



345560

PATENTE DE INVENCIÓN

SC 2993.

345560

C 07 C 131/08, 131/00, A DIN 9/2

*Memoria Descriptiva*

*sobre*

"PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA  
COMPOSICION PESTICIDA".

.=.=.=.=.=..

*Solicitante:* RHONE-POULENC, entidad francesa,  
residente en 22, Avenue Montaigne,  
Paris 8e, Francia.

.=.=.=.=.=..

El presente invento se  
refiere a nuevas oximas, su procedimiento  
de preparación y las composiciones que las  
contienen.

5. Los nuevos compuestos res-

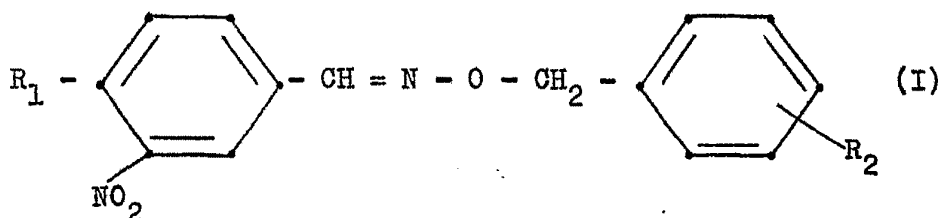
345560



29 SEP 1967

ponden a la fórmula general:

5.



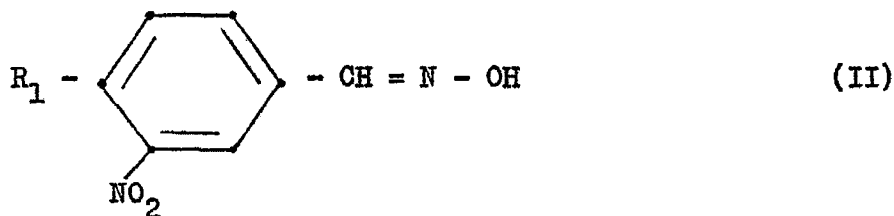
10.

en la que R<sub>1</sub> representa un átomo de hidrógeno o un radical alquilo que contiene 1 a 3 átomos de carbono y R<sub>2</sub> representa un átomo de hidrógeno o uno o varios átomos de halógeno o radicales alquilos que contienen 1 a 3 átomos de carbono.

Según el invento, estos nuevos productos de fórmula general (I) pueden obtenerse según uno de los métodos siguientes:

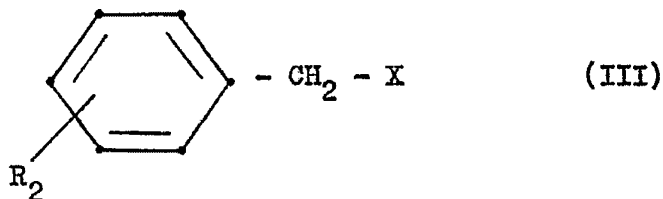
15.

a) por condensación de una oxima de fórmula general:



20.

en la que R<sub>1</sub> se define como anteriormente, con un derivado halogenado de fórmula general:



25.

en la que R<sub>2</sub> se define como anteriormente y X representa un átomo de halógeno.

30.

La reacción se efectúa en un disolvente orgánico tal como un alcohol, en presencia de un agente de

345560

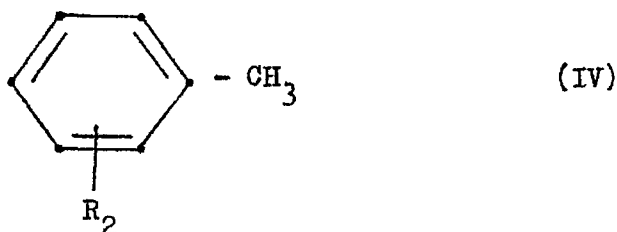


29 SEP 1967

condensación tal como un alcoholato alcalino, a una temperatura comprendida entre la temperatura ambiente y la temperatura de ebullición del disolvente.

5. Los productos de fórmula general (II) se obtienen según los métodos habituales de preparación de oximas a partir de los aldehidos o de las cetonas correspondientes.

10. Los productos de fórmula general (III) se obtienen, por ejemplo, por halogenación de derivados del tolueno de fórmula general:

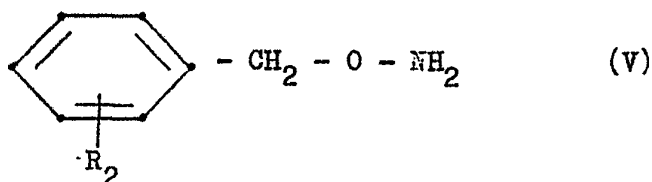


15. en la que  $R_2$  se define como anteriormente, según los métodos habituales de halogenación de las cadenas laterales de los hidrocarburos aromáticos o por halometilación de los hidrocarburos aromáticos de fórmula general:



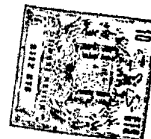
en la que  $R_2$  se define como anteriormente.

