

REF.: Case No 47-39.020

413851



Int. Cl.: C07F//A01N

NUMERO 413.851

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un a

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: KUMIAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.

RESIDENCIA: No 6-2, 2-chome, Ohte-Machi, Chiyoda-ku

TOKYO, Japón.

ENUNCIADO: UN METODO DE OBTENCION DE COMPUESTOS DE

TIOUREIDOBENCENO.

Prioridad: Patente Japonesa no 39,020/72 del 18-4-72

l.a.

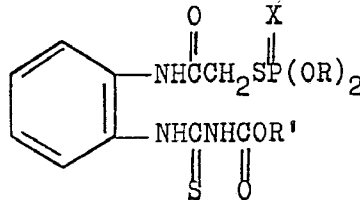
413851

- 2 -



1 Esta invención se refiere a nuevos compuestos de la serie de los tioureidobencenos de fórmula general:

5



10

donde R y R' son grupos alquilo inferior y X es un átomo de oxígeno o azufre, a un método para la producción de dichos compuestos, a un método para utilizar estos compuestos y a composiciones acaricidas y fungicidas que contienen estos compuestos como ingrediente activo.

15

Los compuestos de la serie del tioureidobenceno de esta invención presentan una gran actividad de protección contra el Tetranichus telarius y también protegen las enfermedades del arroz, como el añublo del arroz (Piricularia oryzae), la roña de la vaina (Pellicularia sasaki) y similares; enfermedades de los vegetales, como Sclerotinia sclerotiorum, Colletotrichum lagenarium (pepino) y similares y enfermedades de los frutos como Elsinoe fawcetti y Diaporthe citri en los naranjos, Venturia pirina (en las peras) y similares.

20

25

30

Para proteger de los ácaros y las enfermedades a las plantas hortícolas y agrícolas, se han puesto a punto y se han utilizado en la práctica diversos pesticidas pero son pocos los pesticidas satisfactorios por su actividad fungicida y su fitotoxicidad. Además, el uso de pesticidas ha sido recientemente regulado con gran severidad a la vista de su toxicidad residual o toxicidad crónica así como su toxicidad aguda y son pocos los pesticidas que pueden utilizarse con se-

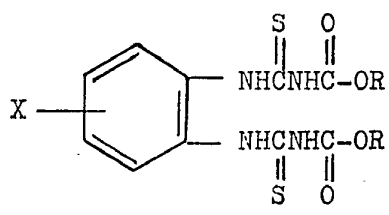
413851



11 AGO. 1953

1 guridad. En consecuencia, los inventores han sintetizado un
 gran número de compuestos orgánicos y han realizado repetidos
 ensayos de su actividad fisiológica. Como resultado de todo
 ello se ha encontrado que los compuestos de esta invención
 5 poseen una excelente actividad acaricida y fungicida y son
 eficaces para proteger contra diversos ácaros y enfermedades
 vegetales.

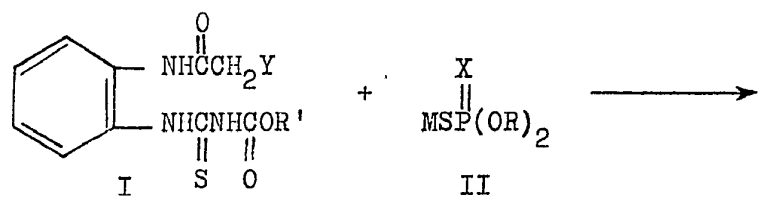
Como compuestos ya conocidos de la serie del tio-
 ureidobenceno, la patente japonesa nº 594.330 ha descrito los
 10 compuestos de fórmula general:



15 donde X es hidrógeno, un grupo nitro, un átomo de halógeno
 o un grupo alquilo inferior y R es un grupo alquilo inferior.

