



PATENTE DE INVENCION

Ref: Case No. 24.399-I/B.

Clasificación: <i>ADIN</i>

411565

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COMPOSICIONES PLAGUICIDAS GRANULADAS QUE TIENEN PROLONGADA ACTIVIDAD PLAGUICIDA, Y REDUCIDA FITOTOXICIDAD.

Solicitante: AMERICAN CYANAMID COMPANY, entidad norteamericana, residente en Berdan Avenue, Township of Wayne, Estado de New Jersey, EE.UU. de A.

La presente invención se relaciona con un procedimiento para la producción de plaguicidas granuladas que tienen prolongada actividad plaguicida, y reducida fitotoxicidad, siendo conveniente en su manipulación debido a que su olor es sorprendentemente inobje-

5.

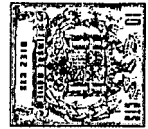


table.

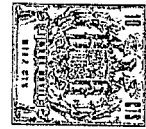
Entre los productos agrícola que se pueden proteger se encuentran: maíz, sorgo, cebollas, cacahuete, algodón, patatas, remolacha azucarera, arroz y otros cereales.

5. Entre las plagas más importantes se encuentran Diabrotica longicornis (say), Diabrotica undecimpunctata howardi (Barber) y Diabrotica virgifera (Le Conte). También son de importancia Hylemya brassicae; Hylemya cilicrura; Hylemya antigua; Tetanoos myopaeformis; Meromyza americana;
10. Hylemya floralis; Melanotus cribulosus o fissilis; Melanotus oregonensis (Le Conte); Horistonotus uhlerii, Agriotes mancus; Eleodes suturalis; Limonius subauratus (Le Conte); Limonius infuscatus; Limonius canus; Limonius californicus; Psila rosae; Popillia japonica; Agonoderus lecontei; Mave-tiola destructor; Lissorhoptrus oryzophilus; y Phyllophaga rugosa.
- 15.

- Con anterioridad, se controlaban comúnmente estas plagas mediante hidrocarburos clorados. Sin embargo, con el uso continuado y repetido de estos pesticidas, muchas de las
20. pestes identificadas más arriba han desarrollado una resistencia a estos hidrocarburos clorados, y resulta ahora evidente que el nivel deseado de control ya no es obtenible con dichos compuestos utilizados a regímenes de aplicación aceptables. Además, debido a que ciertos hidrocarburos clorados no son fá-
25. cilmente biodegenerables, han persistido en el suelo durante muchos meses, o aún años, más allá de su periodo útil deseado, habiéndose convertido en lo que muchos consideran como un serio problema de contaminación. Teniendo en cuenta lo expues-
30. to más arriba, resulta evidente que sería especialmente ventajoso poder encontrar un compuesto que (1) proporcionara un



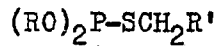
5. control eficaz de las plagas que viven en el suelo, como las descritas más arriba, durante la época de plantación y crecimiento de las plantas económicamente importantes mencionadas más arriba, y (2) que degenerará después de haber servido para su finalidad de proteger a dichas plantas contra el ataque de las etapas de desarrollo postembrionario de Dípteros y Coleópteros que residen en el suelo.
10. Puesto que los compuestos de la presente invención se describen como agentes insecticidas, estos pueden proveer una prolongada protección de las plantas contra los estragos de Coleoptera y Diptera que pasan por lo menos una parte de su ciclo de vida en el suelo y/o atacan semillas plantadas o el sistema de raíces de plantas en crecimiento. Hasta el presente no se había apreciado que de todos los compuestos descritos, solamente el fosforoditiato de O,O-dietil-S-(ter-butiltio)metilo y fosforoditiato de O,O-dietil S-[(1,1-dimetilpropil)-tio]metilo eran únicos en su clase, puesto que manifiestan una prolongada actividad residual en el suelo contra las etapas de desarrollo postembrionario de Coleópteros y Dípteros, que habitan en el suelo.
15. La comprobación de la actividad única de los compuestos de la presente invención, resulta sorprendente si se tiene en cuenta el hecho de que preeminentes expertos en el campo de los insecticidas a base de fósforo, tales como el Dr. Gerhard Schrader y el Dr. Elton Clark, se apartan de la presente invención al sugerir (1) que los compuestos de Walter Lorenz, y otros, (patente norteamericana N.º. 2.759.010, concedida el 14 de agosto de 1956), son de 10 a 20 veces más activos como aficidas que sus compuestos relacionados, superiores C₄-C₄ alquilos (afidavit de Gerhard Schrader en la tra-
- 20.
- 25.
- 30.



mitación de la patente norteamericana Nº. 2.759.010), y (2) que los homólogos de alquilo superior de la estructura:

S

"



5.

donde R' es C₃-C₁₂, son menos activos como insecticidas sistémicos contra *Tetranychus urticae*, que los compuestos en los cuales R' es C₂H₅ [Elton L. Clark, y otros, Journal of Agricultural and Food Chemistry 3(10): 834-836 (1955)].

10.

Resulta sorprendente comprobar que los compuestos de la presente invención pueden ser aplicados al suelo aproximadamente en el momento de la plantación, y que protegen plantas tales como maíz, patatas, algodón, colza, cebolla, sorgo, cacahuete, remolacha azucarera, arroz y otros cereales, contra el ataque de las etapas de desarrollo postembrionario de

15.

Coleópteros y Dípteros durante la época de crecimiento. Estos compuestos son particularmente útiles debido a su prolongada

eficacia residual en el suelo contra gusanos de las raíces del maíz, larvas de escarabajo, cresas y larvas, siendo todas plagas económicamente importantes que se encuentran en

20.

las plantas mencionadas más arriba.

El uso del compuesto, fosforoditioato de O,O-dietil S-(terc-butil-tio)metilo, tiene también la ventaja adicional, sobre el uso del compuesto comercial fosforoditioato de O,O-

25.

dietil S-(etiltiommetilo), como el mencionado más arriba

fosforoditioato de O,O-dietil S-[(1,1-dimetilpropil)tio]-

metilo, de que tiene un olor que es marcadamente menos objetable que cualquiera de dichos compuestos. Esta comprobación es especialmente importante debido a que se reducen sustan-

30.

cialmente los problemas de olor que se encuentran en la pro-



ducción, manipulación y uso del producto.

5. De acuerdo con la presente invención, se ha comprobado que aproximadamente 0,56 a 11,1 kg/Ha, del compuesto activo aplicado como aplicación ampliamente dispersada, ó 0,336 a 3,36 kg/Ha que se aplica en el surco o como una banda sobre las hileras plantadas, provee excelente protección para las semillas plantadas y las plantaciones durante la época de crecimiento.

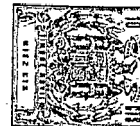
10. Ventajosamente, los compuestos de la presente invención fosforoditoato de 0,0-dietil S-(terc-butyl-tio)metilo y fosforoditioato de 0,0-dietil S-[(1,1-dimetilpropil)tio]-metilo, son fácilmente formulables para el uso con aplicadores de tipo convencional. Se puede preparar estos compuestos como polvos, concentrados de polvo, líquidos emulsionables, polvos humectables, y similares. Puesto que en su forma técnica son líquidos, se pueden aplicar también a un volumen ultrajado.

15. Se describe más adelante las composiciones granuladas y su método de fabricación, así como sus ventajas.

20. Se pueden preparar polvos impregnando un vehículo sólido con aproximadamente 1 a 25 % en peso del material activo. En general se utiliza aproximadamente 75 a 99 % en peso del vehículo sólido inerte, tal como caolín, cáscara de coco, salvado de tusas de maíz, cáscara de nuez de nogal, lignocelulosa, attapulguita, tierra de diatomeas, piedra pomez, talco, o similar.

25. Se producen concentrados en polvo de la misma manera, con la excepción de que se emplea aproximadamente 25 a 95 % del ingrediente activo. El diluyente, según se ha mencionado más arriba, constituye en general el resto de la for-

30.



mulación. Se puede utilizar otros aditivos, tales como agentes de adherencia o desactivadores, en una cantidad comprendida aproximadamente entre 1 y 20 % en peso, para evitar problemas de estabilidad.

5. Se pueden preparar concentrados emulsionables mezclando aproximadamente 25 a 95 % en peso del material activo con un emulsionante, de preferencia un agente no iónico tal como dodecilmencensulfonato de calcio. Por lo general se emplea aproximadamente 2 a 10 % del emulsionante. Cuando así sea conveniente, se puede agregar también un solvente orgánico inerte tal como xileno o naftas aromáticas pesadas tales como Panasol AN-2, Esso HAN, o similares, que contienen aproximadamente 60 a 100 % de aromáticos y que tienen un peso específico comprendido entre 0,88 y 1,5 a 15,5°C.
- 10.
15. Se preparan polvos humectables aproximadamente en la misma manera que los concentrados de polvo, con la excepción de que se mezcla con el polvo aproximadamente 1 a 5 % en peso de un agente dispersante tal como lignin sulfonato de sodio o una sal monocálcica de un ácido alquilarilsulfónico polimerizado y en general se agrega también aproximadamente 1 a 5 % de un surfactante tal como un concentrado de ácido naftalen sulfónico, aceite de origen vegetal polioxietylado o alquifenoxipolioxietilenetanol.
- 20.
25. Las composiciones plaguicidas granuladas de la presente invención se caracterizan como partículas granuladas sorbentes o no sorbentes que llevan sobre las mismas entre 1 y 25 % en peso de un compuesto elegido del grupo que consiste en fosforoditioato de O,O-dietil S-(terc-butiltio)-metilo y fosforoditioato de O,O-dietil S-(1,1-dimetilpropil)-tio/metilo.
- 30.



