por Toho Kagakusha) y 55 g de xileno, -
30 fueron mezclados, en este orden, para obtener un concen-

trado emulsificable homogéneo.



5 Ejemplo 5.- 5 partes del compuesto número 1, y 5 partes del compuesto número 2 fueron mezcladas homogéneamente entre si. A 50 g de la mezcla resultante, se añadieron y mezclaron a fondo 1,5 g de un ester de ácido sulfúrico de alcohol superior y 3,5 g de lignina. Se añadieron 45 g de tierra de diatomeas a la mezcla resultante, y se agitó a fondo en un desmenuzador, para obtener un polvo humectable.

10 Ejemplo 6.- 2 partes del compuesto número 1, y 8 partes del compuesto número 2 fueron mezcladas homogéneamente entre si. 1 g de la mezcla resultante fue disuelto en 30 mililitros de acetona, y se añadieron a esto 99 g de tierra de diatomeas que pasaba a través de un tamiz de 300 mallas. La mezcla resultante fue agitada -
15 suficientemente y amasada en un mortero, y después se eliminó la acetona por evaporación, para obtener un agente en forma de polvo.

20 Ejemplo de ensayo 1.- Aproximadamente 20 adultos de mosca doméstica fueron liberados en una cámara de vidrio de 70 cm x 70 cm x 70 cm. Dentro de la cámara, se pulverizaron uniformemente 0,7 mililitros de la pulverización oleosa formulada de acuerdo con el ejemplo 1, bajo 0,7 kg/cm², por medio de un atomizador de vidrio. Después de esto, se observó en función del tiempo el número
25 de moscas domesticas abatidas. Después de 10 minutos, - las moscas domésticas abatidas fueron recogidas y transferidas a una caja limpia y, se observaron, al día siguiente, el número de ellas vivas y muertas. Los resultados fueron los mostrados en la tabla 5.
30

Tabla 5

Composición insecticida	% de abatimiento en el tiempo transcurrido de										Mortalidad de los abatidos (%)	
	38"	53"	1,15"	1,45"	2,30"	3,30"	5'	7'	10'	10'		
Pulverización oleosa del Ejemplo I	48,8	71,8	88,7	96,9	100	100	100	100	100	100	100	100
Pulverización oleosa con 0,2% de piretrinas	25,2	57,7	73,1	88,6	93,7	97,9	100	100	100	58,6	58,6	58,6





Ejemplo de ensayo 2. - Una cubeta de Petri de plástico de 14 cm de diámetro interior y 7 cm de altura fue cubierta en el fondo con red de tela metálica. Diez adultos de cucaracha parda ahumada colocados dentro de la cubeta de Petri. Subsiguientemente, la cubeta de Petri fue cubierta también en la parte superior con red de tela metálica. La cubeta de Petri fue conectada debajo del cilindro de vidrio del aparato sedimentador de niebla o neblina de Nagasawa (Sumió Nagasawa: "Bochu - Kagaku" volumen 18, pag. 183-192, 1953). Desde la parte superior del aparato de cilindro de vidrio, cada uno de los aerosoles formulados de acuerdo con los ejemplos 2 y 3 fue pulverizado directamente sobre las cucarachas. Después de pulverizar el aerosol, se observó, en función del tiempo, el número de insectos abatidos. Después de 20 minutos, las cucarachas fueron transferidas a una caja limpia y fueron alimentadas, y, tres días después, se observó el número de ellas vivas y muertas. Los resultados fueron los mostrados en la tabla 6.

20

Tabla 6.

Composición	Dosis media (mg.)	Abatimiento % en el periodo transcurrido						Mortalidad (%)
		2'30"	5'	7'	10'	15'	20'	
Aerosol del ejemplo 2	450	40,0	60,0	75,0	95,0	100	100	100
" " "	3500	25,0	50,0	65,0	80,0	95,0	100	100
OTA ^a	475	25,0	35,0	55,0	60,0	65,0	90,0	80,0

^aOTA (Aerosol de Ensayo oficial)

Aerosol de Ensayo Oficial de la Chemical Specialties Manufacturers Association of America.

