

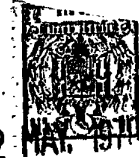
8-11-72

379916

PATENTE DE INVENCION

Lo A 12 229-Sp.

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>A-01</u>
SUBCLASE <u>A</u>



*Memoria Descriptiva*

22

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN MEDIO  
INSECTICIDA.-

*Solicitante:* FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad  
alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

1

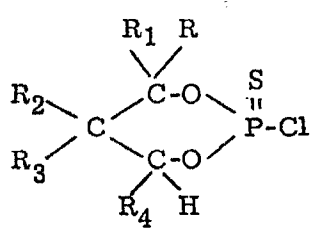
El presente invento se relaciona con la aplicación de derivados de 2-cloro-2-tiono-1, 3, 2-dioxafosforinano como insecticidas.

5

De las Patentes norte-americanas Nos. 3, 270, 093 y 2, 922, 813 ya es conocido que 2-dialquilamino-, respectivamente 2-fluor-2-tiono-1, 3, 2-dioxafosforinanos tienen propiedades insecticidas.

10

Se ha encontrado que derivados de 2-cloro-2-tiono-1, 3, 2-dioxafosforinano de la fórmula general (I)



(I)

15

en la cual

R, R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> representan átomos de hidrógeno y/o grupos alquilo de cadena recta o ramificados con 1 a 4 átomos de carbono, bajo la condición de que por lo menos dos de estos restos R a R<sub>4</sub> son grupos alquilo,

20

poseen una fuerte actividad insecticida.

25

Sorprendentemente, los productos (I) a aplicar según el invento como insecticidas, muestran una eficacia insecticida considerablemente mejor que los 2-dialquilamino-, respectivamente 2-fluor-2-tiono-1, 3, 2-dioxafosforinanos de una constitución

379916



1 análoga y de igual campo de acción. Las sustancias activas según  
 el invento, por consiguiente, representan un verdadero enriquecimien-  
 to de la técnica.

5 Los productos en cuestión están definidos ter-  
 minantemente en forma general por la fórmula (I).

De preferencia, sin embargo, R a R<sub>4</sub> represen-  
 tan átomos de hidrógeno y/o radicales alquilo de cadena recta o ra-  
 mificados con 1 a 3 átomos de carbono, tales como los radicales me-  
 tilo, etilo, n- e iso-propilo.

10 Como ejemplos de las sustancias aplicables -  
 según el invento, sean mencionados en detalle:

2-cloro-2-tiono-4, 4-dimetil-1, 3, 2-dioxafosforinano,

2-cloro-2-tiono-4, 4-dietil-1, 3, 2-dioxafosforinano,

2-cloro-2-tiono-4, 4-dipropil-1, 3, 2-dioxafosforinano,

15 2-cloro-2-tiono-4, 4, 5-trimetil-1, 3, 2-dioxafosforinano,

2-cloro-2-tiono-4, 4-dimetil-5-etil-1, 3, 2-dioxafosforinano,

2-cloro-2-tiono-4, 4-dimetil-5-propil-1, 3, 2-dioxafosforinano,

2-cloro-2-tiono-4, 4-dimetil-5-isopropil-1, 3, 2-dioxafosforinano,

2-cloro-2-tiono-4, 4-dietil-5-metil-1, 3, 2-dioxafosforinano,

20 2-cloro-2-tiono-4, 4-dietil-5-propil-1, 3, 2-dioxafosforinano,

2-cloro-2-tiono-4, 4-dietil-5-iso-propil-1, 3, 2-dioxafosforinano,

2-cloro-2-tiono-4-metil-5-etil-1, 3, 2-dioxafosforinano,

2-cloro-2-tiono-4-metil-5-propil-1, 3, 2-dioxafosforinano,

2-cloro-2-tiono-4-metil-5-iso-propil-1, 3, 2-dioxafosforinano,

25 2-cloro-2-tiono-4, 5, 6-trimetil-1, 3, 2-dioxafosforinano,

379916

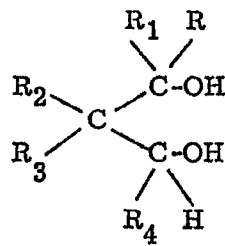
- 1 2-cloro-2-tiono-4, 5, 6-trietil-1, 3, 2-dioxafosforinano,  
2-cloro-2-tiono-5, 5-dimetil-1, 3, 2-dioxafosforinano,  
2-cloro-2-tiono-5, 5-dietil-1, 3, 2-dioxafosforinano,  
2-cloro-2-tiono-5, 5-dipropil-1, 3, 2-dioxafosforinano,  
5 2-cloro-2-tiono-5, 5-dimetil-6-etil-1, 3, 2-dioxafosforinano,  
2-cloro-2-tiono-5, 5-dietil-6-propil-1, 3, 2-dioxafosforinano,  
2-cloro-2-tiono-5, 5-dimetil-6-iso-propil-1, 3, 2-dioxafosforinano  
2-cloro-2-tiono-5, 5, 6-trietil-1, 3, 2-dioxafosforinano,  
2-cloro-2-tiono-5, 5-dietil-6-iso-propil-1, 3, 2-dioxafosforinano,  
10 2-cloro-2-tiono-5-metil-5-etil-1, 3, 2-dioxafosforinano,  
2-cloro-2-tiono-5-etil-5-propil-1, 3, 2-dioxafosforinano, y  
2-cloro-2-tiono-5, 6-dimetil-5-iso-propil-1, 3, 2-dioxafosforinano.