- Estas composiciones ofrecen la inesperada ventaja de una prolongada actividad residual contra las etapas de desarrollo postembriónico de Coleópteros y Dípteros que habitan en el suelo. Dicha actividad prolongada provee una protección inesperadamente eficaz de las plantaciones contra los estragos de dichas plagas.
- 5.
- En el caso de los gránulos de fosforoditioato de 0,0-dietil S-(terc-butiltio)-metilo, existe otra ventaja inesperada que reside en la eliminación del olor desagradable que caracteriza los granulados plaguicidas estrictamente relacionados, lo cual es una ventaja sustancial para el usuario del plaguicida, como así también para los dedicados a la fabricación de dichos granulados, según se describirá en detalle más adelante.
- 10.
- Otra ventaja significativa de los gránulos de fosforoditioato de 0,0-dietil S-(terc-butiltio)-metilo reside en su inesperadamente baja toxicidad que permite la incorporación de la formulación granuladas al lugar de las plantaciones, por ejemplo incorporando los gránulos a los surcos que reciben las semillas en el momento de la plantación.
- 15.
- 20.
- Según se demuestra en los ejemplos comparativos 9 a 12, se pueden proteger, en esta manera, plantaciones tales como las de plantas de cacahuetes, plantas de algodón y remolacha azucarera. De una manera similar se pueden proteger plantaciones de maíz, arroz, patatas y coles. Se puede observar también que provee un control marcadamente superior de infectaciones de cresas de las raíces en suelo alcalino y un mayor rendimiento de las plantaciones con respecto a los granulados comerciales de fosforoditioato de 0,0-dietil S-(etil-tiometilo).
- 25.
- 30.



- El procedimiento para la producción de las formulaciones granuladas, que tienen prolongada actividad plaguicida y reducida fitotoxicidad, se caracteriza porque comprende las etapas de: a) hacer reaccionar ácido 0,0-dietilditiofosfórico con una cantidad molar igual de formaldehído acuoso y un compuesto elegido entre 1,1-dimetilpropil mercaptan y terc-butil mercaptan durante un periodo entre 1 y 8 horas, a una temperatura entre 35 y 65°C; b) se aísla el producto deseado separando la capa orgánica y lavando dicha capa orgánica con una solución acuosa de hidróxido de amonio, de sodio o de potasio; y c) se aplica el producto deseado, obtenido de la etapa anterior, sobre partículas granuladas sorbentes o no sorbentes, en una cantidad de aproximadamente entre 1 y 25% en peso. Las partículas granuladas sorbentes o no sorbentes se eligen entre diatomitas granuladas, arcilla tal como caolín, o attapulguita, tucas de maíz molidas, arena, piedra caliza molida, sílice, carbón activado y otros. Cuando se emplea vehículos no sorbentes, se puede humedecer la superficie de las partículas con el material activo y recubrirlas entonces con arcilla, talco, harina de cáscara de nuez de nogal, u otro material inerte, finamente molido. Se puede agregar también un agente aglomerante o de adherencia para asegurar la adherencia del material activo a las partículas.
5. 10. 15. 20.

En el caso de vehículos sorbentes, tales como arcillas, se tratan las partículas de arcilla con un desactivador poliol, tal como un glicol alquilénico, glicol dietilénico, glicol propilénico, glicol trietilénico, glicol polietilénico, y similares. Se emplea aproximadamente 1 a 20 % en peso del desactivador para evitar problemas de estabilidad.

30. Para ilustrar la presente invención se dará los si-



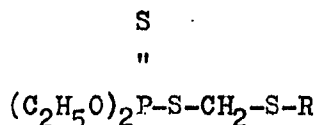
güentes ejemplos principalmente a título ilustrativo. Detalles específicos o enumeraciones contenidos en los mismos, no deberán ser interpretados como limitaciones de la presente invención, con excepción de lo que se especifica en las reivindicaciones que se acompaña. Todas las partes y porcentajes son en peso, a menos que se indique específicamente lo contrario.

EJEMPLO 1

Control de Diabrotica undecimpunctata howardi (Barber)
ensayo básico

Se preparan compuestos como polvos sobre arcilla de attapulguita o talco. Se disuelven los compuestos en acetona y se obtienen regímenes apropiados mediante dilución en serie. Se pipeta 1,25 ml de solución sobre un volumen normalizado de polvo en tarros de 28,35 g, y se deja evaporar la acetona. En el tarro se agregan 25 ml de tierra húmeda y aproximadamente 200 semillas de mijo, se tapa, y se mezclan íntimamente los contenidos. Se dispone entonces en cada tarro 10 larvas del segundo estado de Diabrotica undecimpunctata. Se realiza recuentos de mortandad después de 6 días y se determina el porcentaje corregido de mortandad. Los datos así obtenidos se indican en la tabla I.

De acuerdo con estos datos se puede ver que los homólogos butilo terciario, amilo terciario, e isopropilo, de compuestos que tienen la estructura:



son aproximadamente diez veces más activos que los compuestos estrechamente relacionados incluidos en este ensayo. Los



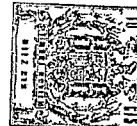
EJEMPLO 2

Ensayo de toxicidad residual del compuesto en el suelo

5. Se preparan compuestos bajo la forma de soluciones de acetona. Se obtienen regímenes descendentes mediante dilución en serie de modo que 1 ml contiene la cantidad necesaria de compuesto. Se distribuye 1 ml de la solución sobre 0,946 lt de tierra altamente orgánica de pradera en un vaso de acero inoxidable y se mezcla entonces íntimamente en un mezclador mecánico durante un periodo de tiempo uniforme. La tierra así tratada se divide entonces entre dos vasos de papel de boca ancha de 0,946 lt. Se retiran entonces dos tarros de 28,35 g de la tierra así tratada para bicanálisis con larvas de Diabrotica undecimpunctata de acuerdo con descrito en el ejemplo 1. En un cuarto de temperatura constante se disponen los vasos de 0,946 lt de tierra tratada y dos vasos de 0,946 lt de tierra no tratada. A cada vaso de tierra se agrega 100 ml de agua, llevando así el nivel de humedad hasta casi su capacidad total. Se deja entonces secar la tierra. Se agrega agua a intervalos aproximadamente semanales para obtener humedecimiento y secado alternos durante todo el periodo de ensayo. A intervalos bisemanales se retira un vaso de tierra de cada tratamiento y uno de control, se mezcla íntimamente, retirando de esta mezcla dos tarros de 28,35 g para bioanálisis con larvas de Diabrotica undecimpunctata.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.

Se acompaña una tabla que indica los resultados de toxicidad inicial y duración de la toxicidad residual para las larvas de Diabrotica undecimpunctata.

30. Bajo la expresión "tierra de pradera" debe entenderse aquí una loma de sedimento de Littleton que tiene un pH de



6,7 y que contiene aproximadamente 5,0 % de materia orgánica, 25 % de arena, 36 % de sedimento y 20 % de arcilla.

5.

Los datos en la tabla II indican una clara superioridad del fosforoditioato de O,O-dietil S-(terc-butiltio)-metilo y del fosforoditioato de O,O-dietil S-(1,1-dimetilpropil)-tio7-metilo con respecto a compuestos relacionados, para controlar Diabrotica undecimpunctata en tierra de pradera durante un periodo prolongado de tiempo. Resulta evidente la naturaleza crítica del grupo alquilo terciario en la molécula.

10.

También ha sido informado por el aplicador que la formulación de fosforoditioato de O,O-dietil S-(terc-butiltio)-metilo tiene un olor considerablemente menos objetable que cualquiera de las otras formulaciones incluidas en estos ensayos.

15.

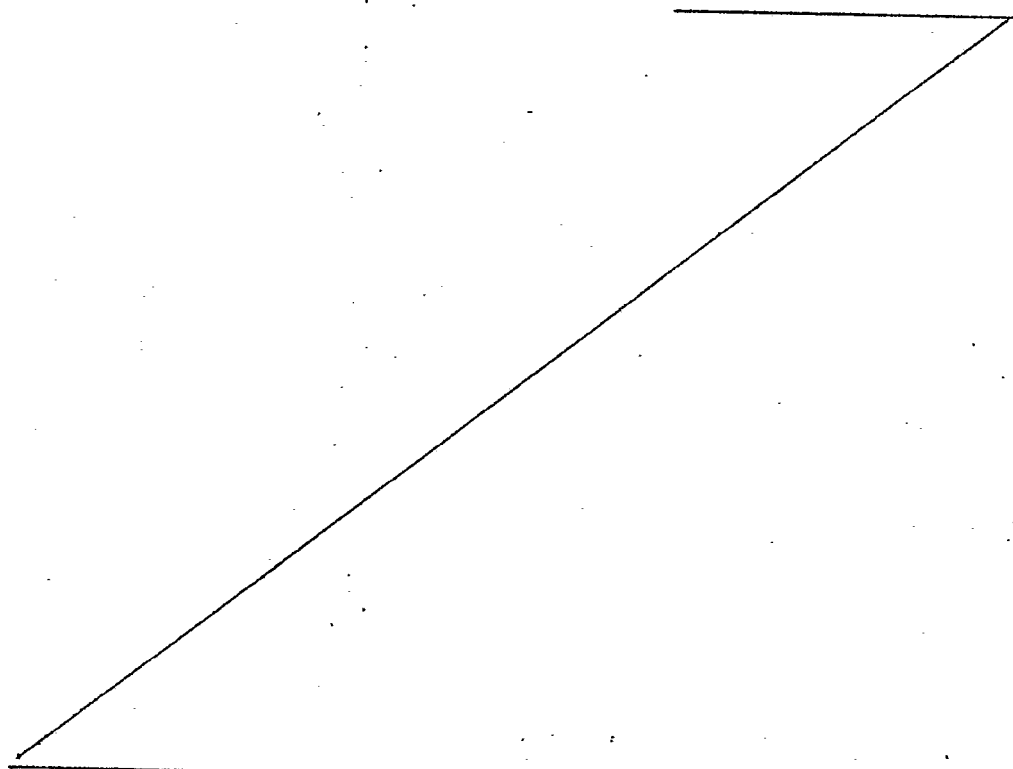




TABLA II

Control residual de Diabrotica undecimpunctata con diversas sustancias químicas

Compuesto	Residual de tierra de pradera											
	1, 12 kg/Ha						3, 36 kg/Ha					
	Tiempo de muestreo (semanas)						Tiempo de muestreo (semanas)					
$(C_2H_5O)_2P-S-CH_2-S-R$	0	2	4	6	8	10	0	2	4	6	8	10
	100	30	0	0	0	-	100	100	70	100	100	70
Etilo I	100	0	0	0	-	-	100	100	70	100	100	70
Etilo II	100	0	0	0	-	-	100	100	70	100	100	70
n-Propilo	100	10	0	0	-	-	100	100	0	100	100	0
i-Propilo	70	10	0	0	-	-	100	100	75	100	100	75
n-Butilo	90	0	0	0	-	-	100	100	0	100	100	0
i-Butilo	100	0	0	0	-	-	100	100	0	100	100	0
Sec-Butilo	100	0	0	0	-	-	100	100	100	100	100	100
terc-Butilo I	100	100	30	40	0	-	100	100	100	100	100	100
terc-Butilo II	100	100	90	70	0	0	100	100	100	100	100	100
i-Amilo	100	0	0	0	-	-	100	100	90	100	100	90
terc-Amilo	100	100	100	0	0	-	100	100	100	100	100	100
n-Hexilo	0	0	0	0	-	-	40	0	0	0	0	-
terc-Hexilo	100	70	60	0	0	-	100	100	100	100	100	100
terc-Octilo	0	0	0	0	0	-	60	70	0	0	0	0
terc-Dodecilo	0	0	0	0	0	-	0	0	0	0	0	0

I = 1, 12, 3, 36 y 5, 6 kg/Ha (equivalente de difusión amplia)

II = 1, 12, 3, 36 y 5, 6 kg/Ha (equivalente de difusión amplia)

Regímenes kg/Ha = equivalente difusión amplia.