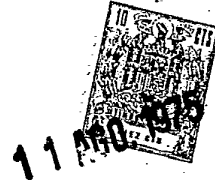
Sin embargo, los compuestos de acuerdo con esta
 invención que contienen un átomo de fósforo son nuevos y pre-
 20 sentan una actividad mucho mayor que los compuestos ya cono-
 cidos, careciendo de fitotoxicidad y de toxicidad contra el
 organismo humano y los animales domésticos y pueden ser uti-
 lizados con seguridad.

Los compuestos de esta invención pueden ser
 25 producidos según el siguiente esquema de reacción:

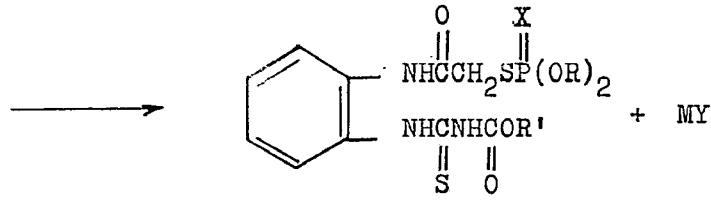


30

413851



1



5

En las fórmulas anteriores, R, R' y X tienen el significado ya descrito e Y es un átomo de cloro o bromo y M es amonio o un metal alcalino.

Los compuestos de fórmula (I) y los compuestos de fórmula (II) se hacen reaccionar en un disolvente alcohólico como metanol, etanol o butanol; cetonas como acetona, metil-etil-cetona; hidrocarburos alifáticos, como éter de petróleo, ligroína o hexano; hidrocarburos aromáticos, como benceno, toluol o xilol; éteres, como éter etílico o dioxano; ésteres, como acetato de metilo, acetato de etilo, dimetilformamida, dimetilacetamida, dimetilsulfóxido y similares. La temperatura de reacción es de 0-100°C, preferiblemente de 50-80°C y el tiempo de reacción es de 1 a 10 horas. Desde el punto de vista económico, es suficiente un tiempo de reacción de 3 a 4 horas. Se prefiere agregar una cantidad equivalente o un ligero exceso del compuesto (II) sobre el compuesto (I).

20

La purificación puede efectuarse por recristalización del compuesto sintetizado de una mezcla de alcohol y agua.

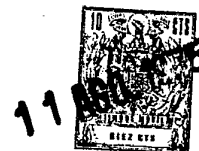
25

A continuación explicaremos con más detalle la síntesis de los compuestos de esta invención mediante los siguientes ejemplos:

30

413851

- 5 -

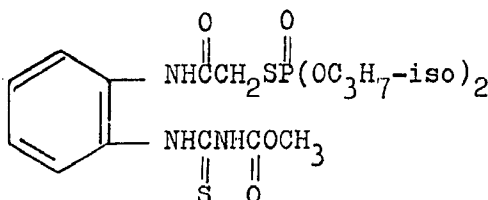


1

EJEMPLO 1.

1-Di-isopropoxifosfiniltioacetamido-2-(3-metoxicarbonil-2-tio-
ureido)benceno

5



10

Se mezclan 30,1 g (0,1 moles) de 1-cloroacetamido-2-(3-metoxicarbonil-2-tioureido)benceno y 23,6 g (0,1 moles) de o,o-di-isopropiltiofosfato potásico, se disuelven en 250 ml de acetona y la solución resultante se hace reaccionar a la temperatura ambiente durante una hora y después bajo reflujo durante 2 horas, mediante calefacción. Después de enfriar, el sólido formado se filtra y el filtrado se condensa bajo presión reducida. El sólido precipitado se tritura bien y después se lava con agua y se seca. A continuación el producto obtenido se recristaliza de benceno para obtener 36,8 g de cristales blancos pulverulentos con un punto de fusión de 122-124°C. El rendimiento es de 79,5 %.