Los productos a aplicar según la presente invención son como tales en parte conocidos de la literatura, por ejemplo,  
15 el 2-cloro-2-tiono-5, 5-dietil-1, 3, 2-dioxafosforinano y el 2-cloro-2-tiono-5-etil-6-propil-1, 3, 2-dioxafosforinano, que según la Patente alemana publicada No. 1.022.597, sirven de productos intermedios para la producción de ésteres neutros. Algunas de las sustancias de acuerdo con la invención aún no fueron descritas; los mismos,  
20 sin embargo, pueden ser obtenidos en forma sencilla según métodos usuales. Así, los productos son obtenidos, por ejemplo, si 1,3-alcanodiolos de la fórmula general (II)

25

379916

1



(II)

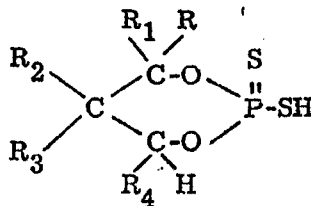


5

en la cual

los símbolos R a R<sub>4</sub> tienen los significados arriba indicados se hacen reaccionar con sulfocloruro de fósforo a temperaturas entre 0° y 120°C en presencia de un disolvente orgánico inerte, tal como benceno o tolueno, y de aceptores de ácidos, por ejemplo, piridina, o bien 2-mercapto-2-tiono-1, 3, 2-dioxafosforinanos de la constitución (III)

10



(III)

15

en la cual los radicales R a R<sub>4</sub> tienen los significados arriba indicados, se hacen reaccionar con cloro en la relación molar de 1 : 1 hasta 1 : 1,5 en presencia de un disolvente orgánico inerte tal como tetracloruro de carbono o tolueno, a temperaturas de -20° a +40°C.

20

En el procedimiento mencionado en primer término, convenientemente se reúnen los componentes de reacción bajo agitación en presencia de un disolvente y de un agente ligador de ácidos, manteniéndose la temperatura de reacción de la mezcla

25

379916

1 por enfriamiento exterior a aproximadamente 40°C. Después de una agitación durante 2 horas a 40°C, se enfria la mezcla de reacción, se la filtra, se lava con agua y, después del secamiento, se efectúa una destilación fraccionada.

5 De acuerdo con el segundo procedimiento, se introduce la cantidad calculada de cloro a la temperatura ambiente en la solución de reacción. Subsiguientemente se libera la mezcla por destilación a 60°C y 4 mm Hg de los componentes volátiles; se recoge el residuo en un disolvente orgánico, por ejemplo, éter, y después del lavado y del secamiento, se elimina el disolvente por destilación.

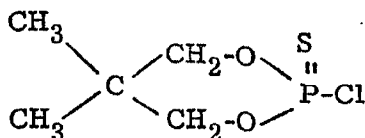


10

Los siguientes nuevos productos a aplicar según la invención, pueden ser producidos por el procedimiento indicado en la Patente alemana publicada No. 1.022.597:

15

1)



20 2-cloro-2-tiono-5,5-dimetil-1,3,2-dioxafosforinano

Rendimiento: 68% de la teoría, P. f. = 85-86°C.

Calculado para C<sub>5</sub>H<sub>10</sub>O<sub>2</sub>ClSP (peso molecular 201):

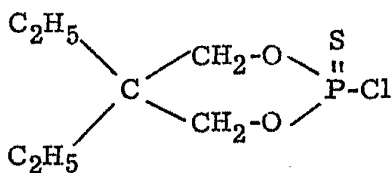
	Cl 17,7%	S 15,9%	P 15,4%
encontrado:	Cl 17,1%	S 15,7%	P 15,3%

25

379916

1

2)



5

2-cloro-2-tiono-5,5-dietil-1,3,2-dioxafosforinano

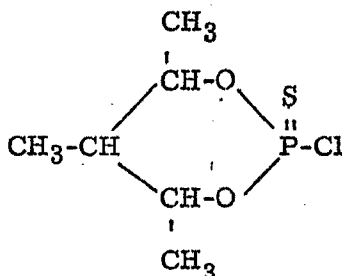
Rendimiento: 74% de la teoría; P. f. = 64°C

Calculado para  $C_7H_{14}O_2ClSP$  (peso molecular 229):

	Cl 15,5%	S 14,0%	P 13,5%
encontrado:	Cl 15,4%	S 13,8%	P 13,7%

10

3)



15

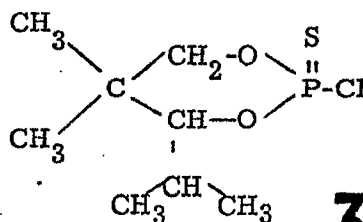
2-cloro-2-tiono-4,5,6-trimetil-1,3,2-dioxafosforinano

Rendimiento: 73% de la teoría; P. e.  $_{10} = 142^\circ C$ ;  $n_D^{22} = 1,5130$ .Calculado para  $C_6H_{12}O_2ClSP$  (peso molecular 215)

	Cl 16,55%	S 14,9%	P 14,5%
encontrado:	Cl 16,5 %	S 14,2%	P 14,7%.

20

4)



25

379916



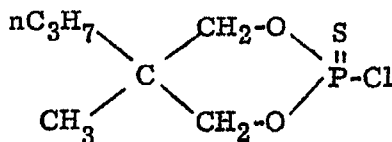
1

Cl 16, 5%      S 14, 9%

encontrado:      Cl 16, 1%      S 15, 0%

7)

5



2-cloro-2-tiono-5-metil-5-n-propil-1, 3, 2-dioxafosforinano,

Rendimiento: 79% de la teoría ; P. e.  $0,01 = 90^{\circ}\text{C}$ ;  $n_{\text{D}}^{24} = 1,5049$ .Calculado para  $\text{C}_7\text{H}_{14}\text{O}_2\text{ClSP}$  (peso molecular 229)

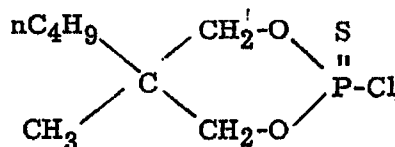
10

Cl 15, 5%      P 13, 5%

encontrado:      Cl 16, 0%      P 13, 6%.

8)

15



2-cloro-2-tiono-5-metil-n-butil-1, 3, 2-dioxafosforinano,

Rendimiento: 71% de la teoría,  $n_{\text{D}}^{22} = 1,5085$ Calculado para  $\text{C}_9\text{H}_{18}\text{O}_2\text{ClSP}$  (peso molecular 257):

20

Cl 13, 8%

encontrado:      Cl 13, 7%.