Indicador como control de porcentaje

Compuesto	Residual de tierra de pradera											
	1, 12 kg/Ha						3, 36 kg/Ha					
	Tiempo de muestreo (semanas)						Tiempo de muestreo (semanas)					
$(C_2H_5O)_2P-S-CH_2-S-R$	0	2	4	6	8	10	0	2	4	6	8	10
	100	30	0	0	0	-	100	100	100	100	100	100
Etilo I	100	0	0	0	-	-	100	100	100	100	100	100
Etilo II	100	0	0	0	-	-	100	100	100	100	100	100
n-Propilo	100	10	0	0	-	-	100	100	90	40	-	-
i-Propilo	70	10	0	0	-	-	100	100	100	90	39	-
n-Butilo	90	0	0	0	-	-	100	100	0	0	-	-
i-Butilo	100	0	0	0	-	-	100	100	0	0	-	-
Sec-Butilo	100	0	0	0	-	-	100	100	100	100	100	0
terc-Butilo I	100	100	30	40	0	-	100	100	100	100	100	100
terc-Butilo II	100	100	90	70	0	0	100	100	100	100	100	100
i-Amilo	100	0	0	0	-	-	100	100	100	100	95	90
terc-Amilo	100	100	100	0	0	-	100	100	100	100	100	100
n-Hexilo	0	0	0	0	-	-	70	30	-	-	-	-
terc-Hexilo	100	70	60	0	0	-	100	100	100	100	100	100
terc-Octilo	0	0	0	0	0	-	100	90	0	0	-	-
terc-Dodecilo	0	0	0	0	0	-	0	0	0	0	-	-

411565

TABLA II

Control residual de Diabrotica undecimpunctata con diversas sustancias químicas

Compuesto	Residual de tierra de pradera									
	S (C ₂ H ₅ O) ₂ P-S-CH ₂ -S-R	1,12 kg/Ha					3,36 kg/Ha			No. (g)
		Tiempo de muestreo (semanas)						Tiempo de muestreo		
R =	0	2	4	6	8	10	0	2	4	
Etilo I	100	30	0	0	0	-	100	100	70	40
Etilo II	100	0	0	-	-	-	100	100	70	25
n-Propilo	100	10	0	0	-	-	100	100	0	0
i-Propilo	70	10	0	0	-	-	100	100	75	40
n-Butilo	90	0	0	-	-	-	100	0	0	-
i-Butilo	100	0	0	-	-	-	100	90	0	0
Sec-Butilo	100	0	0	-	-	-	100	100	100	100
terc-Butilo I	100	100	30	40	0	-	100	100	100	100
terc-Butilo II	100	100	90	70	0	0	100	100	100	100
i-Amilo	100	0	0	-	-	-	100	100	90	80
terc-Amilo	100	100	100	0	0	-	100	100	100	100
n-Hexilo	0	0	-	-	-	-	40	0	-	-
terc-Hexilo	100	70	60	0	0	-	100	100	100	100
terc-Octilo	0	0	0	0	-	-	60	70	0	0
terc-Dodecilo	0	0	-	-	-	-	0	0	-	-

I = 1,12, 3,36 y 5,6 kg/Ha (equivalente de difusión amplia)

II = 1,12, 3,36 y 5,6 kg/Ha (equivalente de difusión amplia)

Regímenes kg/Ha = equivalente difusión amplia.

**POOR
QUALITY**



EJEMPLO 3

Control de Diabrotica undecimpunctata

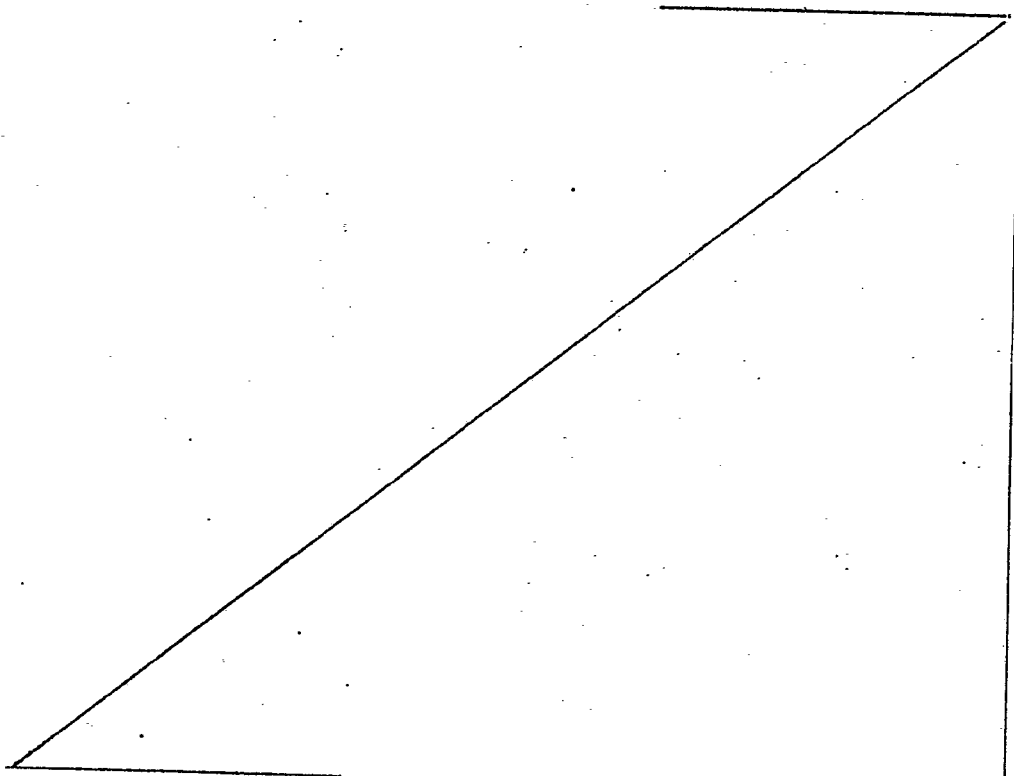
5. Se llenan tiestos de material plástico de un diámetro de 19,7 cm en la parte superior y de una profundidad de 20,3 cm hasta una distancia de 6,35 cm de la parte superior, con tierra para tiestos. Sobre la tierra para tiestos se dispone una capa de 2,54 cm de tierra, altamente orgánica, de pradera. En el centro de la superficie de la tierra se traza un círculo de un diámetro de 7,62 cm. Se distribuye uniformemente el compuesto sobre una banda de un diámetro de 6,35 mm alrededor de la circunferencia del círculo. En el centro del círculo se disponen tres semillas de maíz de campo y encima se dispone una capa de 2,54 cm de tierra de pradera. Se llevan entonces los tiestos al invernadero y se riegan. Se
10. reducen las plantas jóvenes de maíz a una por tiesto. Cuando el maíz tiene una altura de 15,2 a 25,4 cm, se cultiva levemente el suelo superficial en cada tiesto y se disponen entonces, alrededor de cada planta, 10 larvas de Diabrotica undecimpunctata. 7 a 10 días más tarde se determina la magnitud de los caños en el maíz por las larvas de Diabrotica undecimpunctata. Se retiran cuidadosamente las plantas de maíz supervivientes sin perturbar el área tratada y se plantan tres semillas de maíz. Se sigue este procedimiento a intervalos hasta el término del periodo de ensayo. Al término
15. de cada periodo de ensayo se examinan las plantas y se clasifican de acuerdo con un sistema de clasificación que se indica más adelante.
- 20.
- 25.

30. Los datos indicados en la tabla III demuestran una marcada mejora del control de Diabrotica undecimpunctata a través de un prolongado periodo utilizando los compuestos de

411565



- butilo terciario y amilo terciario. Estos datos demuestran también que los compuestos de la presente invención proveen protección para el maíz, contra daños por Diabrotica undecimpunctata, durante aproximadamente 24 semanas, mientras que el compuesto etilado pierde su capacidad de protección en aproximadamente 10 semanas o menos. En la práctica, este fenómeno es de sustancial importancia debido a que la mayoría de las variedades de maíz de campo no alcanzan la madurez hasta aproximadamente 13 a 17 semanas después de la plantación y, por lo tanto, el compuesto etilado no provee protección apropiada para las plantas de maíz que están madurando. Puesto que las plantas maduras son altas, pesadamente cargadas y expuestas a caerse cuando los sistemas de raíces están severamente dañados, resulta esencial la protección del sistema de raíces durante toda la época de crecimiento.
- 5.
- 10.
- 15.



