

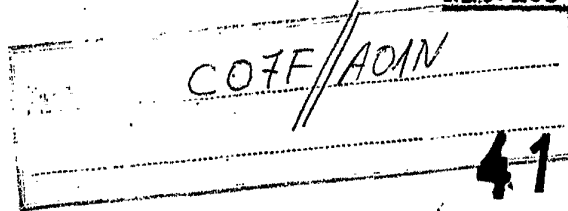


15 AGO 1938

413375

PATENTE DE INVENCION

Nit. 108-Sp.



## *Memoria Descriptiva*

*sobre:*

PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR ESTERES DE ACIDOS DI- Y  
TRITIOFOSFONICOS.

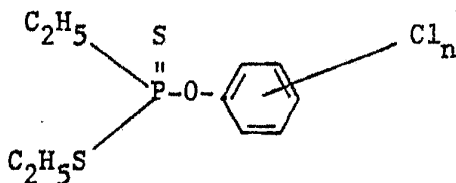
*Solicitante:* BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en  
Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alemana.-

La presente invención se relaciona con un  
procedimiento para preparar nuevos ésteres de áci-  
dos ditio- y tritiofosfónicos, insecticidas, acari-  
cidas y nematocidas.

5. En la Solicitud de Patente japonesa publi-



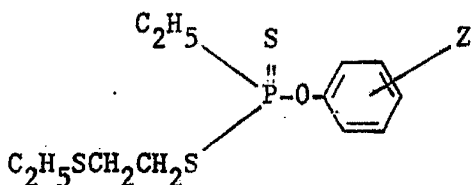
cada No. 24874/63, se describen ésteres de ácidos diti-  
fosfónicos de la fórmula



en el cual n representa 1, 2 ó 3, de los cuales se sabe  
que tienen una actividad insecticida.

5.

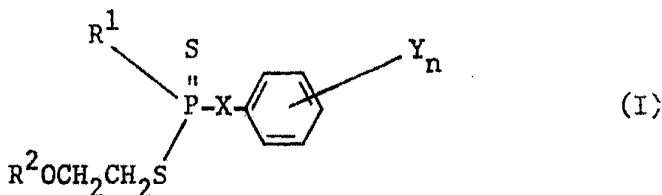
En la Patente alemana No. 1.954.894, se des-  
criben ésteres de ácidos ditioposfónicos de la fórmula



en la cual Z representa cloro o  $-\text{SCH}_3$ , de los cuales se  
sabe que también tienen una actividad insecticida.

10.

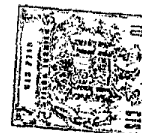
La presente invención provee ésteres de áci-  
dos di- y tritiofosfónicos de la fórmula general



en la cual  $\text{R}^1$  y  $\text{R}^2$  que pueden ser idénticos o distintos,  
representan cada uno alquilo con 1 a 6 átomos de carbono,  
X es oxígeno o azufre, n es 1 ó 2 e Y representa alquilo  
con 1 a 6 átomos de carbono, alquilmercapto con 1 a 6 áto-  
mos de carbono o halógeno, siendo los radicales Y iguales

15.

413375



o distintos, si n es 2.

Se ha encontrado que los compuestos de la fórmula (I) muestran excelentes propiedades insecticidas, acaricidas y nematocidas.

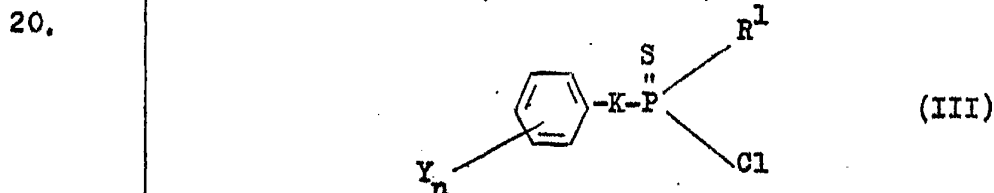
5. De preferencia, R<sup>1</sup> y R<sup>2</sup> representan cada uno alquilo con 1 a 4 átomos de carbono (vale decir, metilo, etilo, n- o isopropilo o n-, sec-, iso- o ter-butilo), e Y representa alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, alquilmercapto con 1 a 4 átomos de carbono o halógeno.

10. La presente invención provee también un procedimiento para la producción de un compuesto de la precedente fórmula (I), en el cual:

un 2-alcóxietilmercaptano de la fórmula general:



15. se hace reaccionar, como tal o en forma de una sal metálica del mismo, con un cloruro de ácido alceno-O-(o S)-feniltio- o -fenilditio-fosfónico de la fórmula general

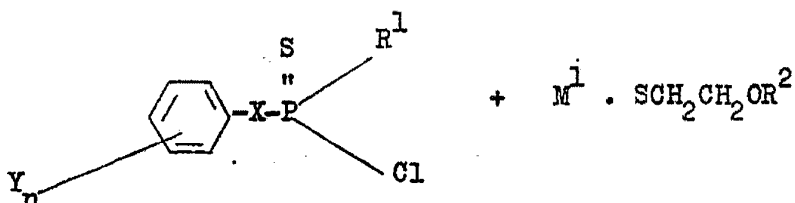


25. en cuyas fórmulas (II) y (III), R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, X, Y y n tienen los significados arriba definidos.

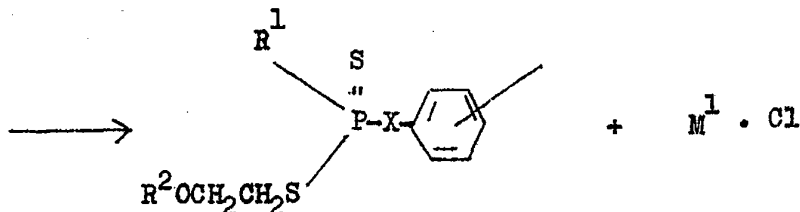
El procedimiento está ilustrada por la siguiente ecuación:



5.



10.



en la cual  $\text{M}^1$  representa hidrógeno o un metal alcalino, preferiblemente sodio o potasio.