25

Como ya se ha mencionado arriba, las substancias activas a aplicar según el invento, se distinguen por una eficacia insecticida sobresaliente, teniendo las mismas un efecto muy bueno no solamente sobre insectos chupadores, sino también sobre insectos morde-

379916

1           dores y al mismo tiempo una baja fitotoxicidad. El efecto comienza  
rápidamente y es de una duración prolongada. Gracias a estas pro-  
piedades, las substancias según el invento son aplicadas en la pro-  
tección de las plantas y de provisiones, así como en el campo de la  
5           higiene.



10           A los insectos chupadores pertenecen esencial-  
mente piojuelos o pulgones (Aphidae), tales como el pulgón verde de  
durazneros (*Myzus persicae*), el pulgón negro de habas (*Doralis fabae*),  
el pulgón de avena (*Rhopalosiphum padi.*), el pulgón de arvejas (gui-  
santes) (*Macrosiphum pisi*) y el pulgón de las papas (patatas) (*Macro-*  
*siphum solanifolii*); además, el pulgón de agalla de groselleros  
(*Cryptomyzus Korschelti*), el pulgón harinoso de manzanos (*Sappaphis*  
*mali*), el pulgón harinoso de ciruelos (*Hyalopterus arundinis*) y el  
pulgón negro de cerezos (*Myzus cerasi*); además, cochinillas y pulgo-  
15           nes pegajosos (*Coccina*), por ejemplo la cochinilla de hiedra (*Aspidio-*  
*tus hedera*) y la cochinilla de escudilla (*Lecanium hesperidum*), así  
como el pulgón pegajoso (*Pseudococcus maritimus*); tisanópteros  
(*Thysanoptera*), tales como *Hercinothrips femoralis* y chinches, por  
ejemplo la chinche de remolacha (*Piesma quadrata*), la chinche de al-  
20           godón (*Dysdercus intermedius*), la chinche de cama (*Cimex lectularius*),  
la chinche feroz (*Rhodnius prolixus*) y la chinche de Chagas (*Triatoma*  
*infestans*); además, cigarras, tales como *Euscelis bilobatus* y *Nepho-*  
*tettix bipunctatus*.

25           En cuanto a los insectos mordedores, principal-  
mente han de citarse crugas de mariposas (*Lepidoptera*), tales como,

379916



1 (Blatella germanica), la cucaracha americana (Periplaneta americana),  
 la cucaracha de Madeira (Laucophaea o Rhyparobia madeirae), la cu-  
 caracha oriental (Blatta orientalis) la cucaracha gigante (Blaberus gi-  
 ganteus) y la cucaracha gigante negra (Blaberus fuscus), así como  
 5 Henschoutedenia flexivitta; además, ortópteros por ejemplo el grillo  
 (Acheta domesticus); comejenes, tales como los comejenes de tierra  
 (Reticulitermes flavipes) e himenópteros, tales como las hormigas,  
 por ejemplo la hormiga de pradera (Lasius niger).

Los dípteros comprenden esencialmente las mos-  
 10 cas, tales como la mosca de bagazo de manzanas (Drosophila melano-  
 gaster), la mosca de frutas del Mediterráneo (Ceratitis capitata), la  
 mosca doméstica (Musca domestica), la pequeña mosca doméstica  
 (Fannia canicularis), la mosca brillante (Phormia aegina), la moscar-  
 da (Calliphora erythrocephala), así como el tábano (Stomoxys calci-  
 15 trans); además mosquitos, por ejemplo cénzalos, tales como el mos-  
 quito de la fiebre amarilla (Aedes aegypti), el mosquito doméstico  
 (Culex pipiens) y el mosquito de la malaria (Anopheles stephensi).

A los ácaros (Acari) pertenecen particularmente  
 los ácaros hiladores (Tetranychidae), tales como los ácaros hilado-  
 20 res de habas (Tetranychus telarius = Tetranychus altaeae o Tetrany-  
 chus urticae) y los ácaros hiladores de frutales (Paratetranychus pi-  
 losus = Panonychus ulmi), ácaros de agallas por ejemplo el ácaro  
 de agalla de groselleros (Eriophyes ribis) y tarsonemidos, por ejem-  
 plo el ácaro de las puntas de brotes (Hemitarsonemus latus) y el áca-  
 25 ro de ciclamenes (Tarsonemus pallidus); finalmente, aradores, tales



1 como el arador de cueros (*Ornithodoros moubata*).

En la aplicación contra insectos nocivos para la  
higiene y provisiones, particularmente moscas y mosquitos, los pro-  
ductos del procedimiento se distinguen, además, por un excelente  
5 efecto residual sobre madera y arcilla, así como por una buena re-  
sistencia a álcalis sobre bases encaladas.

Según el fin de su aplicación, las nuevas subs-  
tancias activas pueden ser elaboradas en las formulaciones usuales,  
tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas  
10 y granulados. Estas formulaciones pueden ser preparadas en forma  
conocida, por ejemplo, mezclándose las sustancias activas con di-  
luyentes, vale decir, disolventes líquidos y/o sustancias sólidas  
de vehículo, eventualmente con el empleo de agentes tensioactivos,  
vale decir, emulsivos y/o agentes dispersantes, pudiendo emplear-  
15 se, por ejemplo, en el caso de la utilización del agua como diluyente,  
eventualmente disolventes orgánicos como disolventes auxiliares. En-  
tran en consideración esencialmente, como disolventes líquidos:  
hidrocarburos aromáticos (por ejemplo, xileno, benceno), hidrocar-  
buros aromáticos clorados (por ejemplo, clorobenceno), parafinas  
20 (por ejemplo, fracciones de petróleo), alcoholes (por ejemplo, meta-  
nol, butanol), disolventes fuertemente polares (por ejemplo, dimetil-  
formamida y sulfóxido de dimetilo), así como agua, como sustancias  
sólidas de vehículo: polvos minerales naturales (por ejemplo, caoli-  
nes, arcillas, talco, creta) y polvos minerales sintéticos (por ejem-  
25 plo, ácido silícico altamente disperso, silicatos); como emulsiones:

379916

1 emulsivos no ionógenos y aniónicos, tales como ésteres de polioxieti-  
leno y ácidos grasos, éteres de polioxietileno y alcoholes grasos,  
por ejemplo, éteres alquilarilpoliglicólicos, sulfonatos alquílicos y  
arílicos, como agentes dispersantes: por ejemplo, lignina, lejías  
5 de desecho de sulfito y metilcelulosa.