411565

TABLA III

Control residual de Diabrotica undecimpunctata determinado por lo

Estructura	Régimen/Tiempo	Clasificación del d			
		Fecha de infestación			
		12/23	1/12	2/16	
S (C ₂ H ₅ O) ₂ P-S-CH ₂ -S-R R =		I - II	I - II	I - II	
Etilo	15 mg	0 - 0	0 - 0	0 - 0	
terc-Butilo	15 mg	0 - 0	0 - 0	0 - 0	
terc-Amilo	15 mg	0 - 0	0 - 0	0 - 0	
Testigo	Sin tratamiento	3 - 3	3 - 3	3 - 3	

(1) Sistema de Clasificación

- 0 - Sin daños - No quedan Diabrotica undecimpunctata vivas.
- 1 - Leve daño - No quedan Diabrotica undecimpunctata vivas
- 2 - Moderado daño - Quedan Diabrotica undecimpunctata vivas
- 3 - Severos daños - Quedan Diabrotica undecimpunctata vivas

POOR QUALITY

411565

daños a las raíces del maíz

Maíz (1)				
Maíz Diabrotica undecimpunctata				
3/15	4/12	5/5	6/9	
I - II	I - II	1 - II	I - II	I - II
3 - 0	3 - 3	-	-	-
0 - 0	0 - 0	0 - 0	1 - 1	
0 - 0	0 - 0	0 - 0	1 - 1	
3 - 3	3 - 3	3 - 3	3 - 3	

411565

TABLA III

Control residual de Diabrotica undecimpunctata determinado por lo

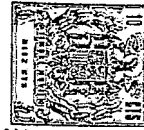
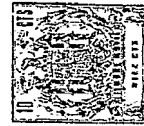
Estructura S " (C ₂ H ₅ O) ₂ P-S-CH ₂ -S-R R =	Régimen/Tiesto	Clasificación del d		
		Fecha de infestación		
		12/23	1/12	2/16
		I - II	I - II	I - II
Etilo	15 mg	0 - 0	0 - 0	0 - 0
<u>terc</u> -Butilo	15 mg	0 - 0	0 - 0	0 - 0
<u>terc</u> -Amilo	15 mg	0 - 0	0 - 0	0 - 0
Testigo	Sin tratamiento	3 - 3	3 - 3	3 - 3

daño
ño al
coñ de
3/1
I -
3 -
0 -
0 -
3 -

(1) Sistema de Clasificación

- 0 - Sin daños - No quedan Diabrotica undecimpunctata vivas
- 1 - Leve daño - No quedan Diabrotica undecimpunctata vivas
- 2 - Moderado daño - Quedan Diabrotica undecimpunctata vivas
- 3 - Severos daños - Quedan Diabrotica undecimpunctata vivas

**POOR
QUALITY**



411565

daños a las raíces del maíz

no. del maíz (1)

con *Diabrotica undecimpunctata*

3/15	4/12	5/5	6/9
I - II	I - II	I - II	I - II
3 - 0	3 - 3	-	-
0 - 0	0 - 0	0 - 0	1 - 1
0 - 0	0 - 0	0 - 0	1 - 1
3 - 3	3 - 3	3 - 3	3 - 3



Control de Diabrotica virgifera del maíz

5. Se permite que se descongele tierra congelada, naturalmente infestada con huevos de Diabrotica virgifera del maíz hasta la temperatura ambiente. Se llenan tiestos plásticos de un diámetro de 19,7 cm hasta una distancia de 6,35 cm de la parte superior. Se traza un círculo de un diámetro de 7,62 cm en el centro de la superficie del suelo. Se aplican compuestos sobre la circunferencia del círculo en una banda de 6,35 mm. Se dispone encima aproximadamente 5,08 cm de tierra infestada. Se llevan entonces los tiestos al invernadero y se riegan de acuerdo con lo necesario para buenas condiciones de crecimiento. Cuando el maíz tiene una altura de 7,62 a 10,2 cm, se reduce a una sola planta por tiesto. En cada
- 10.
15. tratamiento se dispone de cuatro réplicas y siete testigos no tratados. Siete semanas después del tratamiento y plantación, se retiran las plantas de maíz del suelo y se examina las raíces con respecto a daños. Más adelante se dan los datos así obtenidos, en que se registra los daños de acuerdo con la cantidad de plantas que tienen daño severo, moderado, leve o ninguno. De acuerdo con los datos de la tabla IV, se puede ver que el fosforoditioato de O,O-dietil S-(terc-butiltio)-metilo es marcadamente superior para el control de Diabrotica virgifera cuando se le compara con el compuesto comercial fosforoditioato de O,O-dietil S-(etiltilmetilo) al mismo régimen. El aplicador informa también que el olor de este último compuesto es considerablemente más objetable que su homólogo terc-butilo.
- 20.
- 25.

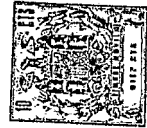


TABLA IV

411565

Control de Diabrotica virgifera con formulaciones granuladas

- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

Compuesto	Régimen/ Tiesto	Daños a las raíces (7 semanas)			
		Número de plantas			
R =	Ingrediente activo	Severo	Moderado	Leve	Nada
(C ₂ H ₅ O) ₂ P-S-CH ₂ -S-R					
Testigo		5	2	0	0
terc-Butilo 15G	15 mg	0	0	0	4
Etilo 15G	15 mg	0	0	1	3

15G = 15 % formulación granulada

EJEMPLO 5

Ensayo residual de suelo con Diabrotica undecimpunctata

Se preparan los compuestos bajo la forma de soluciones al 65 % en acetona. Se pipeta 1 ml de la solución de la concentración necesaria sobre 0,946 lt de tierra para tiestos en un vaso de acero inoxidable que tiene un volumen de aproximadamente 3,785 lt. Se tapa el vaso y se le dispone sobre un mezclador mecánico para mezclado completo. Se divide el suelo, así tratado, entre cuatro vasos de papel de 236 ml, de boca ancha, se humedece con 100 ml de agua y se dispone en un cuarto de temperatura constante. Se deja secar el suelo y se le agrega entonces agua para obtener un régimen de humedecimiento y secado alternativos de la tierra durante toda la duración del periodo de ensayo. A intervalos se retira suelo del vaso, se mezcla completamente, y se bioanaliza con larvas de Diabrotica undecimpunctata.

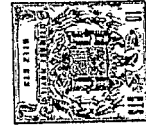


De cada tratamiento se retiran dos tarros de 28,35 g de tierra, se mezclan semillas de mijo, y se agregan 10 larvas de Diabrotica undecimpunctata. Después de 6 días en un cuarto de temperatura constante, se realizan recuentos de las larvas y se convierte a porcentaje corregido de mortandad.

La naturaleza crítica del éster 0,0-dietílico de los compuestos de ensayo queda demostrada por la superioridad del fosforoditioato de 0,0-dietil S-(terc-butiltio)-metilo con respecto a los homólogos 0,0-dimetilo y 0,0-diisopropilo de dichos compuestos.

TABLA V
Control de Diabrotica undecimpunctata

Compuesto	Régimen por 0,946 lt de suelo	% mortandad corregida de Diabrotica undecimpunctata				
		Semanas después del tratamiento				
		0	1	2	3	6
$\begin{array}{c} \text{S} \qquad \text{CH}_3 \\ \parallel \qquad \\ (\text{CH}_3\text{O})_2\text{P}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	10 mg	100	100	84	0	-
	6 mg	100	33	-	-	-
	3 mg	84	0	-	-	-
$\begin{array}{c} \text{S} \qquad \text{CH}_3 \\ \parallel \qquad \\ [(\text{CH}_3)_2\text{CHO}]_2\text{P}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	10 mg	100	83	79	0	-
	6 mg	100	0	-	-	-
	3 mg	95	0	-	-	-
$\begin{array}{c} \text{S} \qquad \text{CH}_3 \\ \parallel \qquad \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	6 mg	100	100	100	100	100
	3 mg	100	100	100	100	100
	1 mg	100	100	100	90	70



EJEMPLO 1565

Control de Diabrotica virgifera - Ensayos en el campo

5. Se aplican tratamientos de hileras con gránulos a través de un aplicador de 17,8 cm montado sobre la plantadora delante de la rueda prensadora. Se comienza a plantar entre 8 de mayo y 13 de mayo.

Se aplican tratamientos de surcos retirando el aplicador y dejando que los gránulos fluyan desde el tubo de suministro directamente al surco de siembra.

10. Para cada tratamiento se emplean dos hileras de una longitud de 15,2 m, y se duplican en cada campo.

15. Las parcelas están dispuestas sobre tierra de loma de sedimento, con un pH de aproximadamente 6,6, 20 % de arcilla y aproximadamente 3 % de materia orgánica. Los niveles de fosfato y potasa son apropiados, pero se agregan 45,3 kg de nitrógeno durante la preparación del lecho de siembra.

20. La labranza de primavera consiste en pasar el arado, discos y rastra antes de plantar. Se controla la maleza con una aplicación anterior a su brote de atrazina Ramrod (una composición herbicida). Se cultivan una vez las parcelas.

En estos ensayos se emplean dos variedades diferentes de maíz de campo: (1) Kt 657, y (2) Pioneer 3306.

25. El 10 de Junio se encuentran por primera vez gusanos sobre las raíces del maíz. En la primera semana de Julio se encuentra una población máxima de 40 a 50 gusanos por planta. Están presente una media de 10 o más gusanos por planta desde aproximadamente el 20 de Junio hasta el 20 de Julio, produciéndose así daños a tres y a veces cuatro nudos de raíces.

30. El método de evaluación es el siguiente.



De cada parcela se retiran 10 raíces, se lavan para eliminar la tierra y se examinan con respecto a daños por Diabrotica virgifera. Se clasifica la condición de las raíces de acuerdo con las siguientes categorías de daños:

5. 0 = no hay daños aparentes
1 = algo de daño por alimentación pero no hay podadura severa
2 = un poco de podadura de la raíz pero menos del equivalente de un nudo podado o severamente dañado
3 = por lo menos un nudo pero menos de dos nudos severamente podados
10. 4 = dos a tres nudos podados
5 = tres o más nudos podados.

15. Estudios de correlación de años anteriores indican que las plantas con clasificaciones de tres o más están expuestas a caída y reducción de rendimiento. Por consiguiente, la tabulación de "clasificación de raíces de tres o peor indica la aceptabilidad práctica de un tratamiento. Datos reales de productividad y daños se tomaron mas adelante en la temporada.

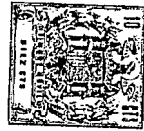
20. Se realizan clasificaciones de daños a las raíces durante las dos últimas semanas de julio.

25. Para detectar pequeñas diferencias entre buenos tratamientos, se registra también la cantidad de radículas dañadas en cada raíz. Para estos cálculos se utiliza un término medio de 40 radículas sobre tres nudos.