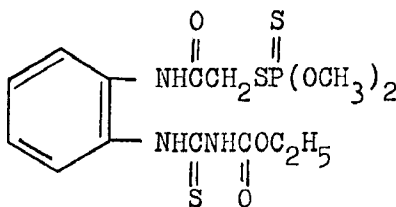
15

20

EJEMPLO 2

1-Dimetoxifosfinotioiltioacetamido-2-(3-metoxicarbonil-2-tio-
ureido)benceno

25

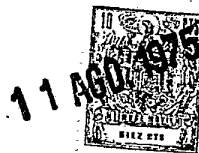


30

Se disuelven 36,0 g (0,1 moles) de 1-bromoacetamido-2-(3-etoxicarbonil-2-tioureido)benceno en 300 ml de acetonitrilo y a la solución resultante se añade gota a gota una solución de 18,0 g (0,1 moles) de o,o-dimetilditiofosfato só-

413851

- 6 -

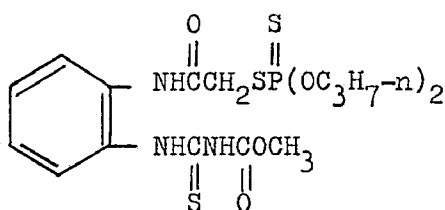


1 dico en 100 ml de acetonitrilo, mientras se enfría con agua.
 y se agita. Prácticamente no se eleva la temperatura. Después
 de la adición, la reacción se lleva a cabo a la temperatura
 ambiente durante una hora y después a reflujo durante 2 horas,
 5 mediante calefacción. Después de enfriar la solución reaccio-
 nante se vierte sobre agua de hielo para precipitar cristales
 que se recogen y después se secan y recristalizan de una mez-
 cla disolvente de benceno y hexano para formar 37,1 g de cris-
 10 tales blancos pulverulentos con un punto de fusión de 106-
 108°C. El rendimiento es de 84,9 %.

EJEMPLO 3

1-Di-n-propoxifosfinotioiltioacetamido-2-(3-metoxicarbonil-
 2-tioureido)benceno

15



20

25

Se mezclan 30,1 g (0,1 moles) de 1-cloroacetamido-
 2-(3-metoxicarbonil-2-tioureido)benceno y 25,3 g (0,1 moles)
 de o,o-di-n-propilditiofosfato potásico, se disuelven en
 500 ml de acetona y la solución resultante se hace reaccionar
 a reflujo calentando durante 3 horas mientras se agita. Des-
 pués de enfriar, se filtra el sólido formado y el filtrado se
 concentra a presión reducida. El precipitado resultante se re-
 cristaliza de una solución de alcohol metílico y agua en una
 proporción de 3:1 para obtener 42,7 g de cristales blancos
 pulverulentos con un punto de fusión de 98-100°C. El rendi-
 miento es del 89 %.

30

De la misma forma se obtienen los siguientes com-
 puestos:

413851

- 7 -

4

1	Compuesto nº	Estructura	Nombre químico
5	1		1-Dimetoxifosfinil-tioacetamido-2-(3-metoxicarbonil-2-tioureido)benzeno
10	2		1-Dimetoxifosfinotioiltioacetamido-2-(3-metoxicarbonil-2-tioureido)benzeno
15	3		1-Di-isopropoxifosfiniltioacetamido-2-(3-metoxicarbonil-2-tioureido)benzeno
20	4		1-Di-n-propoxifosfinotioiltioacetamido-2-(3-metoxicarbonil-2-tioureido)benzeno
25	5		1-Di-isopropoxifosfinotioiltioacetamido-2-(3-metoxicarbonil-2-tioureido)benzeno
30	6		1-Di-n-propoxifosfiniltioacetamido-2-(3-metoxicarbonil-2-tioureido)benzeno
35	7		1-Di-n-butoxifosfiniltioacetamido-2-(3-metoxicarbonil-2-tioureido)benzeno