25. b) por condensación de una oxiamina de fórmula general:



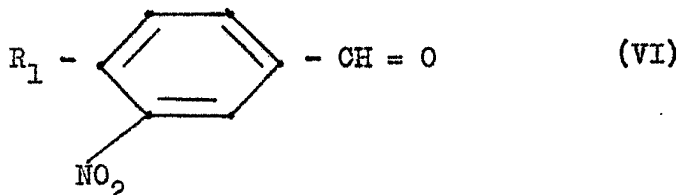
30. en la que  $R_2$  se define como anteriormente, con un compues-

345560



29 SEP 1967

to carbonilado de fórmula general:



en la que  $R_1$  se define como anteriormente.

La reacción se efectúa en presencia o no de disolvente a una temperatura comprendida entre 15 y 80°C. Eventualmente puede efectuarse esta reacción en presencia de un agente alcalino de condensación.

10.

Las oxiaminas de fórmula general (V) pueden obtenerse según el método descrito por P. Mamalis et Coll., J. Chem. Soc., p. 229 (1960).

15.

Los productos de fórmula general (I) presentan notables propiedades insecticidas, en particular sobre *Musca doméstica* y *Tribolium*, y acaricidas, en particular sobre *Tetranychus urticae*, con una marcada actividad ovicida.

20.

El presente invento se refiere igualmente a las composiciones agrícolas que contienen, al menos, un producto de fórmula general (I) en asociación con uno o varios diluyentes compatibles con el o los productos activos y convenientes para la utilización en agricultura.

25.

Las composiciones pueden ser sólidas si se emplea un diluyente sólido pulverulento compatible tal como talco, magnesia calcinada, kieselguhr, fosfato tricálcico, corcho en polvo, negro adsorbente o también una arcilla como por ejemplo caolín o bentonita.

30.

345560



29 SEP 1971

5. Estas composiciones sólidas se preparan preferentemente por trituración del compuesto activo con el diluyente sólido o por impregnación del diluyente sólido con una solución del compuesto activo en un disolvente volátil, evaporación del disolvente y, si fuera necesario, trituración del producto para obtener un polvo.

10. Se pueden obtener composiciones líquidas utilizando un diluyente líquido en el cual el o los productos según el invento se disuelven o dispersan. La composición puede presentarse en forma de una suspensión, emulsión o solución en un medio orgánico o hidroorgánico. Las composiciones en forma de dispersiones, soluciones o emulsiones pueden contener agentes humectantes, dispersantes o emulsionantes de tipo iónico o no iónico, por ejemplo sulforicinoleatos, sales amónicas cuaternarias o productos a base de condensados de óxido de etileno, tales como los condensados de óxido de etileno con octilfenol o con ésteres de ácidos grasos de anhidrosorbitoles. Es preferible utilizar los agentes de tipo no iónico, puesto que no son sensibles a los electrolitos. Cuando se desean emulsiones, pueden utilizarse los productos según el invento en forma de concentrados auto-emulsionables que contienen la sustancia activa disuelta en el agente dispersante o en un disolvente compatible con dicho agente, permitiendo una simple adición de agua obtener composiciones dispuestas para ser utilizadas.

30. Los productos de fórmula general (I) se emplean con preferencia a razón de 10 a 150 g de materia activa por hectolitro de agua, pero pueden también utilizarse

345560



23

concentraciones inferiores.

Los ejemplos siguientes, facilitados a título no limitativo, muestran la forma en que puede utilizarse el invento.

5. Ejemplo 1

A una suspensión de 8,3 g de nitro-3 benzaldoxi-  
 ma en 50 cm<sup>3</sup> de etanol, se añaden 21,6 cm<sup>3</sup> de una solución  
 2,3 N de etilato de potasio en etanol. Se añade a conti-  
 nuación gota a gota, en 10 minutos aproximadamente, a la  
 solución limpida obtenida, una solución de 10,3 g de bro-  
 muro de cloro-3 bencilo en 20 cm<sup>3</sup> de etanol. Una vez  
 terminada la reacción exotérmica, se calienta durante 2  
 horas a reflujo. Después de enfriado, se filtra el pre-  
 cipitado de bromuro potásico. Se evapora el disolvente  
 se destila el aceite residual (15 g) a presión reducida.  
 Se obtienen 10,2 g de O-(cloro-3 bencil) nitro-3- benzal-  
 doxima con un punto de ebullición a 200-205°C bajo 0,2 mm  
 de mercurio y cuyo punto de fusión (capilar) es 42°C.

10.

15.

El bromuro de cloro-3 bencilo (P.E.<sub>20</sub> = 117-118°C) de partida se prepara por bromuración del cloro-3 tolueno.

20.