En las tablas VI y VII se indican recuentos de maíz en pie. Las tablas VIII, IX, X y XI demuestran las evaluaciones de daños a las raíces de ambas parcelas.

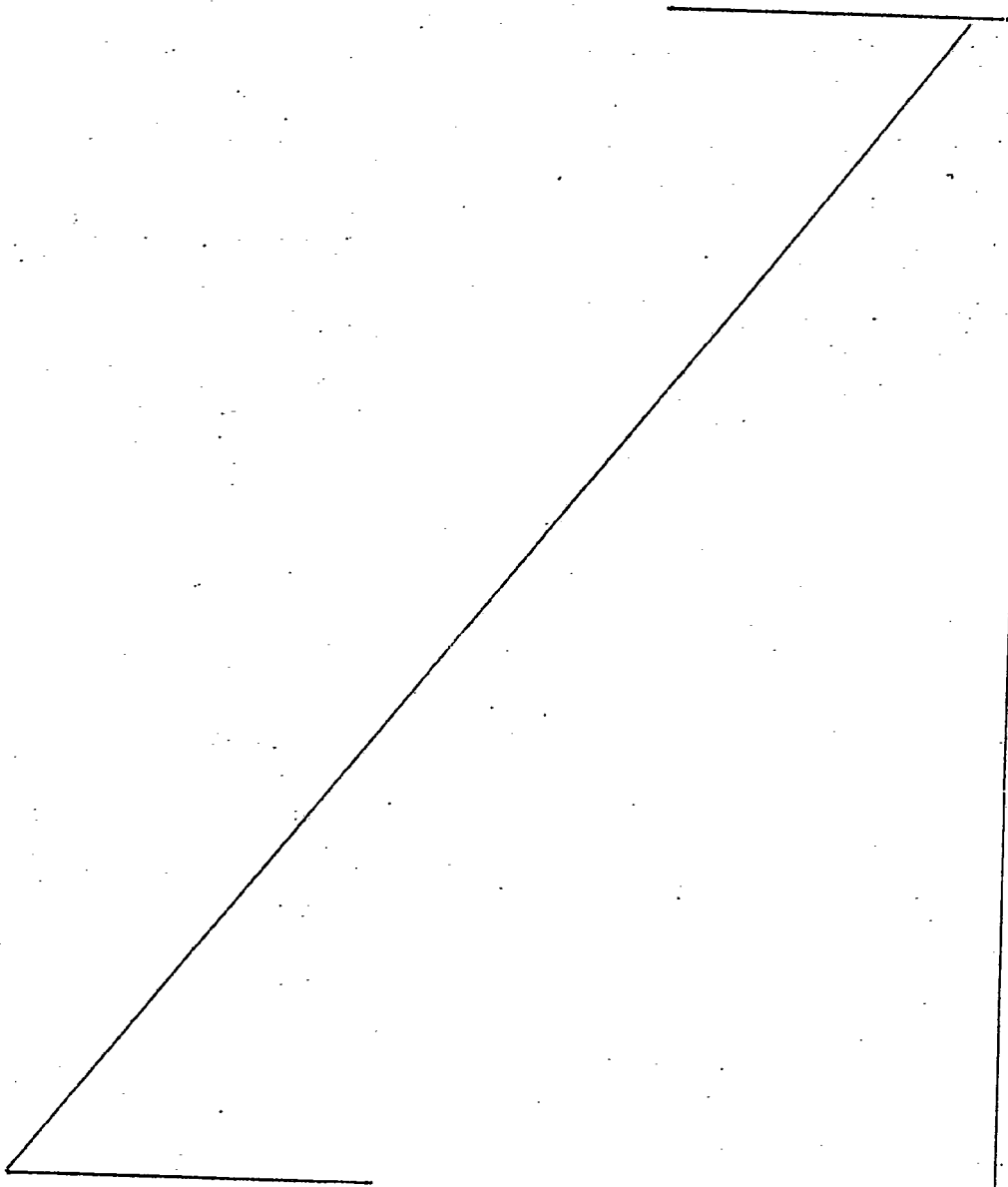
30. Por los datos de las tablas VI a XI se puede apreciar la marcada superioridad del fosforoditioato de 0,0-dietil

411565



5.

S-(terc-butiltio)-metilo con respecto al fosforoditioato de O,O-dietil S-(etiltiometilo) cuando se utiliza en el campo para controlar Diabrotica virgifera. El aplicador informa también un olor notable y considerablemente menos objetable que emana de la formulación de fosforoditioato de O,O-dietil S-(terc-butiltio)-metilo en comparación con la formulación de fosforoditioato de O,O-dietil S-(etiltiometilo).



411565



TABLA VI

Recuentos de plantas en pie (Maíz)
Control de Diabrotica virgata

Compuesto	Tratamiento	Dosis kg/Ha	Método de aplicación
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \text{CH}_3 \\ \\ \text{P-S-CH}_2\text{-S-O-CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda
	2,5 % G	0,28	surco
	5 % G	0,56	banda
	5 % G	0,56	surco
	10 % G	1,12	banda
	10 % G	1,12	surco
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \text{CH}_3 \\ \\ \text{P-S-CH}_2\text{-S-O-C}_2\text{H}_5 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda
	2,5 % G	0,28	surco
	5 % G	0,56	banda
	5 % G	0,56	surco
	10 % G	1,12	banda
	15 % G	1,12	banda
Testigo	-	-	-

G = Gránulos

POOR QUALITY

de campo kt 657)
ara

Plantas de maíz/hilera de 12,2 m		
I	II	Término medio
40	40	40
41	39	40
43	41	42
40	38	39
42	41	41,5
41	42	41,5
40	42	41
42	41	41,5
42	41	41,5
41	40	41,5
41	39	40
40	40	40
41	40	40,5
39	42	40,5

411565

TABLA VI
Recuentos de plantas en pie (Maíz)
Control de Diabrotica virgata

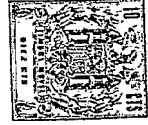
Compuesto	Tratamiento	Dosis kg/Ha	Método de aplicación
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda
	2,5 % G	0,28	surco
	5 % G	0,56	banda
	5 % G	0,56	surco
	10 % G	1,12	banda
	10 % G	1,12	surco
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda
	2,5 % G	0,28	surco
	5 % G	0,56	banda
	5 % G	0,56	surco
	10 % G	1,12	banda
	10 % G	1,12	surco
	15 % G	1,12	banda
Testigo	-	-	-

G = Gránulos

**POOR
QUALITY**



411565



de campo kt 657)

maíz
era

irca

Plantas de maíz/hilera de 12,2 m

I	II	Término medio
40	40	40
41	39	40
43	41	42
40	38	39
42	41	41,5
41	42	41,5
40	42	41
42	41	41,5
42	41	41,5
41	40	41,5
41	39	40
40	40	40
41	40	40,5
39	42	40,5

le
ora

411565

TABLA VII

Recuentos de plantas en pie

Control de Diabrotica

Compuesto	Tratamiento	Dosis kg/Ha	Método de aplicación
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{S} \\ \\ \text{P} \\ \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P-S-CH}_2\text{-S-C-CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda
	2,5 % G	0,28	surco
	5 % G	0,56	banda
	5 % G	0,56	surco
	10 % G	1,12	banda
	10 % G	1,12	surco
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ \text{P} \\ \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P-S-CH}_2\text{-S-C}_2\text{H}_5 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda
	2,5 % G	0,28	surco
	5 % G	0,56	banda
	5 % G	0,56	surco
	10 % G	1,12	banda
	10 % G	1,12	surco
Testigo	-	-	-

G = Gránulos

POOR QUALITY

411565

(Maíz de campo Pioneer 3306)

virgífera

Plantas de maíz/hilera de 12,2 m		
I	II	Término medio
45	43	44
45	40	43
43	43	43
43	44	44
45	43	44
43	46	45
45	42	44
45	41	43
44	44	44
45	45	45
44	44	44
43	43	43
44	45	45
45	44	45

411565

TABLA VII
 Recuentos de plantas en pie
 Control de Diabrotica

(Maí
 virg

Compuesto	Tratamiento	Dosis kg/Ha	Método de aplicación	P
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{S}-\underset{\text{CH}_3}{\text{C}}-\text{CH}_3 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda	
	2,5 % G	0,28	surco	
	5 % G	0,56	banda	
	5 % G	0,56	surco	
	10 % G	1,12	banda	
	10 % G	1,12	surco	
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda	
	2,5 % G	0,28	surco	
	5 % G	0,56	banda	
	5 % G	0,56	surco	
	10 % G	1,12	banda	
	10 % G	1,12	surco	
	15 % G	1,12	banda	
Testigo	-	-	-	

G = Gránulos

POOR
 QUALITY



411565

I
de
pie
tica
(Maíz de campo Pioneer 3306)
virgifera

de ción	Plantas de maíz/hilera de 12.2 m		
	I	II	Término medio
	45	43	44
	45	40	43
	43	43	43
	43	44	44
	45	43	44
	43	46	45
	45	42	44
	45	41	43
	44	44	44
	45	45	45
	44	44	44
	43	43	43
	44	45	45
	45	44	45

411565

TABLA VIII

Clasificaciones de daños a las
raíces de Diabrotica vi

Compuesto	Tratamiento	Dosis kg/Ha	Método de aplicación
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{S} \\ \\ \text{(C}_2\text{H}_5\text{O)}_2\text{P-S-CH}_2\text{-S-C-CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda
	2,5 % G	0,28	surco
	5 % G	0,56	banda
	5 % G	0,56	surco
	10 % G	1,12	banda
	10 % G	1,12	surco
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ \text{(C}_2\text{H}_5\text{O)}_2\text{P-S-CH}_2\text{-S-C}_2\text{H}_5 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda
	2,5 % G	0,28	surco
	5 % G	0,56	banda
	5 % G	0,56	surco
	10 % G	1,12	banda
	10 % G	1,12	surco
Testigo	-	-	-

G = Gránulos

411565

raíces (Maíz de campo kt 657)
gífere

Clasificación de las raíces	Clasificación término medio		Raíces clasificadas Nº3 raíces/20 raíces
	I	II	
2,4		2,1	4
2,0		2,1	3
1,8		1,9	1
1,8		2,7	4
1,2		1,2	0
1,2		1,4	0
3,3		2,4	12
2,8		2,9	11
1,9		2,7	7
2,0		2,9	9
1,4		1,4	1
1,2		1,8	0
1,4		2,2	3
4,1		4,2	20