15.

Como ejemplos de los cloruros de ácidos tiofosfónicos o ditiofosfónicos de la fórmula general (III), pueden mencionarse: los cloruros de los ácidos metil-O-(2,4-diclorofenil)-tiono- o -ditiofosfónico, etil-O-(2,4-diclorofenil)-tiono- o -ditiofosfónico, metil-S-(4-clorofenil)-tiono- o -ditiofosfónico, etil-S-(4-clorofenil)-tiono- o -ditiofosfónico, etil-O-(4-metilmercaptofenil)-tiono- o -ditiofosfónico y metil-O-(2-cloro-4-ter-butilfenil)-tiono- o -ditiofosfónico.

20.

25.

Como ejemplos de los 2-alcoxietilmercaptanos de la fórmula general (II) y sus sales, pueden mencionarse: 2-etoxietilmercaptano, 2-isopropoxietilmercaptano y sus sales sódicas y potásicas.

30.

En el procedimiento de producción de la presente invención, de preferencia, se emplea un disolvente o un diluyente. Para este propósito, todos los tipos de solventes y diluyentes inertes pueden ser empleados, es-

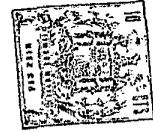


5. pecialmente agua y compuestos orgánicos inertes, tales como hidrocarburos alifáticos, alicíclicos y aromáticos (eventualmente clorados), por ejemplo, hexano, ciclohexano, éter de petróleo, ligroina, benceno, tolueno, xileno, cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, mono-, di- -tricloroetileno, clorobenceno; éteres, por ejemplo éter dietílico, éter metiletílico, éter di-isopropílico, éter dibutílico, óxido de etileno, dioxano y tetrahidrofurano; cetonas, por ejemplo acetona, metiletilcetona, metilisopropilcetona y metilisobutilcetona; nitrilos, por ejemplo acetonitrilo, propionitrilo y acrilonitrilo; alcoholes, por ejemplo metanol, etanol, isopropanol, butanol y etilenglicol, ésteres, por ejemplo acetato de etilo y acetato de amilo; amidas de ácidos, por ejemplo, dimetilformamida y dimetilacetamida; sulfonas y sulfóxidos, por ejemplo sulfóxido de dimetilo y sulforano; así como bases, tales como piridina.
- 10.
- 15.

20. Si el 2-alcoxiethylmercaptano (II), se hace reaccionar como tal (más bien que en la forma de una sal), por lo general, se utiliza un agente ligador de ácidos. Puede emplearse cualquiera de los comunmente usados agentes ligadores de ácidos, tales como hidróxidos, carbonatos, bicarbonatos y alcoholatos de metales alcalinos, o aminas terciarias, por ejemplo trietilamina, dietilamina o piridina.
- 25.

30. El procedimiento de esta invención puede ser realizado dentro de un margen amplio de temperatura. Por lo general, la reacción es llevada a cabo a temperaturas entre -20°C, y el punto de ebullición de la mezcla de reacción, de preferencia a temperaturas entre 0° y 100°C.

413375

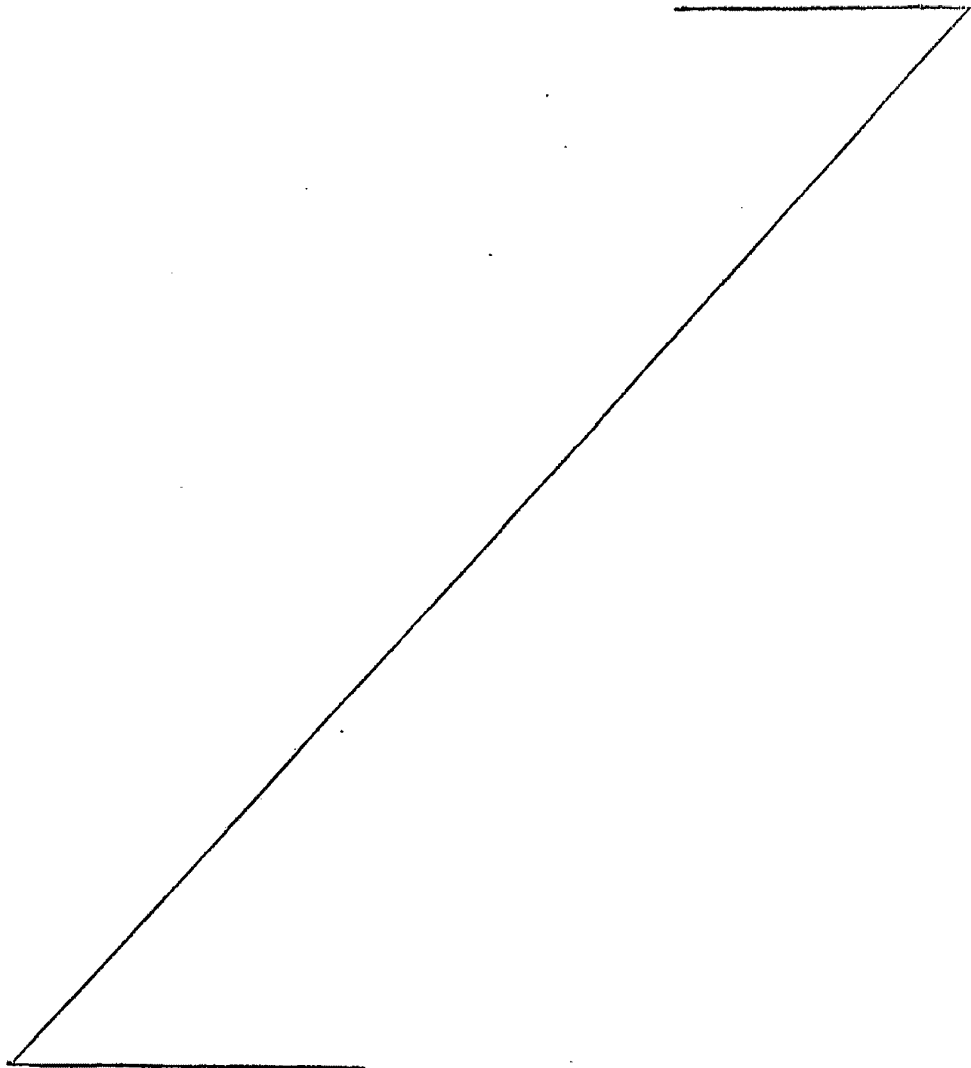


o el punto de ebullición de la mezcla, si éste es inferior a 100°C. Las reacciones son efectuadas generalmente a la presión normal, aunque es posible aplicar una presión elevada o reducida.