Las sustancias activas pueden estar presentes en las formulaciones en mezcla con otras sustancias activas cono-  
cidas.

10 Las formulaciones contienen generalmente en-  
tre 0, 1% y 95% en peso de sustancia activa, preferiblemente entre  
0, 5% y 90% en peso. -

Así, los productos pueden ser aplicados también con buen resultado en el procedimiento VUB (volumen ultra-bajo),  
en el cual es posible aplicar hasta 95% y hasta 100% de sustancia  
15 activa sola.

Las concentraciones de las sustancias activas pueden variar dentro de un margen amplio. Por lo general, se apli-  
can concentraciones de 0, 00001% a 20%, preferiblemente de 0, 01%  
a 5%.

20 Las sustancias activas pueden ser aplicadas  
como tales, en forma de sus formulaciones o de las formas de apli-  
cación de ellas preparadas, tales como soluciones listas para el uso,  
concentrados emulsionables, emulsiones, suspensiones, polvos ro-  
ciables, pastas, polvos solubles, preparados de espolvoreo y granu-  
25 lados. La aplicación es efectuada en forma usual, por ejemplo, por

379916

1

riego, rociada, nebulización, gasificación, fumigación, esparcimien-  
to, espolvoreo, etc.

22 MAY 1970

Ejemplo A

22 MAY 1970

Ensayo con *Plutella*

5

Disolvente: 3 partes en peso de acetona,  
emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.

10

Para la producción de una preparación apropiada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de sustancia activa con la cantidad indicada de disolvente que contiene la cantidad indicada de emulsivo, y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

15

La preparación de sustancia activa es pulverizada sobre hojas de repollo (*Brassica oleracea*) hasta su mojadura al estado húmedo de rocío, y sobre las mismas se colocan orugas del arañuelo de las coles (*Plutella maculipennis*).

20

Al cabo del tiempo indicado, se determina el grado de destrucción en %, significando 100% que fueron matadas todas las orugas, mientras que 0% significa que no fué matada ninguna oruga.

Las sustancias activas, sus concentraciones, el tiempo de evaluación y los resultados surgen de la siguiente Tabla 1:

25

379916





1

Ejemplo B

Ensayo con larvas de *Phaedon*.

Disolvente: 3 partes en peso de acetona,

emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.



5

Para la producción de una preparación apropiada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de sustancia activa con la cantidad indicada de disolvente que contiene la cantidad indicada de emulsivo, y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

10

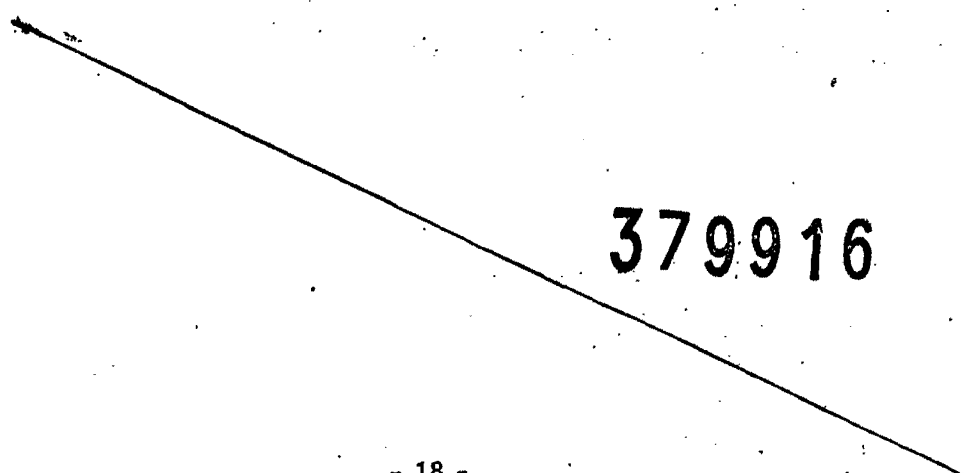
La preparación de sustancia activa es rociada sobre hojas de repollo (*Brassica oleracea*) hasta su mojadura al grado de formación de gotas, y sobre las mismas se colocan larvas de la crisomela de rábanos picantes (*Phaedon cochleariae*).

15

Al cabo del tiempo indicado, se determina el grado de destrucción en %, significando 100% que todas las larvas de crisomela fueron matadas. 0% significa que no fué matada ninguna larva de crisomela.

20

Tabla 2:



379916

25



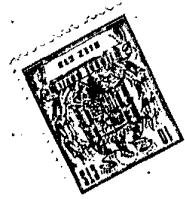
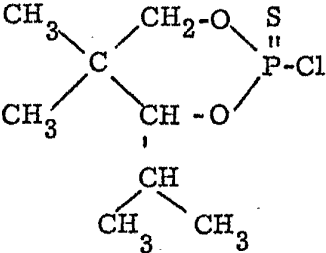
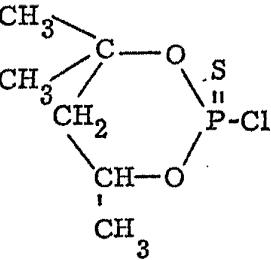
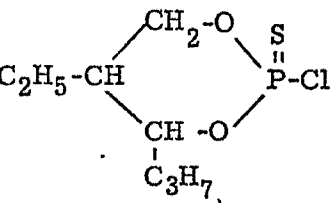
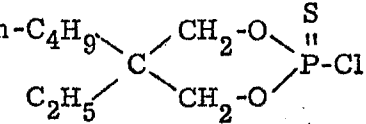


Tabla 2 (continuación)

(Ensayo con larvas de Phaedon)

Substancia activa (constitución)	concentración de la subs. act. en %	grado de destruc- ción en % al cabo de 3 días
	0,1 0,01 0,001	100 100 30
	0,1 0,01	100 100
	0,1 0,01	100 100
	0,1 0,01	100 100

379916

1

Ejemplo C



Ensayo con Myzus

Disolvente: 3 partes en peso de acetona,

emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.