413851 11 AGO. 1978



Químico	P.F. (P.E.) °C	Aspecto
N-(2-tioacetamido-2- -2-tioureido)benzeno	106-110	Cristales pulverulentos de color pardo claro
N-(2-tioacetamido-2- -2-tioureido)benzeno	115-119	Cristales pulverulentos de color pardo claro
N-(2-tioacetamido-2- -2-tioureido)benzeno	122-124	Cristales blancos pul- verulentos
N-(2-tioacetamido-2- -2-tioureido)benzeno	98-100	Cristales blancos pul- verulentos
N-(2-tioacetamido-2- -2-tioureido)benzeno	88-91	Cristales pulverulentos de color pardo claro
N-(2-tioacetamido-2- -2-tioureido)benzeno	>140/0,1 mm Hg	Sustancia gelatinosa parda
N-(2-tioacetamido-2- -2-tioureido)benzeno	>150/0,4 mm Hg	Sustancia gelatinosa parda

413851
413851



Compuesto nº	Estructura	Nombre químico	P.E. (P.E.) °C	Aspecto
8		1-Di-n-butoxifosfinotioiltioacetamido-2-(3-metoxicarbonil-2-tioureido) benceno	85-87	Cristales pulverulentos de color pardo claro
9		1-Di-sec-butoxifosfinotioiltioacetamido-2-(3-metoxicarbonil-2-tioureido) benceno	79-82	Cristales pulverulentos de color pardo claro
10		1-Dimetoxifosfinotioiltioacetamido-2-(3-etoxicarbonil-2-tioureido) benceno	106-108	Cristales blancos pulverulentos
11		1-Dietoxifosfinotioiltioacetamido-2-(3-etoxicarbonil-2-tioureido) benceno	98-101	Cristales prismáticos de color pardo claro
12		1-Di-isopropoxifosfinotioiltioacetamido-2-(3-etoxicarbonil-2-tioureido) benceno	107, 5-111	Cristales blancos pulverulentos

1

5

10

15

20

25

30

413851

4

1	Compuesto nº	Estructura	Nombre químico
5	8		1-Di-n-butoxifosfinotioil 2-(3-metoxicarbonil-2-tio
	9		1-Di-sec-butoxifosfinotioi 2-(3-metoxicarbonil-2-tio
10	10		1-Dimetoxifosfinotioiltio (3-etoxicarbonil-2-tiourei
15	11		1-Dietoxifosfiniltioacetar etoxicarbonil-2-tioureido)
20	12		1-Di-isopropoxifosfiniltio 2-(3-etoxicarbonil-2-tiour
25			
30			

41385 11 AGO 1975



Nombre químico	P.E. (P.E.) °C	Aspecto
n-butoxifosfinotioacetamido- metoxicarbonil-2-tioureido) benceno	85-87	Cristales pulverulentos de color pardo claro
sec-butoxifosfinotioacetamido- metoxicarbonil-2-tioureido) benceno	79-82	Cristales pulverulentos de color pardo claro
etoxifosfinotioacetamido-2- oxicarbonil-2-tioureido) benceno	106-108	Cristales blancos pulverulentos
toxifosfinotioacetamido-2-(3- carbonil-2-tioureido) benceno	98-101	Cristales prismáticos de color pardo claro
isopropoxifosfinotioacetamido- etoxicarbonil-2-tioureido) benceno	107,5-111	Cristales blancos pulverulentos

415051

- 9 -



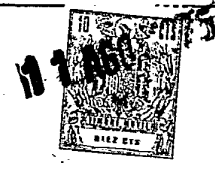
1 Cuando los compuestos de esta invención se utilizan
como acaricidas o fungicidas, se mezclan con un vehículo ade-
cuado y se formulan en forma de polvos mojables, polvos finos,
5 gránulos y concentrados emulsionables. Estas composiciones
pueden ser utilizadas directamente o después de diluídas con
un diluyente o mezcladas con otros materiales. Además, los com-
puestos de esta invención pueden ser utilizados más amplia-
mente empleándolos junto con otros fungicidas e insecticidas.