5.

Sorprendentemente, los compuestos de la presente invención muestran, en adición a su marcada actividad acaricida y nematocida, una mejor actividad contra insectos, especialmente lepidópteros, que los compuestos

10.





del arte anterior, tales como aquellos arriba mencionados que están descritos en la Patente japonesa publicada No. 24874/63 y en la Patente alemana No. 1.954.894.

5. Los compuestos activos de esta invención no muestran ninguna fitotoxicidad, por otra parte, sus efectos pesticidas comienzan rápidamente y son de larga duración. Por consiguiente, los presentes compuestos pueden ser aplicados eficazmente para combatir una escala amplia de parásitos, tales como insectos chupadores, insectos mordedores, ácaros y nemátodos.
- 10.

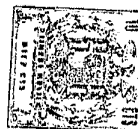
- A título de ejemplo, los insectos parásitos de la familia de coleópteros incluyen *Sitophilus oryzae*, *Tribolium ferrugineum*, *Epilachna sparsa orientalis*, *Agriotes fuscicollis* y *Anomala lucens*, los lepidópteros incluyen, por ejemplo *Porthetria dispar*, la oruga de librea, la oruga verde, *Prodenia litura*, el barrenillo u horadador del arroz, *Adoxophyes privatana* y la polilla de almendra; los hemípteros incluyen, por ejemplo *Nephotettix cincticeps*, *Pseudococcus comstocki*, *Nilaparvata lugens*, *Unaspis yanonensis*, *Myzus persicae*, *Aphis pomi* Degeer, y *Rhopalosiphum pseudobrassicae*; los ortópteros incluyen por ejemplo *Blatella germanica*, *Periplaneta americana* y *Gryllotalpa africana*; los isópteros incluyen, por ejemplo *Leucotermes speratus*; los dípteros incluyen, por ejemplo *Musca doméstica*, *Aedes aegypti*, *Hylemya platura*, *Culex pipiens*, *Anopheles sinensis* y *Culex tritaeniorhynchus*.
- 15.
- 20.
- 25.

- Además, como parásitos de la familia de arácnidos (Acarina), pueden mencionarse, por ejemplo *Tetranychus urticae*, *Panonychus citri* y *Aculops pelekassi*, mientras que los nemátodos incluyen, por ejemplo *Meloidogyne*
- 30.



incognita, Aphelenchoides besseyi y Heterodera glycines.

- Los compuestos activos de acuerdo con la presente invención pueden ser elaborados en las formulaciones usuales, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, pastillas, fumigatorios, aerosoles, polvos, pastas y granulados. Estas formulaciones pueden ser producidas en forma conocida, mezclándose los compuestos activos con agentes extensores, vale decir, diluyentes o agentes portadores líquidos o sólidos o gaseosos licuados, facultativamente con el empleo de agentes tensioactivos, vale decir, emulsivos y/o agentes dispersantes y/o agentes espumantes. En el caso de la utilización del agua como diluyente, pueden emplearse también, por ejemplo, disolventes orgánicos como disolventes auxiliares.
5. Como diluyentes o agentes portadores líquidos, preferiblemente se emplean hidrocarburos aromáticos, tales como xilenos, tolueno, benceno o alquilnaftalenos, hidrocarburos aromáticos o alifáticos clorados, tales como clorobencenos, cloroetilenos o cloruro de metileno, hidrocarburos alifáticos; tales como ciclohexano; parafinas, por ejemplo fracciones de aceite mineral; alcoholes, tales como butanol o glicol, así como sus ésteres y ésteres; cetonas, tales como acetona, metiletilcetona, metilisobutilcetona o ciclohexanona; disolventes fuertemente polares, tales como dimetilformamida, sulfóxido de dimetilo o acetonitrilo, así como agua.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
30. Bajo diluyentes o agentes portadores gaseosos licuados se entienden líquidos que son gaseosos a la temperatura y presión normal, por ejemplo agentes impelentes de aerosoles tales como hidrocarburos halogenados, por

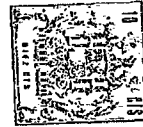


ejemplo freón.

5. Como diluyentes o agentes portadores sólidos, de preferencia, se emplean minerales naturales molidos, tales como caolines, arcillas, talco, creta, cuarzo, attapulguita, montmorillonita o tierra de diatomeas, o minerales sintéticos molidos, tales como ácido silícico altamente disperso, alúmina o silicatos.

10. Ejemplos preferidos de emulsivos y agentes espumantes incluyen emulsivos no iónicos y aniónicos, tales como ésteres de polioxietileno y ácidos grasos, éteres de polioxietileno y alcoholes grasos, por ejemplo éteres alquilarilpoliglicólicos, sulfonatos alquílicos, sulfatos alquílicos y sulfonatos arílicos, así como productos de hidrolización de albúmina, y ejemplos preferidos de agentes dispersantes incluyen lejías de desecho de sulfito de lignina y metilcelulosa.