30



Ejemplo de ensayo 3.- Una emulsión preparada diluyendo hasta 200 veces con agua el concentrado emulsificable formulado de acuerdo con el ejemplo 4, y una emulsión preparada diluyendo hasta 500 veces con agua el polvo humectable formulado de acuerdo con el ejemplo 5, fueron aplicadas individualmente por goteo por medio de una pipeta sobre la superficie de un tablero contrachapado de 15 cm x 15 cm., de forma que la proporción de la emulsión sobre dicha superficie resultó ser homogeneamente de 5 ml/m². Después de secar el aire, 20 - adultos de mosca doméstica, que habían sido liberados - en una red de tela metálica (9 cm de diámetro y 1 cm de altura), fueron puestos en contacto con la superficie - tratada, y se observó, en función del tiempo, el número de moscas domésticas abatidas. Después de 30 minutos - de contacto, las moscas domésticas fueron transferidas a una caja de crianza y fueron alimentadas, y, el día siguiente, se observaron los números de moscas domésticas vivas y muertas. Los resultados fueron los mostrados en la tabla 7.

Tabla 7

Composición insecticida	% de abatimiento en el tiempo transcurrido de							Mortalidad (%)
	2'30"	5'	7'	10'	15'	20'	30'	
Solución diluida 200 veces de concentrado emulsificable del ejemplo 4.	5,0	36,9	88,0	97,5	100	100	100	100
Solución diluida 500 veces de polvo humectable del ejemplo 5:	10,0	72,5	100	100	100	100	100	100
Emulsión al 0,1% de piretrinas	0	1,7	31,7	75,0	85,0	91,7	98,3	18,3



Ejemplo de ensayo 4.- Una cubeta de Pétri de 14 cm de diámetro interior y 7 cm de altura fue recubierta con mantequilla en la pared interior, dejando en la parte inferior de la pared una zona no recubierta de -
5 aproximadamente 1 cm de altura. Sobre el fondo de la cubeta, un polvo para espolvorear, formulado de acuerdo con el ejemplo 6, fue espolvoreado de forma uniforme. Diez adultos de cucaracha germana fueron colocados dentro de la cubeta para entrar en contacto con el polvo -
10 para espolvorear, y se observó, en función del tiempo, el número de cucarachas abatidas. Después de 10 minutos, las cucarachas fueron retiradas y fueron transferidas a un nuevo recipiente y, tres días después, se observaron los números de insectos vivos y muertos. Los resultados fueron los mostrados en la tabla 8.
15

Tabla 8

Composición insecticida	% de abatidos en el periodo transcurrido de				Mortalidad (%)
	1,15"	2,30"	5'	10'	
Polvo para espolvorear del ejemplo 6.	85,0	100	100	100	100

- N O T A -

343039

Los puntos de invención, propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

5 1.- Un procedimiento para preparar una composición pesticida capaz de ser utilizada como ingrediente activo en aceites, pulverizaciones, aerosoles, concentra-
dos emulsificables, polvos humectables, polvos para es-
10 polvorear y cebos, caracterizado porque se mezcla dl-cis, trans-crisantemato de 5-bencil-3-furilmetilo con dl-cis, trans-crisantemato de 3,4,5,6-tetrahidro-ftalimidometilo.

15 2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la relación en peso de la mezcla de dl-cis, trans-crisantemato de 5-bencil-3-furilmetilo y dl-cis, trans-crisantemato de 3,4,5,6-tetrahidro-ftalimidometilo está comprendida dentro de un margen de entre aproximada-
mente 0,5:9,5 y aproximadamente 9,5:0,5.

3.- Un procedimiento para preparar una composición pesticida.

20 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de diecisiete hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 13 1 MAY. 1968

P.A.

Alfonso de Sotomayor
Abogado

28-5-68/RTA.-

343039