



3 4 7 3 3 6

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

a favor de:

C. H. BOEHRINGER SOHN, de nacionalidad alemana, residente en Ingelheim am Rhein (República Federal Alemana) por:
"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE NUEVOS TIONOFOSFATOS Y TIONOFOSFONATOS".

Memoria descriptiva

El presente invento se refiere a un pesticida que contiene 0,0-dietil-0-(2,5-dicloro-4-metilmercaptofenil)-tionofosfato como materia activa.

La materia activa es un compuesto nuevo. Puede obtenerse haciendo reaccionar una sal de 2,5-dicloro-4-metilmercaptofenol con un haluro de ácido 0,0-dietil-tionofosfórico

5



eventualmente a temperaturas elevadas. Las sales del fenol particularmente útiles son: Las sales alcalinas y de amonio. La reacción puede realizarse en medio acuoso.

10 El 2,5-dicloro-4-metilmercaptofenol, no ha sido descrito hasta la fecha. Se obtiene, por hidrólisis alcalina de 1-metilmercapto-2,4,5-triclorobenceno el cual a su vez puede ser preparado de una manera convencional reduciendo el 2,4,5-triclorobenceno sulfocloruro con cinc y ácido clorhídrico y
15 alquilación subsiguiente.

El nuevo tionofosfato es un insecticida y un acaricida muy eficaz. Una comparación con el O,O-dimetil-O-(4-metilmercapto-3-metilfenil)-tionofosfato (B) descrito en DBP 1 116 656, presenta una actividad superior del nuevo compuesto (A):
20

- ED₅₀ = 50 % de muertes
- ED₉₀ = 90 % de muertes
- ED₉₅ = 95 % de muertes
- ED₉₉ = 99 % de muertes

25 Actividad contra los pulgones de las plantas (afidos)

| Compuesto | ED ₅₀ (ppm) | ED ₉₀ (ppm) |
|-----------|------------------------|------------------------|
| A | < 0,9 | 4,3 |
| B | 3,3 | 9,7 |



1968

Actividad contra arácnidos

30

| Compuestos | ED ₅₀ (ppm) | ED ₉₅ (ppm) | ED ₉₉ (ppm) |
|------------|------------------------|------------------------|------------------------|
| A | 0,9 | 1,2 | 3,6 |
| B | 1,95 | 6,8 | 11,3 |

Actividad contra la mosca doméstica común

35

| Compuestos | ED ₉₅ (ppm) después de 60 minutos |
|------------|--|
| A | 0,003 |
| B | 0,008 |

40

El compuesto del invento puede aplicarse de la manera habitual que se utiliza para insecticidas y para acaricidas, por ejemplo en la forma de suspensión de soluciones o de polvos. Para la formulación se utilizan generalmente vehículos y agentes auxiliares. La concentración preferida de materia activa, es de 0,01 a 3%.

45

Para obtener un polvo nebulizable, por ejemplo, se pulverizan 25 partes de la materia activa sobre 98 partes de caolín y se muelen homogéneamente.

Para una suspensión, por ejemplo, 25 partes de la materia activa, se pulverizan sobre 73 partes de una tierra



50 silicea y después de añadir 2 partes de naftalensulfonato sódico, el conjunto se muele homogéneamente. A esta mezcla se la añade agua hasta la concentración deseada.

Para obtener una emulsión, por ejemplo 20 partes de materia activa, se disuelven en 75 partes de xileno, 5 partes de sulfonato de éster butílico de ácido ricinoleico. Esta solución se suspende en agua hasta la concentración deseada.

55 Ejemplo

Preparación de O,O-diethyl-O-(2,5-dicloro-4-mercaptofenil)-tio-
nofosfato

a) 2,5-dicloro-4-metilmercapto-fenol

60 Se calientan 455 g. de 2,4,5-tricloro-tioanisol y 370 g. de una solución de hidróxido de sodio a 48% en un litro de metanol en un autoclave durante 6 horas a 160° C. A continuación se filtra, se elimina por destilación el metanol y el residuo se diluye con agua. Después de filtrar sobre carbón y de acidificar con ácido clorhídrico concentrado, se extrae con cloruro de metileno. Después de secar la solución de cloruro de metileno con sulfato de sodio, se elimina el cloruro de metileno por destilación y se obtienen 355 g es decir 85% del rendimiento teórico de 2,5-dicloro-4-metilmercaptofenol de punto de ebullición 0,05 : 110° C. Después de recrystalizar en benceno, el
65 compuesto funde a 110 - 112° C.
70

| | | | | |
|--------------|-------|-------|----------|--------|
| Análisis: Cl | Calc. | 33,9% | Hallado: | 33,8% |
| | S | 15,3% | Hallado: | 15,34% |



b) O,O-dietil-O-(2,5-dicloro-4-metilmercapto-fenil)-
tionofosfato

75

A una mezcla de 209 g. de 2,5-dicloro-4-metilmercaptofenol (1 mol) y 40 g. de hidróxido sódico en 150 ml de agua se añaden gota a gota y lentamente, a 60º C, 188 g de cloruro del ácido dietil-tionofosfórico (1,1 mol).

80

La mezcla de reacción se agita a 60º C durante 3 horas y a continuación se añaden 100 ml. de NaOH 2N. Después del enfriamiento la fase acuosa se separa y se extrae con tolueno. Las fases orgánicas unidas se secan con sulfato sódico. Se obtienen 332 g. es decir 92% del rendimiento teórico de O,O-dietil-O-(2,5-dicloro-4-metilmercapto-fenil)-tionofosfato con un punto de ebullición de 150 - 151º C a 0,001 mm.

85

Análisis: C calc. 36,52% Hallado: 36,60%
Cl calc. 19,32% Hallado: 19,41%

90

Esta solicitud que corresponde a la depositada en Alemania el día 22 de Noviembre de 1966 con el número 8 89 951 se acoge a los beneficios del artículo 51 del Vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión.

R E I V I N D I C A C I O N E S

=====

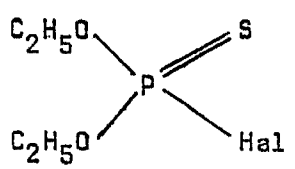
95

1).- Procedimiento para la obtención de insecticida y acaricida que comprende O,O-dietil-O-(2,5-dicloro-4-metilmercapto-fenil)-tionofosfato conjuntamente con vehículos y agentes auxiliares.



100

2).- Procedimiento para la obtención de O,O-distil-
O-(2,5-dicloro-4-metilmercaptofenil)-tionofosfato, caracteri-
zado porque un compuesto cuya fórmula general es la siguiente:



105

en la cual Hal representa un átomo de halógeno, en particular
cloro, o bromo, reacciona con una sal de 2,5-dicloro-4-metil-merca-
captofenol, preferentemente una sal alcalina o amónica, en caso
necesario a temperaturas elevadas.

110

3).- "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE NUEVOS TIO-
NOFOSFATOS Y TIONOFOSFONATOS"

Esta Memoria consta de 6 hojas foliadas y mecanogra-
fiadas por un solo lado de sus caras.

Madrid, 18 de Noviembre de 1967