POOR
QUALITY

411565

TABLA VIII

Clasificaciones de daños a las

Control de Diabrotica vi

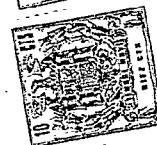
raic
gifo

Compuesto	Tratamiento	Dosis kg/Ha	Método de aplicación	Clasificación de
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \parallel \\ \text{CH}_3 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda	
	2,5 % G	0,28	surco	
	5 % G	0,56	banda	
	5 % G	0,56	surco	
	10 % G	1,12	banda	
	10 % G	1,12	surco	
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda	
	2,5 % G	0,28	surco	
	5 % G	0,56	banda	
	5 % G	0,56	surco	
	10 % G	1,12	banda	
	10 % G	1,12	surco	
	15 % G	1,12	banda	
Testigo	-	-	-	

G = Gránulos

POOR
QUALITY

411565



raíces (Maíz de campo kt 657)

vi gífera

n	Clasificación término medio de las raíces		Raíces clasificadas Nº3 raíces/20 raíces
	I	II	
	2,4	2,1	4
	2,0	2,1	3
	1,8	1,9	1
	1,8	2,7	4
	1,2	1,2	0
	1,2	1,4	0
	3,3	2,4	12
	2,8	2,9	11
	1,9	2,7	7
	2,0	2,9	9
	1,4	1,4	1
	1,2	1,8	0
	1,4	2,2	3
	4,1	4,2	20

411565

TABLA IX

Recuento de radículas dañadas (Muestra de campo kt 657)

Control de Diabrotica virgifera

Compuesto	Tratamiento	Dosis kg/Ha	Método de aplicación
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \text{CH}_3 \\ \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P-S-CH}_2\text{-S-C-CH} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda
	2,5 % G	0,28	surco
	5 % G	0,56	banda
	5 % G	0,56	surco
	10 % G	1,12	banda
	10 % G	1,12	surco
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \text{CH}_3 \\ \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P-S-CH}_2\text{-S-C-H} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda
	2,5 % G	0,28	surco
	5 % G	0,56	banda
	5 % G	0,56	surco
	10 % G	1,12	banda
	15 % G	1,12	banda
Testigo			

(1) Término medio de 10 plantas

G = Gránulos

411565

Recuento de radículas dañadas (Muestra de campo kt 657)

Control de Diabrotica virgifera

Radículas dañadas/Planta (1)	Término medio	
	I	II
9,0	11,8	10,4
5,5	9,3	7,4
4,2	7,8	6,0
4,6	12,0	8,3
2,8	2,4	2,6
3,3	2,0	2,7
18,0	13,6	15,8
11,5	15,0	13,3
5,5	14,6	10,1
6,2	16,5	11,4
2,7	5,0	3,9
4,5	8,1	6,3
5,0	9,4	7,2
28,0	30,0	29,0

POOR QUALITY

411565

TABLA IX

Recuento de radículas dañadas (M...
Control de Diabrotica vir...

z de
rifer

Compuesto	Tratamiento	Dosis kg/Ha	Método de aplicación	Rad
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \text{CH}_3 \\ \text{(C}_2\text{H}_5\text{O)}_2\text{P-S-CH}_2\text{-S-C-CH} \\ \text{CH}_3 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda	9
	2,5 % G	0,28	surco	5
	5 % G	0,56	banda	4
	5 % G	0,56	surco	4
	10 % G	1,12	banda	2
	10 % G	1,12	surco	3
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \text{(C}_2\text{H}_5\text{O)}_2\text{P-S-CH}_2\text{-S-C}_2\text{H}_5 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda	18
	2,5 % G	0,28	surco	11
	5 % G	0,56	banda	5
	5 % G	0,56	surco	6
	10 % G	1,12	banda	2
	10 % G	1,12	surco	4
	15 % G	1,12	banda	5
Testigo	-	-	-	28

(1) Término medio de 10 plantas

G = Gránulos



411565

is (Ma z de campo kt 657)

a vir rífera

Radículas dañadas/Planta (1)		
I	II	Término medio
9,0	11,8	10,4
5,5	9,3	7,4
4,2	7,8	6,0
4,6	12,0	8,3
2,8	2,4	2,6
3,3	2,0	2,7
18,0	13,6	15,8
11,5	15,0	13,3
5,5	14,6	10,1
6,2	16,5	11,4
2,7	5,0	3,9
4,5	8,1	6,3
5,0	9,4	7,2
28,0	30,0	29,0

411565

TABLA X

Clasificaciones de daños a las

raíces de Maíz de campo Pioneer 3106)

Compuesto	Tratamiento	Dosis kg/Ha	Método de aplicación
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \text{''} \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P-S-CH}_2\text{-S-C-CH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda
	2,5 % G	0,28	surco
	5 % G	0,56	banda
	5 % G	0,56	surco
	10 % G	1,12	banda
	10 % G	1,12	surco
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \text{''} \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P-S-CH}_2\text{-S-C}_2\text{H}_5 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda
	2,5 % G	0,28	surco
	5 % G	0,56	banda
	5 % G	0,56	surco
	10 % G	1,12	banda
	10 % G	1,12	surco
Testigo	-	-	-

G = Grámulos

POOR QUALITY

411565

raíces (Maíz de campo Pioneer 3106)

la virzifera

Clasificación término medio de las raíces	Raíces clasificadas Nº3 raíces/20 raíces	
	I	II
4,0	2,4	14
2,8	2,9	17
2,6	2,3	9
2,6	2,6	11
2,3	1,7	3
1,9	2,2	3
4,1	4,7	20
2,9	3,3	19
3,4	3,8	20
3,3	3,8	19
1,7	2,3	3
1,8	1,9	0
3,2	2,6	15
4,9	4,9	20

411565

TABLA X
Clasificaciones de daños a las
Control de Disbroti

Compuesto	Tratamiento	Dosis kg/Ha	Método de aplicación
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda
	2,5 % G	0,28	surco
	5 % G	0,56	banda
	5 % G	0,56	surco
	10 % G	1,12	banda
	10 % G	1,12	surco
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda
	2,5 % G	0,28	surco
	5 % G	0,56	banda
	5 % G	0,56	surco
	10 % G	1,12	banda
	10 % G	1,12	surco
	15 % G	1,12	banda
Testigo	-	-	-

G = Gránulos

**POOR
QUALITY**

raíces
de las vi

Clas
medi

4
2
3
3
1
1
3
4,



411565

raíces (Maíz de campo Pioneer 3306)

la virgífera

as
oti

511

Clasificación término medio de las raíces		Raíces clasificadas Nº3 raíces/20 raíces
I	II	
4,0	2,4	14
2,8	2,9	17
2,6	2,3	9
2,6	2,6	11
2,3	1,7	3
1,9	2,2	3
4,1	4,7	20
2,9	3,3	19
3,4	3,8	20
3,3	3,8	19
1,7	2,3	3
1,8	1,9	0
3,2	2,6	15
4,9	4,9	20



411565

TABLA XI.

Recuento de radículas dañadas

Parcela Scamehorn -

virgífera

Control de Diabrotica

Compuesto	Tratamiento	Dosis kg/Ha	Método de aplicación	Radículas dañadas/Planta (1)	
				I	II
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{S} \\ \\ \text{P}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$ $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{S} \\ \\ \text{P}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda	30,0	10,5
	2,5 % G	0,28	surco	16,0	15,5
	5 % G	0,56	banda	15,0	8,0
	5 % G	0,56	surco	16,0	9,0
	10 % G	1,12	banda	14,5	5,0
	10 % G	1,12	surco	14,3	9,7
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \\ \text{P}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda	31,0	37,0
	2,5 % G	0,28	surco	16,0	21,0
	5 % G	0,56	banda	24,0	28,0
	5 % G	0,56	surco	23,0	28,0
	10 % G	1,12	banda	11,3	8,5
	10 % G	1,12	surco	12,1	4,5
Testigo	-	-	-	39,0	39,0
				Término medio	
				39,0	39,0
				39,0	39,0

(1) Término medio de 10 plantas

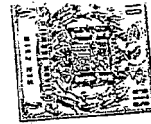
411565

TABLA XI

Recuento de radículas dañadas. Parcela virgen
Control de Diabrotica

Compuesto	Tratamiento	Dosis kg/Ha	Método de aplicación	Radículas dañadas
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda	30
	2,5 % G	0,28	surco	16
	5 % G	0,56	banda	15
	5 % G	0,56	surco	16
	10 % G	1,12	banda	14
	10 % G	1,12	surco	14
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P}-\text{S}-\text{CH}_2-\text{S}-\text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	2,5 % G	0,28	banda	31
	2,5 % G	0,28	surco	16
	5 % G	0,56	banda	24
	5 % G	0,56	surco	23
	10 % G	1,12	banda	11
	10 % G	1,12	surco	12
	15 % G	1,12	banda	22
Testigo	-	-	-	39

(1) Término medio de 10 plantas



411565

Parcela Scamehorn -
virgifera

Radículas dañadas/Planta (1)		
I	II	Término medio
30,0	10,5	21,0
18,0	15,5	17,0
15,0	8,0	11,5
16,0	9,0	12,5
14,5	5,0	10,0
14,3	9,7	12,0
31,0	37,0	34,0
16,0	21,0	19,0
24,0	28,0	26,0
23,0	28,0	26,0
11,3	8,5	10,0
12,1	4,5	8,3
22,0	13,0	18,0
39,0	39,0	39,0