5

Para la producción de una preparación adecuada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de sustancia activa con la cantidad indicada de disolvente que contiene la cantidad indicada de emulsivo, y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

10

La preparación de sustancia activa es pulverizada sobre plantas de repollo (*Brassica oleracea*) fuertemente atacadas por el pulgón de durazneros (*Myzus persicae*), hasta su mojadura al grado de formación de gotas.

15

Al cabo del tiempo indicado, se determina el grado de destrucción en %, significando 100% que fueron matados todos los pulgones, y 0% que no fué matado ningún pulgón.

Las sustancias activas, sus concentraciones, el tiempo de evaluación y los resultados surgen de la siguiente

Tabla 3:

20

379916

25





1

Ejemplo D

Ensayo con Rhopalosiphum (efecto sistemático)

Disolvente: 3 partes en peso de acetona,

emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.



5

Para la producción de una preparación adecuada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso de sustancia activa con la cantidad indicada de disolvente que contiene la cantidad indicada de emulsivo, y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

10

Con la preparación de sustancia activa se riegan plantas de avena (*Avena sativa*) fuertemente atacadas por el pulgón de avena (*Rhopalosiphum padi*), de tal modo que la preparación de sustancia activa penetra en el suelo sin humedecer las hojas de las plantas de avena. La sustancia activa es absorbida por las plantas de avena desde el suelo y así llega a las hojas atacadas.

15

Al cabo del tiempo indicado, se determina el grado de destrucción en %, significando 100% que fueron matados todos los pulgones, y 0% que no fué matado ningún pulgón.

20

Las sustancias, sus concentraciones, el tiempo de evaluación y los resultados surgen de la siguiente Tabla 4:

379916

25

TABLA 4

Ensayo con Rhopalosiphum - efecto sistemático



Substancia activa (constitución)	concentración de la subs. act. en %	grado de des- trucción en % al cabo de 4 días
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_2\text{-O} \\  \diagdown \quad / \\  \text{C} \\  / \quad \diagdown \\  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_2\text{-O}  \end{array}  \begin{array}{c}  \text{S} \\  \parallel \\  \text{P-N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2  \end{array}  $ <p>(conocida)</p>	0,1	0
$  \begin{array}{c}  \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{CH}_2\text{-O} \\  \diagdown \quad / \\  \text{C} \\  / \quad \diagdown \\  \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{CH}_2\text{-O}  \end{array}  \begin{array}{c}  \text{S} \\  \parallel \\  \text{P-F}  \end{array}  $ <p>(conocida)</p>	0,1 0,01	95 0
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_2\text{-O} \\  \diagdown \quad / \\  \text{C} \\  / \quad \diagdown \\  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_2\text{-O}  \end{array}  \begin{array}{c}  \text{S} \\  \parallel \\  \text{P-Cl}  \end{array}  $	0,1 0,01	100 100
$  \begin{array}{c}  \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{CH}_2\text{-O} \\  \diagdown \quad / \\  \text{C} \\  / \quad \diagdown \\  \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{CH}_2\text{-O}  \end{array}  \begin{array}{c}  \text{S} \\  \parallel \\  \text{P-Cl}  \end{array}  $	0,1 0,01	100 70
$  \begin{array}{c}  \text{nC}_3\text{H}_7 \quad \text{CH}_2\text{-O} \\  \diagdown \quad / \\  \text{C} \\  / \quad \diagdown \\  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_2\text{-O}  \end{array}  \begin{array}{c}  \text{S} \\  \parallel \\  \text{P-Cl}  \end{array}  $	0,1	100

379916

Tabla 4 (continuación)



Ensayo con Rhopalosiphum - efecto sistemático

Substancia activa (constitución)	concentración de la subs. act. en %	grado de destruc- ción en % al cabo de 4 días
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \\    \\  \text{CH-O} \quad \text{S} \\  \diagup \quad \diagdown \\  \text{CH}_3\text{-CH} \quad \text{P-Cl} \\  \diagdown \quad \diagup \\  \text{CH-O} \\    \\  \text{CH}_3  \end{array}  $	0,1	100
	0,01	100
	0,001	40
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_2\text{-O} \quad \text{S} \\  \diagdown \quad \diagup \\  \text{C} \quad \text{CH-O} \quad \text{P-Cl} \\  \diagup \quad \diagdown \\  \text{CH}_3 \quad \text{CH} \quad \text{O} \\    \\  \text{CH} \\  \diagup \quad \diagdown \\  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3  \end{array}  $	0,1	100
	0,01	100

379916

1

Ejemplo E

Ensayo con *Tetranychus*.

Disolvente: 3 partes en peso de acetona,

emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.



5

Para la producción de una preparación adecuada de substancia activa, se mezcla 1 parte en peso de substancia activa con la cantidad indicada de disolvente que contiene la cantidad indicada de emulsivo, y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

10

La preparación de substancia activa es rociada sobre plantas de habichuela (*Phaseolus vulgaris*) de una altura de aproximadamente 10 a 30 cm, hasta su mojadura al grado de formación de gotas. Las plantas de habichuela están fuertemente atacadas por ácaros hiladores comunes en todos sus estados de desarrollo (*Tetranychus urticae*).

15

Al cabo del tiempo indicado, se determina la eficacia de la preparación de substancia activa, contándose los insectos muertos. El grado de destrucción es expresado, en %, 100% significa que fueron matados todos los ácaros hiladores, 0% significa que no fué matado ningún ácaro hilador.