15. Varios adyutores pueden ser utilizados, por ejemplo: estabilizadores; agentes untadores (adhesivos), tales como jabones para la agricultura, caseinato de calcio, alginato de sodio, alcohol polivinílico (PVA), detergentes, resinas de cumarona o indeno, éter polivinil-butílico; agentes de combustión para fumigar, tales como nitratos, polvo de zinc y dicianodiamida; agentes reductores de fitotoxicidad, tales como sulfato de zinc, cloruro ferroso y nitrato de cobre; agentes cedentes de oxígeno, tales como percloratos y dicromatos; agentes prolongadores de efecto, tales como cloruro de terfenilo; estabilizadores de dispersiones, tales como caseína, tragacanto o goma karraya y carboximetilcelulosa (CMC) (alcohol polivinílico es también apropiado para este propósito); agentes siner-
- 20.
- 25.
- 30.



gísticos.

5. En las formulaciones que contienen un compuesto de esta invención, es posible incluir otros productos químicos para la agricultura, tales como insecticidas, herbicidas, modificadores del crecimiento de plantas y agentes atrayentes (cuyas clases de materiales incluyen, por ejemplo, ésteres de ácidos fosfóricos orgánicos, carbamatos, ditio- o tiolcarbamatos, compuestos orgánicos de cloro, dinitro-compuestos, compuestos orgánicos de azufre o compuestos organometálicos antibióticos, ésteres difenilicos sustituidos, compuestos de urea y compuestos de triacina), así como fertilizantes.

10. Por lo general, las formulaciones contienen 0,1 a 95 %, preferiblemente 0,5 a 90 % en peso de compuesto activo.

15. Los compuestos activos de esta invención pueden ser aplicados como tales, en forma de sus formulaciones o como preparaciones listas para el uso derivadas de las últimas, por ejemplo como líquidos emulsionables, polvos mojables, pastillas mojables, soluciones, agentes de espolvoreo, gránulos, agentes fumigatorios, agentes humeantes y pastas.

20. La aplicación de los compuestos activos puede ser efectuada de acuerdo con los métodos usualmente adoptados, tales como pulverización, rociada, nebulización, atomización, esparcimiento, aplicación a la superficie del agua, vertimiento o riego, fumigación, tratamiento del suelo (por ejemplo por mezclamiento, rociada, tratamiento con vapor e inyección), tratamiento de superficies (por ejemplo por revestimiento, envolvimiento con vendas

25.

30.



o fajas, recubrimiento con polvo y por cubrimiento), inmersión o aplicación como cebo.

5. Para la aplicación práctica, la concentración del compuesto activo en las preparaciones listas para el uso puede variar dentro de un margen amplio. Por lo general, la concentración del compuesto activo es de 0,001 a 20 %, preferiblemente de 0,005 a 10 % en peso.

10. Sin embargo, la concentración del compuesto activo puede variar en dependencia de la forma de preparación del método de aplicación, de la finalidad, del tiempo y del lugar de la aplicación y del grado del crecimiento de los parásitos a combatir.

15. Es también posible aplicar los compuestos de esta invención conforme al llamado método de pulverización "de volumen ultrabajo", en el cual es posible emplear una concentración del compuesto activo de hasta un 95 % o hasta aplicar el compuesto activo solo.

20. La cantidad en que el compuesto activo es aplicado, por lo general, es de 3 a 1000 g, preferiblemente de 30 a 600 g. por unidad de superficie de 10 áreas, calculados como compuesto activo. Es posible y a veces necesario aplicar los compuestos en cantidades que exceden o quedan debajo del margen arriba indicado.

25. Por ésto, la presente invención provee también una composición insecticida, acaricida o nematocida que contiene como ingrediente activo un compuesto de la presente invención en mezcla con un diluyente o vehículo sólido o gaseoso licuado o en mezcla con un diluyente o vehículo líquido que contiene un agente tensioactivo.

30. La presente invención provee también un méto-



413375

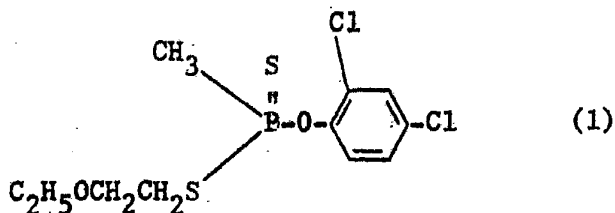
5. do de combatir pestes de insectos, ácaros o nematodos, el cual comprende aplicar a los parásitos o su ambiente de vida un compuesto de la presente invención o en forma de una composición que contiene como ingrediente activo un compuesto de la presente invención en mezcla con un diluyente o vehículo.

10. La presente invención provee, además, cultivos protegidos contra daños causados por insectos, ácaros o nematodos, por ser cultivados en campos a los cuales, inmediatamente antes del y/o durante el tiempo del crecimiento, fué aplicado un compuesto de la presente invención solo o en mezcla con un diluyente o vehículo. Se verá que los métodos usuales de proveer un cultivo de cosecha, pueden ser mejorados por la presente invención.

15. En el sector de la medicina veterinaria, los presentes compuestos pueden ser aplicados eficazmente para combatir parásitos de animales (parásitos obligatorios y ecto parásitos), tales como arácnidos, insectos y helmintos parásitos.

20. La producción de los compuestos de esta invención es ilustrada por los siguientes ejemplos de preparación:

Ejemplo 1



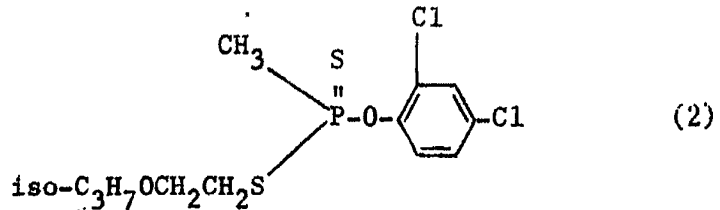
25. Se agregaron 6,9 g. de sodio a una mezcla de 400 ml de tolueno y 38 g. de 2-etoxietilmercaptano y se



5. disolvieron por calentamiento. Mientras se enfrió la mezcla, se agregaron 83 g. de cloruro de 0-(2,4-diclorofenil)-metano-tionofosfonilo y se calentó la mezcla con reflujo durante 3 horas. Terminada la reacción, se lavó la mezcla con agua y con una solución al 1 % de carbonato de sodio a la temperatura ambiente y subsiguientemente se la lavó sobre sulfato de sodio anhidro. Se eliminó el tolueno por destilación y se obtuvieron 95 g. de ditioato 0-(2,4-diclorofenil)-S-(2-etoxietil)-metano-fosfónico;  $n_D^{20} = 1,5847$ .
10. A este producto se hace referencia más adelante como compuesto No. 1.