10 El vehículo puede ser sólido o líquido. Cuando el
vehículo se utiliza junto con agentes tensoactivos o disper-
santes, pueden obtenerse composiciones pesticidas con propieda-
des mejoradas. Como vehículo sólido puede hacerse uso del tal-
co, tierra de diatomeas, gel de sílice y otros diversos mate-
riales. Como disolvente líquido puede hacerse uso de los diso-
15 lventes habitualmente utilizados para la preparación de compo-
siciones pesticidas, como metil-etil-cetona y otros compues-
tos alifáticos y xileno y otros compuestos aromáticos.

20 Como agentes tensoactivos puede hacerse uso de emul-
gentes, como éter polioxietilentalquilarílico, éter polioxieti-
lenalquílico, ésteres de ácidos polioxietilentalifáticos, alquil-
arilsulfonatos, éteres polioxietilentalquildifenílicos,
etc, solos o en mezcla; agentes humectantes, como alquilaril-
sulfonatos, éteres polioxietilentalquilarílicos, laurilsulfa-
25 tos, polioxietilentalquilarilsulfonatos, etc; dispersantes co-
mo lingninsulfonatos, PVA, CMC, un condensado de un alquilaril-
sulfonato con formaldehído, etc.

30 Los compuestos de esta invención se mezclan con un
vehículo sólido para preparar polvos finos. Además, los com-
puestos se mezclan con un vehículo sólido y de 1 a 3 % de un
agente tensoactivo como agente humectante para preparar un

413031 10-



1 polvo mojable, que se diluye con agua y se usa. Los compuestos
se mezclan con un disolvente y de 5 a 15 % de un agente tenso-
activo como emulgente para preparar un concentrado emulsiona-
ble, que se diluye con agua hasta una concentración adecuada
5 y se usa. Además, los compuestos pueden mezclarse con un vehí-
culo sólido, un agente tensoactivo y otros coadyuvantes y pue-
den ser utilizados en forma de gránulos.

La invención será ahora explicada con detalle hacien-
do referencia a los siguientes ejemplos de formulación de di-
10 versas composiciones. Los aditivos y los ingredientes activos
pueden ser variados dentro de amplios límites.

EJEMPLO 4

Polvo mojable

15 Para preparar un polvo mojable se mezclan homogénea-
mente y se muelen 50 partes (en adelante "partes" significa
en peso) del compuesto nº 2 antes citado, 20 partes de tierra
de diatomeas, 25 partes de talco y 5 partes del agente humec-
tante Sorpol (nombre comercial de una mezcla de dinaftilmeta-
nodisulfonato sódico y ligninsulfonato sódico, fabricada por
20 Toho Kagaku Co.).

EJEMPLO 5

Polvos finos

25 Se mezclan y muelen para preparar un polvo fino
3 partes del compuesto nº 1, 47 partes de talco, 47 partes
de arcilla y 3 partes de carbón blanco.

EJEMPLO 6

Gránulos

30 Se mezclan homogéneamente y se muelen 20 partes del
compuesto nº 4, 2 partes de dodecilbenzosulfonato sódico y
78 partes de tierra de diatomeas y después se amasan con 25

413851



1 partes de agua. La mezcla amasada se extruye a través de una
máquina granuladora del tipo de extrusión para obtener unos
gránulos que se secan y tamizan para preparar una composición
granulada. La excelente actividad acaricida y fungicida de
5 los compuestos de esta invención será explicada mediante los
siguientes ensayos.

ENSAYO 1

Experimento sobre la actividad para evitar el añublo del
arroz

10 Una maceta no vidriada, con un diámetro de 2 cm,
plantada con 20 plantitas de arroz en la fase de 4-5 hojas
(especie Aichi Asahi) se monta en una mesa giratoria y sobre
las plantas de arroz se pulveriza una dispersión obtenida di-
luyendo con agua el polvo mojable de esta invención, prepara-
15 do en el Ejemplo 4, bajo una presión de pulverización de
0,5 kg/cm², mediante una pistola pulverizadora, a razón de
30 ml por maceta.