20

Las substancias activas, sus concentraciones, el tiempo de evaluación y los resultados surgen de la siguiente Tabla 5:

25

379916

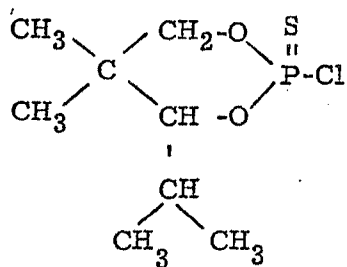


Tabla 5 (continuación)

Ensayo con Tetranychus

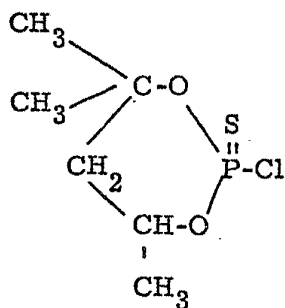


Substancia activa (constitución)	concentración de la substan- cia activa en %	grado de destruc- ción en % al cabo de 48 horas
-------------------------------------	--	---



0,1

95



0,1

99

379916

379916



1

Ejemplo F

Ensayo de  $DL_{100}$  (dosis letal)

Insectos de ensayo: gorgojos

Disolvente: acetona

5

2 partes en peso de sustancia activa son recogidas en 1000 partes en volumen de disolvente. La solución obtenida es diluída con la cantidad de disolvente ulterior necesaria para las concentraciones deseadas.

10

Mediante una pipeta, se colocan 2, 5 ml de solución de sustancia activa en una placa de Petri. Sobre el fondo de la placa de Petri se encuentra un papel filtrante de un diámetro de aproximadamente 9, 5 cm. La placa de Petri permanece abierta, hasta que el disolvente se haya evaporado totalmente. Según la concentración de la solución de sustancia activa, resulta distinta la cantidad de sustancia activa por metro cuadrado de papel filtrante. Subsiguientemente se meten unos 25 insectos de ensayo en la placa de Petri y se la cubre con una tapa de vidrio.

15

Al cabo de 3 días a contar del comienzo del ensayo, se examina el estado de los insectos de ensayo. Se determina la destrucción en %.

20

Las sustancias activas, sus concentraciones y los resultados surgen de la siguiente Tabla 6:

379916

25





1

Ejemplo G

Ensayo de  $Dl_{100}$  (dosis letal)

Insectos de ensayo: Larvas del dermesto (*Dermestes peruvianus*).

Disolvente: acetona

5

2 partes en peso de sustancia activa son recogidas en 1000 partes en volumen de disolvente. La solución obtenida es diluída con la cantidad de disolvente ulterior necesaria para las concentraciones deseadas.

10

Mediante una pipeta, se colocan 2, 5 ml de solución de sustancia activa en una placa de Petri. Sobre el fondo de la placa de Petri se encuentra un papel filtrante de un diámetro de aproximadamente 9, 5 cm. La placa de Petri permanece abierta, hasta que el disolvente se haya evaporado totalmente. Según la concentración de la solución de sustancia activa, resulta distinta la cantidad de sustancia activa por metro cuadrado de papel filtrante. Subsiguientemente se meten unos 25 insectos de ensayo en la placa de Petri y se la cubre con una tapa de vidrio.

15

20

Al cabo de 3 días a contar del comienzo del ensayo, se examina el estado de los insectos de ensayo. Se determina la destrucción en %.

Las sustancias activas, sus concentraciones y los resultados surgen de la siguiente Tabla 7:

25

379916

TABLA 7

Ensayo de DL<sub>100</sub> / Dermestes peruvianus



Substancia activa (constitución)	concentración de la substan- cia activa en %	destrucción en %
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_2\text{-O} \quad \text{S} \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \parallel \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{P-N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \\  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_2\text{-O}  \end{array}  $ <p>(conocida)</p>	0,2	0
$  \begin{array}{c}  \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{CH}_2\text{-O} \quad \text{S} \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \parallel \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{P-F} \\  \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{CH}_3\text{-O}  \end{array}  $ <p>(conocida)</p>	0,2 0,04 0,008	100 100 60
$  \begin{array}{c}  \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{CH}_2\text{-O} \quad \text{S} \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \parallel \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{P-Cl} \\  \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{CH}_2\text{-O}  \end{array}  $	0,2 0,04 0,008 0,0016	100 100 100 0
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \quad \text{CH-O} \quad \text{S} \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \parallel \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{P-Cl} \\  \text{CH}_3\text{-CH} \\  \quad \quad \quad \text{CH-O} \\  \text{CH}_3  \end{array}  $	0,2 0,04 0,008 0,0016 0,00032	100 100 100 100 0

379916

379916



Tabla 7 (continuación)

Ensayo de DL<sub>100</sub> / Dermestes peruvianus

Substancia activa	concentración de la substancia activa en %	destrucción en %
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_2\text{-O} \quad \text{S} \\  \diagup \quad \diagdown \\  \text{C}_2\text{H}_5\text{-CH} \quad \text{P}=\text{Cl} \\  \diagdown \quad \diagup \\  \text{CH} \quad \text{O} \\    \\  \text{C}_3\text{H}_7  \end{array}  $	0,2	100
	0,04	100
	0,008	100
	0,0016	40
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_2\text{-O} \quad \text{S} \\  \diagdown \quad \diagup \quad \diagdown \\  \text{C} \quad \quad \quad \text{P}=\text{Cl} \\  \diagup \quad \diagdown \quad \diagup \\  \text{CH}_3 \quad \text{CH} \quad \text{O} \\    \\  \text{CH} \\  / \quad \backslash \\  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3  \end{array}  $	0,2	100
	0,04	100
	0,008	100
	0,0016	100
	0,00032	80

379916

1

Ejemplo H



Ensayo de  $DL_{100}$  (dosis letal)

Insectos de ensayo: grillo (*Acheta domesticus*)

Disolvente: acetona

5

2 partes en peso de substancia activa son recogidas en 1000 partes en volumen de disolvente. La solución obtenida es diluída con la cantidad de disolvente ulterior necesaria para las concentraciones deseadas.