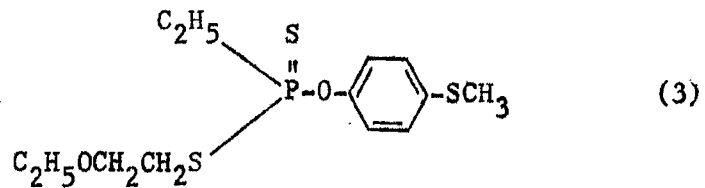
Los siguientes compuestos fueron sintetizados por métodos análogos a aquél arriba descrito:

Compuesto No. 2



15. Índice de refracción  $n_D^{20} = 1,5708$   
Rendimiento: 93 %

Compuesto No. 3



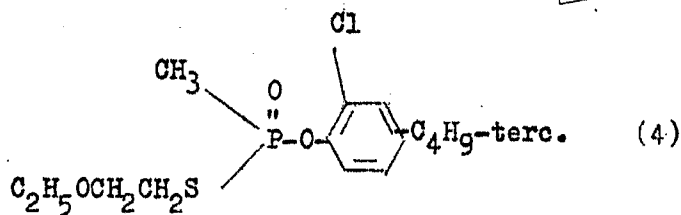
20. Punto de ebullición = 158-161° C/0,07 mmHg.  
Índice de refracción  $n_D^{20} = 1,5933$   
Rendimiento: 90 %

413375



Compuesto No. 4

5.

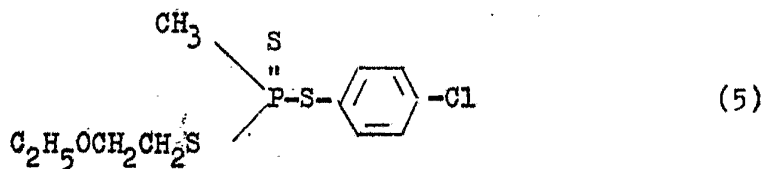


Indice de refracción = 1,5581

Rendimiento: 91 %

10.

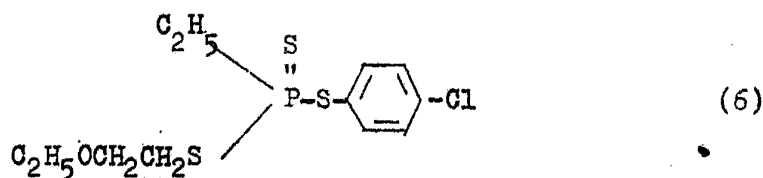
Compuesto No. 5



15.

Compuesto No. 6

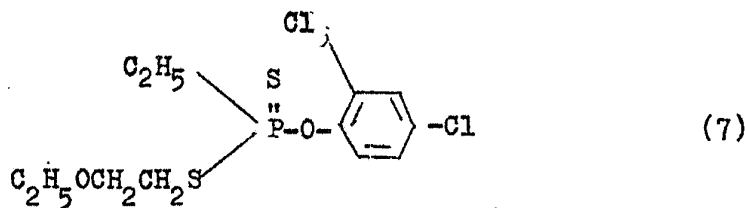
20.



25.

Compuesto No. 7

30.





Las composiciones pesticidas de esta invención se ilustran por los siguientes ejemplos; las partes en ellos indicadas son partes en peso.

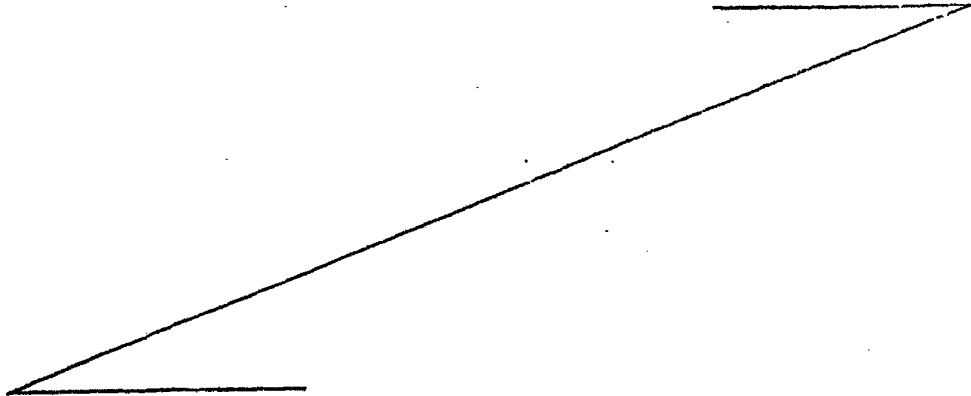
5. Ejemplo I (Polvo mojable)

15 partes del compuesto No. 1, 80 partes de una mezcla de tierra de diatomeas y de caolín (1:5) y 5 partes de un emulsivo "Runnox" (un éter alquilarílico de polioxietileno) fueron mezcladas y molidas para formar un polvo mojable. Este fué diluido con agua hasta una concentración de 0,03 % antes de su aplicación por pulverización.

10. Ejemplo II (Emulsión)

15. 30 partes del compuesto No. 7, 30 partes de xileno, 30 partes de "Kawakasol" (un metilnaftaleno) y 10 partes de "Sorpel" (un éter alquilarílico de polioxietileno) fueron mezcladas y agitadas para formar una emulsión. Esta fué diluida con agua hasta una concentración de 0,03 %, antes de su aplicación por pulverización.

20. Ejemplo III (Polvo seco)





2 partes del compuesto No. 2 y 98 partes de una mezcla de talco y arcilla (1:3) fueron molidas y mezcladas para formar una preparación de espolvoreo.