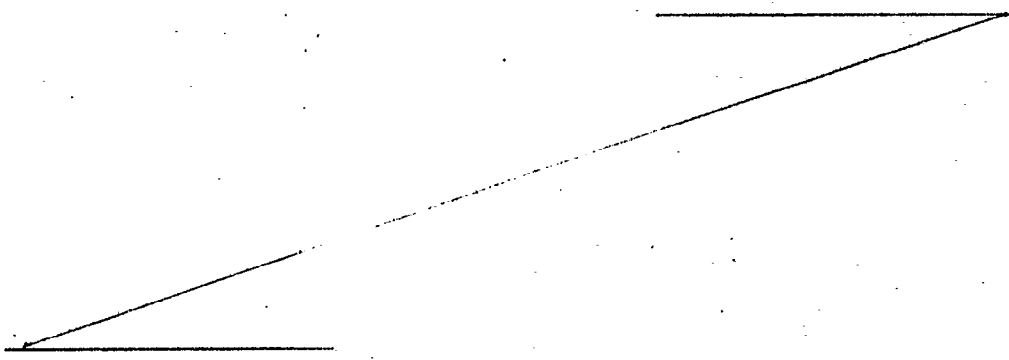


EJEMPLO 7

En el siguiente ensayo se demuestra el control de las etapas de desarrollo postembriónico de Dípteros que residen en el suelo. En este ensayo se planta semilla de cebolla globular amarilla Downing, tratada con bisulfuro de tetrametiltiuram (un fungicida comercial) en cuatro hileras de 3,05 m en dos lugares separados. Al plantar se aplica en el surco una formulación granulada al 15 % de fosforoditioato de 0,0-dietil S-(terc-butiltio)-metilo a razón de 7,84 kg/Ha, lo cual equivale a 1,12 kg/Ha de material técnico. Al mismo tiempo y en la misma manera que la descrita más arriba se plantan semillas no tratadas y semillas tratadas con bisulfuro de tetrametiltiuram o N-triclorometilmercapto-4-ciclohexeno-1,2-dicarbóximida (otro fungicida comercial), como testigos. Nueve semanas después de plantar se examinan todas las plantas con respecto a daños por cresas de la cebolla y se clasifica en la siguiente manera:

Clasificaciones

- 1 = actitud pareja
- 2 = despareja - leve daño
- 3 = despareja - daño moderado
- 4 = despareja - daño severo
- 5 = destrucción completa.



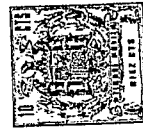


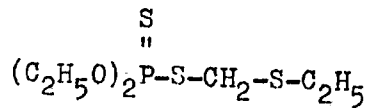
TABLA XII
Ensayo de cresa de la cebolla

Formulación	Régimen kg/ha verdadero	Clasificaciones	
		Lugar 1	Lugar 2
Fosforoditioato de O,O-dietil S-(terc-butiltio)-metilo	1,18	1,0	1,3
No tratada (A)	-	5,0	3,3
No tratada (C)	-	5,0	4,8
No tratada	-	5,0	4,5
No tratada	-	5,0	4,0

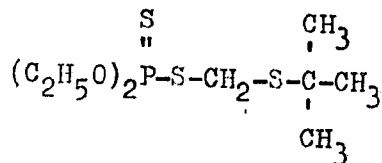
(A) = Semilla tratada con bisulfuro de tetrametiltiuram
(C) = Semilla tratada con N-triclorometilmercapto-4-ciclohexano-1,2-dicarboximida.

EJEMPLO 8

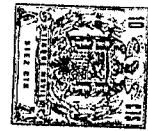
Se aplica gránulos de:



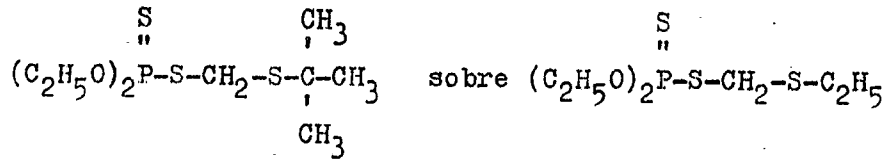
(10 % de gránulos) y:



(15 % de gránulos) en el surco de siembra a razón de 1,12 kg/Ha de ingrediente activo con la semilla de remolacha azucarera en el momento de plantas, para determinar la eficacia de dichos compuestos como control de Tetanops myopaeformis. Cien días después se retira remolacha azucarera y se realiza el recuento de larvas. No hay fitotoxicidad de



ninguno de los compuestos para las plantas jóvenes emergentes. La siguiente tabla muestra la superioridad de:



5.

para el control de estas larvas de Díptero.

TABLA XIII

10.

Insecticidad	Cantidad media de Tetanops myopaeformis/remolacha	% reducción de Tetanops myopaeformis
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \text{"} \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P-S-CH}_2\text{-S-C}_2\text{H}_5 \end{array} \quad 10 \text{ g}$	18,7	70,0
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \text{"} \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P-S-CH}_2\text{-S-C-CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \quad 15 \text{ G}$	13,2	78,7
No tratado	62,4	-

15.

20.

10 G = 10 % gránulos

15 G = 15 % gránulos

EJEMPLO 9

25.

En los siguientes ensayos, se compara la eficacia de fosforoditioato de O,O-dietil S-(terc-butiltio)-metilo y fosforoditioato de O,O-dietil S-(etiltiomitilo) para controlar el orden Thysaroptera en el cacahuete. Se realiza también una determinación de la fitotoxicidad de dichos compuestos para las plantas de cacahuete.

30.

Se aplican los compuestos como formulaciones granuladas en los surcos de semillas en el momento de la plantación.



Se realizan aplicaciones al régimen de 1,12 kg/Ha para cada compuesto con 4 parcelas (4 hileras, 91,4 cm entre centros y 15,2 m de longitud) por tratamiento al hazar en cada hilera de réplicas. Cuatro meses después de la plantación y tratamiento, se examina todas las parcelas y se las clasifica con respecto a los daños por el orden Thysanoptera y la fitotoxicidad. Se indican a continuación los datos obtenidos.

TABLA XIV

Control del orden Thysanoptera y fitotoxicidad para plantas de cacahuete

Insecticidad	Régimen Kg/Ha.	Cantidad de réplicas	Fitotoxicidad (1) (0-5) 6/2/71	Daños por Thysanoptera (2) (0-10) 6/2/71
S " $(C_2H_5O)_2P-S-CH_2S-C(CH_3)_3$	1,12	1	1,0	0,0
		2	0,0	1,0
		3	0,0	0,0
		4	1,0	0,0
		media	0,5	0,25
S " $(C_2H_5O)_2P-S-CH_2-S-C_2H_5$	1,12	1	2,0	0,0
		2	3,0	0,0
		3	2,0	1,0
		4	2,0	0,0
		media	2,25	0,25
Nada	-	1	0,0	9,0
		2	0,0	8,0



TABLA XIV (Continuación)

5.

Insecticidad	Régimen Kg/Ha	Canti- dad de répli- cas	Fitotoxi- cidad (1) (0-5) 6/2/71	Daños por Thysanop- tera (2) (0-10) 6/2/71
Nada	-	3	0,0	9,0
		4	0,0	7,0
		media	0,0	8,25

10.

1) 0 = no hay fitotoxicidad, 5 = extremada fitotoxicidad con reducción de plantas en pie, 3 y 4 = quemaduras de las hojas.

2) 0 = no hay daños por Thysanoptera, 10 = severos daños por Thysanoptera con reducción de plantas en pie.

15.

EJEMPLO 10

Se llevan a cabo los siguientes ensayos para (1) determinar la eficacia del fosforoditioato de 0,0-dietil S-(terc-butiltio)-metilo para controlar el orden Thysanoptera sobre plantas de algodón, y (2) determinar si dicho compuesto es fitotóxico para dichas plantas a los regímenes de aplicación que son eficaces como insecticida.

20.

En estos ensayos, se aplica fosforoditioato de 0,0-dietil S-(terc-butiltio)-metilo y fosforoditioato de 0,0-dietil S-(etilmetilo) bajo la forma de formulaciones granuladas, en los surcos, con semillas, en el momento de la plantación. Los regímenes de aplicación son 0,56 a 1,12 kg/Ha de compuesto activo, y se utilizan hileras no tratadas como testigos.

25.

Cuatro meses después de la plantación, se examinan todas las parcelas con respecto a (1) efectos fitotóxicos; (2)

30.

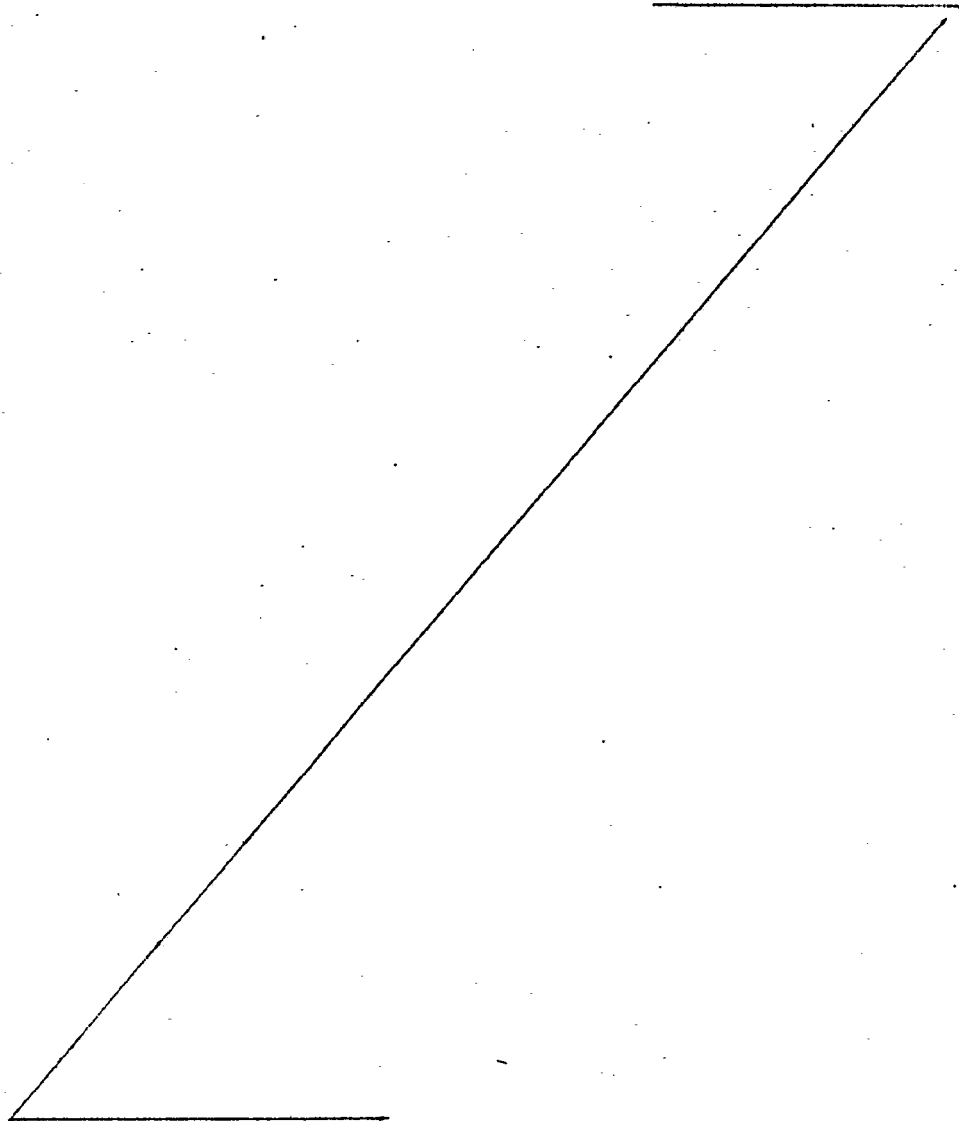
411565

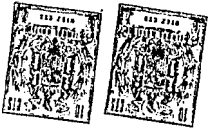


vigor de las plantas; (3) plantas en pie y (4) control del orden Thysanoptera.