Operando como se describe en el ejemplo 1 y a partir de materias primas convenientes, se preparan los productos siguientes

	- R <sub>1</sub>	- R <sub>2</sub>	P.F. o P.E. (°C)
25.	- H	(- Br) - 3	84
	- H	(- F) - 2	P.E. <sub>0,2</sub> = 190-195
	- H	(-Cl) - 3, (-Cl) - 4	97
30.	- H	(-CH <sub>3</sub> ) - 2	62 - 64

34556029



∴ - H ∴	(- F) - 3 ∴	43 - 44 ∴
∴ - CH <sub>3</sub> ∴	(- Cl) - 2 ∴	56 - 58 ∴

Ejemplo 2

5.

A 20 g de 0- (cloro-3 bencil) nitro-3 benzal-  
doxima, se añaden 5 g de un producto de condensación de  
octilfenol y de óxido de etileno a razón de 10 moles de  
óxido de etileno por mol de octilfenol, y una mezcla a  
volúmenes iguales de tolueno y de acetofenona hasta que  
la mezcla representa 100 Cm<sup>3</sup>. La solución se utiliza, tras  
dilución conveniente con agua, para destruir los acaria-  
nos.

10.

15.

Según el efecto buscado, concentraciones de  
10 a 150 g de materia activa por hectólitro permiten obte-  
ner buenos resultados.

Ejemplo 3

20.

A 400 g de 0-(dicloro-3,4 bencil) nitro-3  
benzaloxima se añaden 400 g de caolín, 100 g de goma ará-  
biga triturada y 100 g de lignosulfito cálcico. Después  
de triturado y tamizado, se utiliza el polvo obtenido pa-  
ra proteger las plantas contra los ataques de los acaria-  
nos utilizándolo tras dilución en agua a razón de 250 g  
de polvo por 100 litros de agua.

25.

La actividad acaricida de los productos de  
fórmula general (I) se ha puesto en evidencia en la prue-  
ba siguiente:

30.

Se mojan hojas cotiledóneas de pies de habi-  
chuela durante 10 segundos en las emulsiones objeto de  
estudio. Cuando se secan, se las parasita con arañas ro-

345560



29 SEP 1966

jas. Los cálculos de mortalidad se hicieron 4 días después de la aportación de los parásitos.

Las soluciones emulsionables utilizadas tienen la composición siguiente:

- 5. - producto activo 1 g
- Cemulsol C 105 0,2 cm<sup>3</sup>
- Scurol O 0,2 cm<sup>3</sup>
- O-diclorobenceno 1 cm<sup>3</sup>
- acetofenona complemento para 5 cm<sup>3</sup>

10.

Se preparan a continuación emulsiones acuosas a 0,2 %, 0,1 % y 0,05 % de producto activo.

Los resultados se recopilan en la tabla siguiente:

15.	- R <sub>1</sub>	- R <sub>2</sub>	% de mortalidad		
			0,05 %	0,1 %	0,2 %
	- H	(- Cl) - 3	40	95	100
20.	- H	(- Br) - 3	70	90	95
	- H	(- F) - 2	75	90	100
	- H	(- Cl) - 3, (-Cl) - 4	100	100	100
25.	- H	(- CH <sub>3</sub> ) - 2	40	95	100
	- H	(- F) - 3	95	100	100
	- CH <sub>3</sub>	(- Cl) - 2	75	95	100

- N O T A -

30.

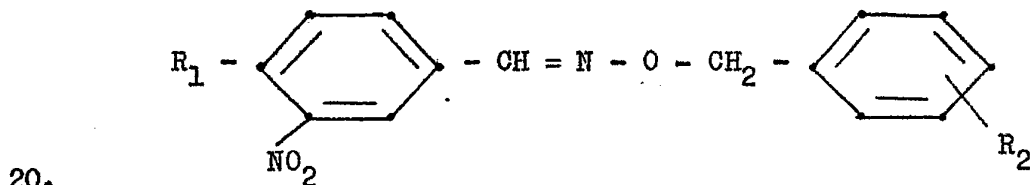
Descrita suficientemente la naturaleza del

345560



invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de Patente presentada en Francia, con fecha 29 de Septiembre de 1956, bajo el número PV.78 184, acogiéndose por tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION PESTICIDA"; caracterizándose por lo siguiente:

15. 1ª.- "Procedimiento para preparar una composición pesticida, caracterizado porque se mezcla una oxima de fórmula general:



25. en la que R<sub>1</sub> representa un átomo de hidrógeno o un radical alquilo que contiene 1 a 3 átomos de carbono y R<sub>2</sub> representa un átomo de hidrógeno o uno o varios átomos de halógeno o radicales alquilos que contienen 1 a 3 átomos de carbono, con, al menos, un diluyente o coadyuvante del tipo utilizado habitualmente en las composiciones pesticidas.

30. 2ª.- "Procedimiento para preparar una composición pesticida", tal y como queda sustancialmente

345560



descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de diez hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid.

29 SEP 1967

RHONE-POULENC.

5.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODEY  
En su nombre: F. Hernández Ruiz