Ejemplo IV (Polvo seco)

5. 1,5 partes del compuesto No. 6, 0,5 partes de fosfato de isopropilo e hidrógeno y 98 partes de una mezcla de talco y arcilla (1:3) fueron molidas y mezcladas para una preparación de espolvoreo.

Ejemplo V (Gránulos)

10. Una mezcla de 10 partes del compuesto No. 3, 10 partes de bentonita, 78 partes de una mezcla de talco y arcilla (1:3) y 2 partes de una mezcla de sulfonato de lignina, fué mezclada intimamente con 25 partes de agua y la mezcla resultante fué dividida finamente en partículas de malla 20 a 40 (aproximadamente 0,8 a 0,4 mm de abertura) mediante un granulador del tipo de extrusión, para formar gránulos que fueron aplicados por esparcimiento.
- 15.

Ejemplo VI (Gránulos)

20. 95 partes de partículas de arcilla de una distribución de tamaño de partícula de 0,2 a 2 mm fueron cargadas en un mezclador giratorio y, durante la rotación, una solución de 5 partes del compuesto No. 4 en un disolvente orgánico fué pulverizada sobre las partículas. Estas fueron secadas a 40-50° C. para formar gránulos que fueron aplicados por esparcimiento.
- 25.

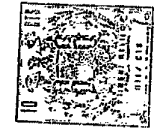
Ejemplo VII (Preparación aceitosa)

30. 0,5 partes del compuesto No. 5, 20 partes de Velsicol AR-50 (un metilnaftaleno) y 79,5 partes de Deobase (kerosina desodorada) fueron mezcladas y agitadas para formar una preparación aceitosa. Esta fué aplicada por



rociada.

5. En comparación con compuestos activos teniendo una estructura similar y compuestos con un tipo de actividad similar, descritos en la literatura, los nuevos compuestos de acuerdo con la presente invención muestran no solamente un mejoramiento substancial del efecto, sino también una toxicidad muy baja para animales de sangre caliente; por consiguiente, los presentes compuestos son de gran utilidad.
10. Ejemplo A  
Ensayo de efectos contra *Tetranychus urticae*  
Preparación de la formulación de muestra:  
Disolvente: 3 partes en peso de xileno  
Emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.
15. Para formar una preparación adecuada de compuesto activo, se mezcló 1 parte en peso del compuesto activo con la cantidad indicada del disolvente que contiene la cantidad indicada del emulsivo, y esta mezcla fué diluida con agua hasta una concentración predeterminada.
20. Método de ensayo!  
Unas plantas de judías (habichuela) con dos hojas principales que fueron cultivadas en macetas de 6 cm de diámetro, fueron infestadas con 50 a 100 ácaros hieladores (*Tetranychus urticae*, adultos y ninfas) que son resistentes a los pesticidas fosfóricos orgánicos usuales, al cabo de dos días, cada maceta fué rociada con 20 ml de una preparación acuosa que contiene una predeterminada concentración del compuesto activo y que fué preparada como se ha detallado arriba, y entonces fué colocada en un in-
- 25.
- 30.



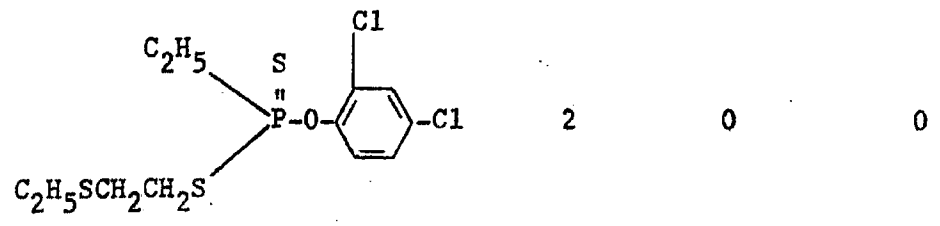
vernáculo. Al cabo de 10 días, el efecto de destrucción fué evaluado de acuerdo con la siguiente escala:

- 3 : ningún adulto y ninfa con vida.
- 2 : menos de un 5 % de adultos y ninfas con vida, en comparación con un testigo no tratado.
- 1 : un 5 % hasta un 50 % de adultos y ninfas con vida, en comparación con un testigo no tratado.
- 0 : más de un 50 % de adultos y ninfas con vida, en comparación con un testigo no tratado.

Los resultados aparecen en la Tabla A.

T A B L A A

15.	Compuesto	concentración del componente activo (% en peso)		
		0,1	0,03	0,01
	No. 1	3	3	3
	No. 2	3	3	3
	No. 3	3	3	3
20.	No. 4	3	3	2
	No. 5	3	3	3
	No. 6	3	3	1
	No. 7	3	3	2

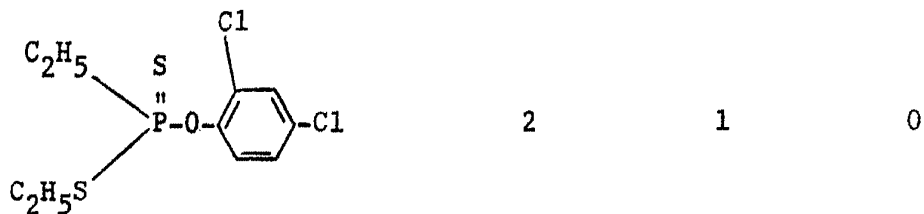


Compuesto de comparación (I)

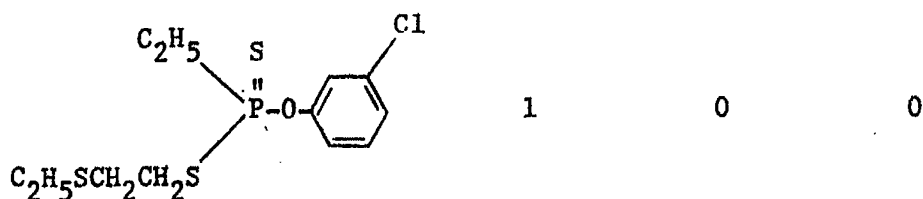


T A B L A A (Continuación)