10

Mediante una pipeta, se colocan 2,5 ml de solución de substancia activa en una placa de Petri. Sobre el fondo de la placa de Petri se encuentra un papel filtrante de un diámetro de aproximadamente 9,5 cm. La placa de Petri permanece abierta, hasta que el disolvente se haya evaporado totalmente. Según la concentración de la solución de substancia activa, resulta distinta la cantidad de substancia activa por metro cuadrado de papel filtrante. Subsiguientemente se meten unos 25 insectos de ensayo en la placa de Petri y se la cubre con una tapa de vidrio.

15

20

Al cabo de 3 días a contar del comienzo del ensayo, se examina el estado de los insectos de ensayo. Se determina la destrucción en %.

Las substancias activas, sus concentraciones y los resultados surgen de la siguiente Tabla 8:

25

**379916**

TABLA 8

(Ensayo de DL<sub>100</sub> / Acheta domesticus)



Substancia activa (constitución)	concentración de la substan- cia activa en %	destrucción en %
$  \begin{array}{c}  \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{CH}_2\text{-O} \quad \text{S} \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \parallel \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{P-F} \\  \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{CH}_2\text{-O}  \end{array}  $ (conocida)	0,2	100
	0,04	100
	0,008	100
	0,0016	80
	0,00032	60
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_2\text{-O} \quad \text{S} \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \parallel \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{P-N(C}_2\text{H}_5)_2 \\  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_2\text{-O}  \end{array}  $ (conocida)	0,2	0
$  \begin{array}{c}  \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{CH}_2\text{-O} \quad \text{S} \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \parallel \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{P-Cl} \\  \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{CH}_2\text{-O}  \end{array}  $	0,2	100
	0,04	100
	0,008	100
	0,0016	100
	0,00032	100
	0,000064	20
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \quad \text{CH-O} \quad \text{S} \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \parallel \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{P-Cl} \\  \text{CH}_3\text{-CH} \quad \text{CH-O} \\  \quad \quad \quad \quad \quad \quad \text{CH}_3  \end{array}  $	0,2	100
	0,04	100
	0,008	100
	0,0016	100
	0,00032	100
	0,000064	0

379916



1

Ejemplo I

Ensayo de DL<sub>100</sub>

Insectos de ensayo: cucaracha oriental (*Blatta orientalis*)

Disolvente: acetona.

5

2 partes en peso de sustancia activa son recogidas en 1000 partes en volumen de disolvente. La solución obtenida es diluída con la cantidad de disolvente ulterior necesaria para las concentraciones deseadas.

10

Mediante una pipeta, se colocan 2,5 ml de solución de sustancia activa en una placa de Petri. Sobre el fondo de la placa de Petri se encuentra un papel filtrante de un diámetro de aproximadamente 9,5 cm. La placa de Petri permanece abierta, hasta que el disolvente se haya evaporado totalmente. Según la concentración de la solución de sustancia activa, resulta distinta la cantidad de sustancia activa por metro cuadrado de papel filtrante. Subsiguientemente se meten unos 25 insectos de ensayo en la placa de Petri y se la cubre con una tapa de vidrio.

15

20

Al cabo de 3 días a contar del comienzo del ensayo, se examina el estado de los insectos de ensayo. Se determina la destrucción en %.

Las sustancias activas, sus concentraciones y los resultados surgen de la siguiente Tabla 9:

25

**379916**

379916

TABLA 9

(Ensayo de DL<sub>100</sub> / Blatta orientalis)



Substancia activa (constitución)	concentración de la substan- cia activa en %	destrucción en %
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_2\text{-O} \quad \text{S} \\  \diagdown \quad \diagup \quad \parallel \\  \text{C} \quad \text{P-N(C}_2\text{H}_5)_2 \\  \diagup \quad \diagdown \\  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_2\text{-O}  \end{array}  $ <p>(conocida)</p>	0,2	20
$  \begin{array}{c}  \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{CH}_2\text{-O} \quad \text{S} \\  \diagdown \quad \diagup \quad \parallel \\  \text{C} \quad \text{P-F} \\  \diagup \quad \diagdown \\  \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{CH}_2\text{-O}  \end{array}  $ <p>(conocida)</p>	0,2 0,04 0,008 0,0016	100 100 20 0
$  \begin{array}{c}  \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{CH}_2\text{-O} \quad \text{S} \\  \diagdown \quad \diagup \quad \parallel \\  \text{C} \quad \text{P-Cl} \\  \diagup \quad \diagdown \\  \text{C}_2\text{H}_5 \quad \text{CH}_2\text{-O}  \end{array}  $	0,2 0,04 0,008 0,0016 0,00032	100 100 80 80 0
$  \begin{array}{c}  \text{n-C}_3\text{H}_7 \quad \text{CH}_2\text{-O} \quad \text{S} \\  \diagdown \quad \diagup \quad \parallel \\  \text{C} \quad \text{P-Cl} \\  \diagup \quad \diagdown \\  \text{CH}_3 \quad \text{CH}_2\text{-O}  \end{array}  $	0,2 0,04 0,008 0,0016	100 100 100 0
$  \begin{array}{c}  \text{CH}_3 \quad \text{CH-O} \quad \text{S} \\  \diagdown \quad \diagup \quad \parallel \\  \text{CH}_3\text{-CH} \quad \text{P-Cl} \\  \diagup \quad \diagdown \\  \text{CH}_3 \quad \text{CH-O}  \end{array}  $	0,2 0,04 0,008 0,0016 0,00032	100 100 100 100 0

379916



Ejemplo K

1 Ensayo de TL<sub>100</sub> (tiempo letal) para dípteros.

Insectos de ensayo: Mosca doméstica (*Musca domestica*)

Disolvente: acetona

5 2 partes en peso de substancia activa son reco-  
gidas en 1000 partes en volumen de disolvente. La solución obtenida  
es diluída con la cantidad de disolvente ulterior necesaria para las  
concentraciones deseadas.