5.

A continuación se indican los datos así obtenidos, pudiéndose observar que ámbos insecticidas proveen excelente control del orden Thysanoptera. Sin embargo, las plantas tratadas con fosforoditioato de O,O-dietil S-(etiltiometilo) están dañadas según queda en evidencia por la reducción de plantas en pié y las clasificaciones positivas de fitotoxicidad y vigor.





411565

TABLA XV

Determinación del control del orden *Thysanoptera* de algodón

Insecticida	Régimen kg/Ha	Fitotoxicidad (a) (1-4)
S " (C ₂ H ₅ O) ₂ P-S-CH ₂ -S-C(CH ₃) ₃	1,12 0,56	1 1
S " (C ₂ H ₅ O) ₂ P-S-CH ₂ -S-C ₂ H ₅	0,84	1,3
Testigo 1	-	1
Testigo 2	-	1
Testigo 3	-	1
Testigo 4	-	1

a) 1 = sin daños, 4 = daños severos

b) 1 = excelente vigor, 4 = las plantas tienen crecimiento

c) 1 = excelente control, 4 = no hay control.

Control de *Thysanoptera* sobre plantas

Vigor (b) (1-4)	Plantas en pie por cada 3 m de hilera	Control de <i>Thysanoptera</i> (c) (1-4)
1	69	1
1	60	1,3
1,3	36	1
1,2	50	4
1,2	47	3,6
1,3	40	4
1,3	46	4

sobre

POOR QUALITY

411565

TABLA XV

Determinación del control del orden Thysano
de algodón

ptera y

Insecticida	Régimen kg/Ha	Fitotoxicidad (a) (1-4)	Vig (b)
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P-S-CH}_2\text{-S-C(CH}_3)_3 \end{array}$	1,12	1	
	0,56	1	
$\begin{array}{c} \text{S} \\ \parallel \\ (\text{C}_2\text{H}_5\text{O})_2\text{P-S-CH}_2\text{-S-C}_2\text{H}_5 \end{array}$	0,84	1,3	
Testigo 1	-	1	
Testigo 2	-	1	
Testigo 3	-	1	
Testigo 4	-	1	

a) 1 = sin daños, 4 = danos severos

b) 1 = excelente vigor, 4 = las plantas tienen crecimiento

c) 1 = excelente control, 4 = no hay control.

obre

POOR
QUALITY



411565



Thysanoptera y fitotoxicidad sobre plantas

Estado

Estado	Vigor (b) (1-4)	Plantas en pie por cada 3 m de hilera	Control de Thysanoptera (c) (1-4)
	1	69	1
	1	60	1,3
	1,3	36	1
	2	50	4
	2	47	3,6
	1,3	40	4
	1,3	46	4

sobre

Estado



EJEMPLO 11

Control de insectos en las remolachas azucareras

Queda demostrada la protección de las remolachas azucareras contra el ataque *Pegomya betae* y *Bothinoderis* sp., mediante los siguientes ensayos en los cuales se aplica el suelo, en el momento de la plantación, formulaciones granuladas al 10 % de fosfoditioato de O,O-dietil S-(terc-butiltio)-metilo y fosforoditioato de O,O-dietil S-(etiltiometo). Se realizan aplicaciones de manera de proveer 20 a 30 kg/Ha de compuesto activo. Las parcelas de ensayo tienen 50 m² y se hacen 6 réplicas de cada tratamiento.

Tres meses después del tratamiento, se examinan todas las plantas para determinar la cantidad de ataques a las raíces que se producen por cada 1000 plantas, los daños porcentuales a las hojas que se producen, y el control porcentual que se logra. A continuación se indican los datos así obtenidos.

TABLA XVI
Control de insectos en la remolacha azucarera

Insecticidad	Régimen kg/Ha	Cantidad de ataques a las raíces (1000 plantas)	Control %	Area de Daño a las hojas, %
Nada	0,0	838,7	-	26,2
S " (C ₂ H ₅ O) ₂ P-S-CH ₂ -S-C ₂ H ₅	28,02	178,5	78,8	7,7
S " (C ₂ H ₅ O) ₂ P-S-CH ₂ -S-C(CH ₃) ₃	22,42 33,62	91,7 58,0	89,1 93,1	5,7 3,7



EJEMPLO 12

Control de insectos y mejora del rendimiento de remolachas azucareras en suelo alcalino

5. En estos ensayos se aplican compuestos a los surcos con semillas, bajo la forma de formulaciones granuladas a razón de 1,12 kg/Ha de compuesto activo. Las parcelas consisten en 4 hileras de 18,3 m de longitud y se realizan 6 réplicas de cada tratamiento, en un diseño en bloques al hazar.
10. Se plantan semillas monogérmenes a mediados de Mayo en surcos a una profundidad de 1,90 cm y espaciados a razón de 7 por cada 30 cm de hilera. Se fertilizan las hileras dos veces durante la época de crecimiento. Se evalúan las plantas jóvenes en pie, contando la cantidad de centímetros que contienen remolacha en cuatro longitudes de 2,54 m de hilera.
15. Se estiman las plantas en pie y el rendimiento al momento de la cosecha, contando y pesando las remolachas de longitudes de 15,2 m de las dos hileras testigo. Se estiman las infestaciones de cresas de raíces en cada parcela hacia fines de Agosto, contando las cresas en diez muestras de suelo, cada una de un cuadrado de 20,3 cm de lado y 35,6 cm de profundidad. Cada muestra está centrada sobre una remolacha en la hilera exterior.
20. El suelo en el cual se llevaron a cabo estos ensayos es una greda arenosa, pH 7,4; materia orgánica 7,6 %; conductividad 0,52 %; equivalente CaCO_3 , 1,08 %.
25. De acuerdo con los datos obtenidos, que se indican a continuación, se puede ver, que en suelo alcalino, el fosforoditioato de O,O-dietil S-(terc-butiltio)-metilo provee mejor control de las cresas y un rendimiento marcadamente
30. mejor de las plantaciones, que el fosforoditioato de O,O-die-



411565

til S-(etiltiometilo).

TABLA XVII

Mejora del control de las cresas y del rendimiento de las plantaciones en remolachas azucareras tratadas

5.

10.

15.

Insecticidad	Régimen kg/Ha	Cresas por re- mola- cha	Con- trol %	Remolachas cose- chadas	
				Canti- dad por hilera	Tonela- da por. cada 0,4 Ha
Nada	0	62,4	-	79	10,9
S " (C ₂ H ₅ O) ₂ P-S-CH ₂ -S-C ₂ H ₅	1,12	18,7	70	86	12,8
S " (C ₂ H ₅ O) ₂ P-S-CH ₂ -S-C(CH ₃) ₃	1,12	13,2	79	83	13,5

20.

NOTA

25.

30.

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 Norteamérica, con fecha 3 de diciembre de 1971, bajo el número 204.678, 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: PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COMPOSICIONES PLAGUICIDAS GRANULADAS QUE TIENEN PROLONGADA ACTIVIDAD PLAGUICIDA Y REDUCIDA FITOTOXICIDAD; caracterizándose por lo siguiente:

5.

1.- Procedimiento para la producción de composiciones plaguicidas granuladas que tienen prolongada actividad plaguicida y reducida fitotoxicidad, caracterizado porque comprende las etapas de: a) hacer reaccionar ácido O,O-dietil-ditiofosfórico con una cantidad molar igual de formaldehido acuoso y un compuesto elegido entre 1,1-dimetilpropil mercaptan y terc-butil mercaptan durante un periodo entre 1 y 8 horas, a una temperatura entre 35 y 65°C; b) se aisla el producto deseado separando la capa orgánica y lavando dicha capa orgánica con una solución acuosa de hidróxido de amonio, de sodio o de potasio; y c) se aplica el producto deseado, obtenido de la etapa anterior, sobre partículas granuladas sorbentes o no sorbentes, en una cantidad de aproximadamente entre 1 y 25 % en peso.

10.

15.

20.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el producto deseado obtenido es bien fosforoditioato de O,O-dietil S-(terc-butiltio)-metilo o bien fosforoditioato de O,O-dietil S-[(1,1-dimetilpropil)-tio]-metilo.

25.

3.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el granulado está libre de olor desagradable, tiene baja fitotoxicidad, y porque el producto deseado utilizado es preferentemente O,O-dietil S-(terc-butiltio)-metilo.

30.

4.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado por...

ME



terizado porque dichas partículas están constituidas por arcilla, caracterizado además por la desactivación de dicha arcilla mediante aplicación de un compuesto elegido del grupo que consiste en glicoles alquilénicos, glicoles dietilénicos, glicoles propilénicos, glicoles trietilénicos y glicoles polietilénicos.

5.

5.- Procedimiento para la producción de composiciones plaguicidas granuladas que tienen prolongada actividad plaguicida y reducida fitotoxicidad, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

10.

Esta Memoria consta de 40 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, - 9 III 1975

AMERICAN CYANAMID COMPANY.-

L. GOMEZ ACEBO Y MODEY
 p. Firmador: L. Gomez Foradada

ME