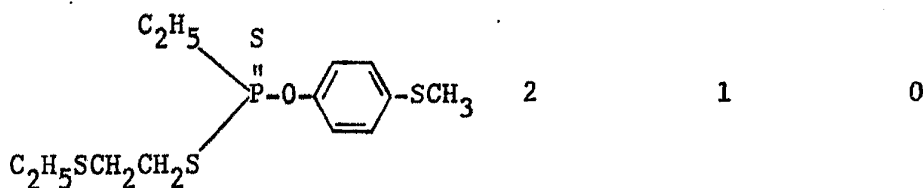
Compuesto	concentración del componente activo (% en peso)		
	0,1	0,03	0,01



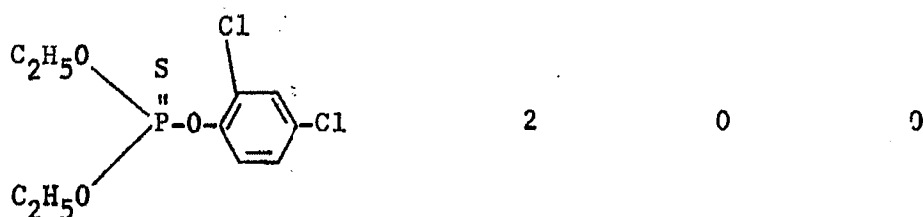
Compuesto de comparación (II)



Compuesto de comparación (III)



Compuesto de comparación (IV)



Compuesto de comparación (V)

- Nota: 1. Compuesto de comparación (II) está descrito en la Patente japonesa publicada No. 24874/63.
2. Compuestos de comparación (III) y (IV) están descritos en la memoria de la Patente alemana No. 1.954.894.
3. Compuestos Nos. 1 a 7 son de acuerdo con la presente invención (Véanse Ejemplos de Preparación).



4. Compuesto de comparación (V) tiene el nombre comercial "Nemacide".

Ejemplo B

Ensayo de efecto contra Prodenia litura.

5. Método de ensayo:

Hojas de batatas fueron sumergidas en una preparación conteniendo una predeterminada concentración del compuesto activo y que fué preparada de acuerdo con el procedimiento descrito en el Ejemplo A. Después de secarse las hojas al aire, se las colocaron en placas de Petri de 9 cm de diámetro. 10 larvas de Prodenia litura (tercera etapa) fueron puestas en cada placa que se mantuvo entonces a una temperatura de 28° C. Al cabo de 24 horas, se contaron los insectos muertos para determinar el grado de destrucción como porcentaje.

Los resultados aparecen en la Tabla B.

TABLA B

Compuesto	grado de destrucción (%) a una concentración del componente activo (en peso) de		
	0,1 %	0,03 %	0,01 %
20. No. 1	100	100	20
No. 2	100	100	50
No. 3	100	80	20
No. 4	100	70	10
No. 5	100	40	10
25. No. 6	100	90	30
No. 7	100	100	60
Compuesto de comparación (I)	0	0	0
Compuesto de comparación (II)	20	0	0
Compuesto de comparación (III)	0	0	0

413375

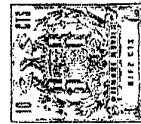


TABLA B (Continuación)

Compuesto	grado de destrucción (%) a una concentración del componente activo (en peso) de		
	0,1 %	0,03 %	0,01 %

5.	Compuesto de comparación (IV)	0	0	0
	Compuesto de comparación (V)	50	0	0

Ejemplo C

Ensayo de efectos contra *Plutella maculipennis*

Método de ensayo:

10. Hojas de col (repollo) fueron sumergidas en una preparación conteniendo una predeterminada concentración del compuesto activo y que fué preparada según el procedimiento descrito en el Ejemplo A. Después de secarse al aire, las hojas fueron colocadas en placas de Petri
15. de 9 cm de diámetro. 10 larvas de *Plutella maculipennis* fueron puestas en cada placa que entonces se colocó en un ambiente a una temperatura constante de 28° C. Al cabo de 48 horas, se contó el número de insectos muertos para determinar el grado de destrucción como porcentaje. Los resultados aparecen en la Tabla C.
- 20.

TABLA C

Compuesto	grado de destrucción (%) a una concentración del componente activo (en peso) de		
	0,1 %	0,01 %	0,001 %

25.	No. 1	100	100	85
	No. 2	100	100	60
	No. 3	100	100	40
	No. 4	100	100	70
	No. 5	100	100	0



TABLA C (Continuación)

Compuesto	grado de destrucción (%) a una concentración del componente activo (en peso) de		
	0,1 %	0,01 %	0,001 %
5. No. 6	100	100	0
No. 7	100	100	90
Compuesto de comparación (I)	70	0	0
Compuesto de comparación (II)	90	0	0
Compuesto de comparación (III)	40	0	0
10. Compuesto de comparación (IV)	100	20	0
Compuesto de comparación (V)	90	10	0

Ejemplo D

Ensayo de efectos contra *Musca domestica*

Método de ensayo:

15. Papel para filtrar fué extendido sobre una placa de Petri de 9 cm de diámetro y 1 ml de una preparación conteniendo una predeterminada concentración del compuesto activo y que fué preparada según el modo de proceder descrito en el Ejemplo A, fué aplicado al papel.
20. 10 adultos hembras de *Musca domestica* fueron puestos en la placa que entonces se colocó en un ambiente a una temperatura constante de 28° C. Al cabo de 24 horas, se contó el número de insectos muertos para determinar el grado de destrucción como porcentaje.