10 Mediante una pipeta, se colocan 2,5 ml de solu-  
ción de substancia activa en una placa de Petri. Sobre el fondo de la  
placa de Petri se encuentra un papel filtrante de un diámetro de apro-  
ximadamente 9,5 cm. La placa de Petri permanece abierta, hasta  
que el disolvente se haya evaporado totalmente. Según la concentra-  
15 ción de la solución de substancia activa, resulta distinta la cantidad  
de substancia activa por metro cuadrado de papel filtrante. Subs-  
iguientemente se meten unos 25 insectos de ensayo en la placa de Pe-  
tri y se la cubre con una tapa de vidrio.

20 Al cabo de 3 días a contar del comienzo del en-  
sayo, se examina el estado de los insectos de ensayo. Se determina  
la destrucción en %.

Las substancias activas, sus concentraciones  
y los resultados surgen de la siguiente Tabla 10:

379916



Tabla 10 (continuación)



(Ensayo de TL<sub>100</sub> para dípteros Musca domestica)

Substancia activa (constitución)	concentración de la substan- cia activa en %	TL <sub>100</sub>
<chem>CCOP(=S)(Cl)C(C)CC</chem>	0,2	60'
	0,04	105'
	0,008	180'
	0,0016	4 <sup>h</sup>
	0,00032	8 <sup>h</sup> = 50%
<chem>CC(C)C(C)OP(=S)(Cl)C(C)C</chem>	0,2	180'
	0,04	5 <sup>h</sup>
	0,008	8 <sup>h</sup>
	0,0016	8 <sup>h</sup>

379916

1

Ejemplo L



Ensayo de  $DL_{100}$  (dosis letal)

Insectos de ensayo: larvas del coleóptero de Khapra (*Trogoderma granarium*)

5

Disolvente: acetona

2 partes en peso de sustancia activa son recogidas en 1000 partes en volumen de disolvente. La solución obtenida es diluída con la cantidad de disolvente ulterior necesaria para las concentraciones deseadas.

10

Mediante una pipeta, se colocan 2,5 ml de solución de sustancia activa en una placa de Petri. Sobre el fondo de la placa de Petri se encuentra un papel filtrante de un diámetro de aproximadamente 9,5 cm. La placa de Petri permanece abierta, hasta que el disolvente se haya evaporado totalmente. Según la concentración de la solución de sustancia activa, resulta distinta la cantidad de sustancia activa por metro cuadrado de papel filtrante. Subsiguientemente se meten unos 25 insectos de ensayo en la placa de Petri y se la cubre con una tapa de vidrio.

15

20

Al cabo de 3 días a contar del comienzo del ensayo, se examina el estado de los insectos de ensayo. Se determina la destrucción en %.

Las sustancias activas, sus concentraciones y los resultados surgen de la siguiente Tabla 11:

25

**379916**

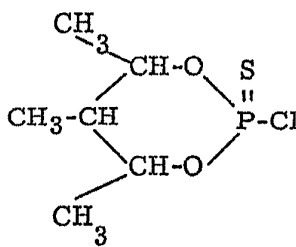
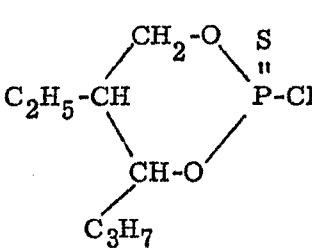
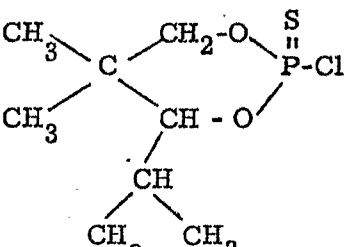




001172

Tabla 11 (continuación)

(Ensayo de DL<sub>100</sub> / *Trogoderma granarium*)

Substancia activa (constitución)	concentración de la subst. activa en %	destrucción en %
	0,2	100
	0,04	100
	0,008	100
	0,0016	20
	0,2	100
	0,04	100
	0,008	80
	0,0016	0
	0,2	100
	0,04	100
	0,008	100
	0,0016	60

379916



NOTA

Descrita suficientemente la naturaleza del 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 Alemania con fecha y número siguientes:

5 .

23 de mayo de 1969, nº P 19 26 565.7; acogiéndose por lo 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:

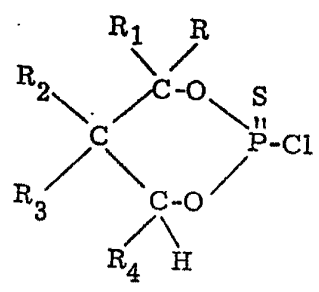
10.

Procedimiento para la preparación de un medio insecticida; caracterizándose por lo siguiente:

15.

1.- Procedimiento para la preparación de un medio insecticida, a base de derivados de 2-cloro-2-tiono-1,3,2-dioxafosforinano, caracterizado porque dichos derivados de fórmula

20.



379916





- en la cual R, R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> representan átomos de hidrógeno y/o grupos alquilo de cadena recta o ramificados con 1 a 4 átomos de carbono, bajo la condición de que por lo menos dos de estos radicales son grupos alquilo, se mezclan con disolventes líquidos que contienen un material tensioactivo ó con materiales de carga sólidos e inertes, en caso dado, contienen un material tensioactivo, empleándose 0,1 - 95 partes en peso de material activo por 99,9 - 5 partes en peso de materiales auxiliares.
- 5.
- 10.

- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como disolventes se emplean aromatos, aromatos clorados, parafinas, alcoholes, aminas ó derivados amínicos como materiales de carga sólidos, las molturaciones de minerales naturales ó molturaciones de minerales sintéticos y como materiales tensioactivos emulsionadores no ionógenos ó aniónicos ó lignina desliviaciones sulfíticas ó celulosa metilica.
- 15.
- 20.

3.- Procedimiento para la preparación de un medio insecticida; tal y como queda descrito sustancialmente en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 46 hojas escritas a máquina por una sola cara.

25.

Madrid, 22 MAY. 1970

FABRIK FÜR FARBE UND ANTIKORROSIONEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MÓDOL  
a. m. Firmador E. Hernández Ruiz

379916