25. Los resultados aparecen en la Tabla D.

TABLA D

Compuesto	grado de destrucción (%) a una concentración del componente activo (en peso) de	
	0,1 %	0,01 %
30. No. 1	100	80



TABLA D (Continuación)

Compuesto	grado de destrucción (%) a una concentración del componente activo (en peso) de	
	0,1 %	0,01 %
5. No. 2	100	100
No. 3	100	100
No. 4	100	90
No. 5	100	100
No. 6	100	100
10. No. 7	100	80
Compuesto de comparación (I)	50	0
Compuesto de comparación (II)	100	30
Compuesto de comparación (III)	10	0
Compuesto de comparación (IV)	80	0
15. <u>Ejemplo E</u>		
Ensayo de efectos contra <i>Meloidogyne incognita</i>		
<u>Preparación de la formulación de muestra:</u>		
20. 2 partes en peso del compuesto activo y 98 partes en peso de talco fueron mezcladas y la mezcla fué molida para formar un polvo seco.		
<u>Procedimiento de ensayo:</u>		
25. La formulación de compuesto activo fué mezclada con tierra (que había sido infestada con nematodos de nudos de raíces de batata), en una cantidad tal que se obtuvo una concentración dada del compuesto activo en la tierra. La tierra tratada fué agitada hasta la distribución uniforme del compuesto activo, y entonces se la introdujo en macetas, cada una de una superficie de 1/5000 de un área. Unas 20 semillas de tomate (variedad Kurihara)		
30. fueron sembradas en cada maceta y cultivadas durante 4 se-		



manas en un invernáculo. Entonces se sacaron las plantas individuales de tomate de la tierra sin dañar las raíces. El grado a que fueron infestadas las raíces por los nematodos, fué evaluado, con respecto a 10 plantas de tomate como grupo, en base a la siguiente escala.

5.

Indice de nudo

- 0 : ningún nudo (efecto total)
- 1 : nudos formados a un grado ligero
- 2 : nudos formados a un grado moderado
- 3 : nudos formados a un grado considerable
- 4 : extrema formación de nudos.

10.

$$\text{Grado de daño} = \frac{\sum (\text{valor de daño}) \times (\text{número de nudos examinados})}{(\text{número total de nudos examinados}) \times 4} \times 100$$

15.

Los resultados aparecen en la Tabla E.

TABLA E

Compuesto	grado de daño (%) a una concentración del componente activo de		
	50 ppm	25 ppm	10 ppm
20. No. 1	0	0	18.8
No. 2	0	0	2.5
No. 3	0	0	15.0
No. 4	0	0	30.0
No. 5	0	3.8	26.7
25. No. 6	0	4.3	18.7
No. 7	0	4.0	22.2
Compuesto de comparación (V)	0	1.3	25.0

N O T A

30. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica,



5.

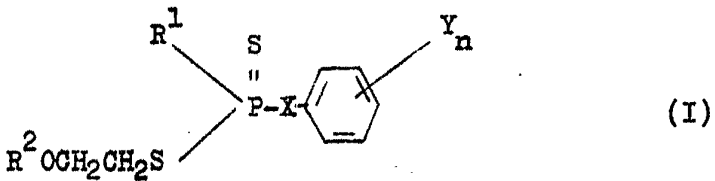
debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Japón, con fecha 6 de abril de 1.972, bajo el número Sho 47-33844; 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 Inven-

10.

ción por 20 años en España, sobre: PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR ESTERES DE ACIDOS DI- Y TRITIOFOSFONICOS; caracterizándose por lo siguiente:

15.

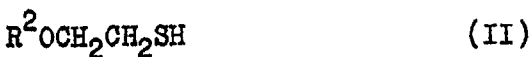
1.- Procedimiento para preparar esterés de ácidos di- y tritiofosfónicos, de fórmula general:



20.

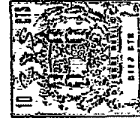
en la cual R<sup>1</sup> y R<sup>2</sup> que pueden ser idénticos o distintos, representan cada uno alquilo con 1 a 6 átomos de carbono; X es oxígeno o azufre; n es 1 ó 2, e Y representa alquilo con 1 a 6 átomos de carbono, alquilmercapto con 1 a 6 átomos de carbono o halógeno; caracterizado porque un 2-alcoxi-etilmercaptano de fórmula general:

25.



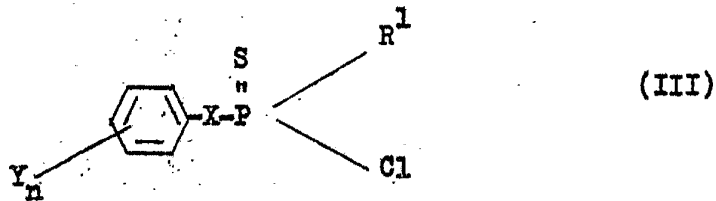
30.

se hace reaccionar, como tal o en forma de una sal metá-



lica del mismo, con un cloruro de ácido alcano-O-(o S)-fe-  
niltio- o -fenilditiofosfónico de fórmula general:

5.



10.

en donde  $R^1$ ,  $R^2$ , X, Y y  $n$  se definen como anteriormente.

15.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-  
racterizado porque el 2-alcoximercaptano (II) se hace reac-  
cionar como tal en presencia de un agente ligador de áci-  
dos.

20.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-  
racterizado porque el 2-alcoxiethylmercaptano (II) se ha-  
ce reaccionar en la forma de una de sus sales sódica o po-  
tásica.

25.

4.- Procedimiento según cualquiera de las rei-  
vindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la reacción es  
llevada a cabo en presencia de un diluyente o disolvente  
inerte.

30.

5.- Procedimiento según cualquiera de las rei-  
vindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la reacción es  
llevada a cabo a una temperatura entre  $-20^{\circ}\text{C}$  y el punto  
de ebullición de la mezcla de reacción.

6.- Procedimiento según la reivindicación 5, ca-  
racterizado porque la reacción es llevada a cabo a una tem-

129



413375

peratura entre 0º y 100ºC o al punto de ebullición de la mezcla de reacción si éste es inferior a 100ºC.

7.- Procedimiento para preparar ésteres de ácidos di- y tritiofosfónicos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

5.

Esta Memoria consta de 26 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 16 AGO. 1975

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT.-

J. GOMEZ ADEJO Y NUÑEZ  
P. p. Firmado: L. Goetz Fernández