20 Tres días después de la pulverización, se pulveriza
sobre las plantas de arroz, a razón de 5 ml por maceta, una
suspensión de esporas de Fricularia oryzae en agua, formada
por inoculación sucesiva del añublo del arroz en una planta
de un invernadero y ajustando la concentración de esporas de
manera que se observen 20 esporas en el campo visual de un
microscopio (15 x 10 aumentos).

25 Después de la inoculación, la maceta se coloca en
una cámara húmeda (saturada de humedad a 24°C), formada por
una hoja vinílica, durante 24 horas y después se transfiere
a un invernadero que se mantiene a temperatura elevada para
propagar las manchas de enfermedad. Siete días después de la
30 inoculación, se cuenta el número de las manchas enfermas en

413851



1 10 hojas de cada maceta para calcular el grado de protección.
 Los resultados obtenidos se encuentran en la siguiente Tabla I

5
$$\text{Grado de protección (\%)} = \frac{\text{Número de manchas enfermas en la maceta no tratada} - \text{Número de manchas enfermas en la maceta tratada}}{\text{Número de manchas enfermas en la maceta no tratada}} \times 100$$

TABLA I

Compuesto núm.	Concentración (ppm)	Grado de protección (%)	Fitotoxicidad
1	250	96,8	nula
10 2	"	100	"
3	"	94,7	"
4	"	100	"
5	"	100	"
6	"	98	"
15 7	"	99,2	"
8	"	100	"
9	"	100	"
10	"	100	"
11	"	95,1	"
20 12	"	99,2	"
Blastin*	"	95,2	"

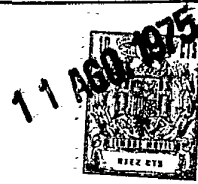
* Alcohol pentaclorobencílico.

ENSAYO 2

25 Experimento sobre la actividad para evitar la roña de la vaina en las plantas de arroz

30 Se monta en una mesa giratoria una maceta con un diámetro de 9 cm, plantada con 3 grupos de plantitas de arroz en la fase de 5-6 hojas (especie Kinmaze) a razón de 3 plantas cada grupo y sobre las plantas de arroz se pulveriza una dispersión obtenida diluyendo con agua el polvo mojable prepara-

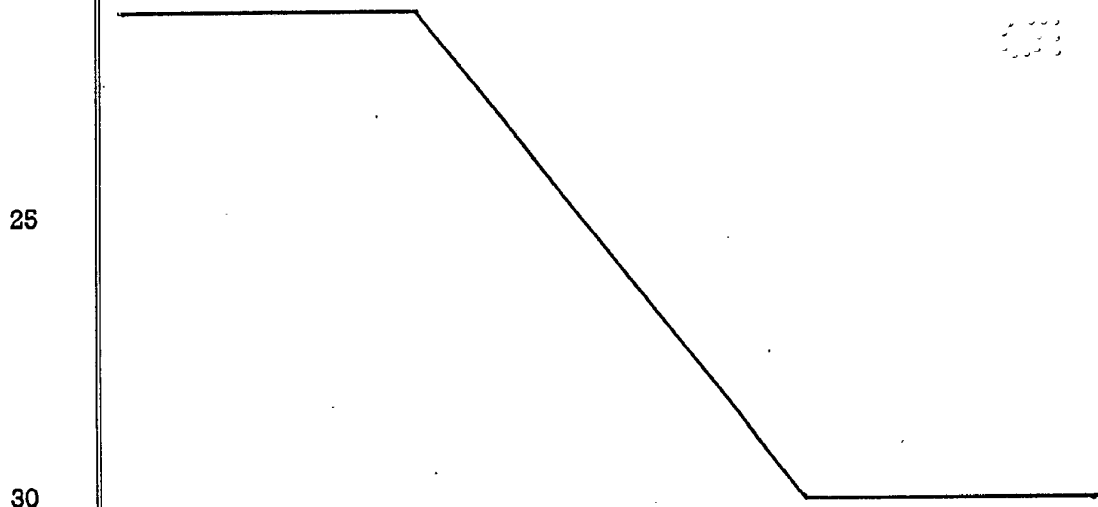
413851



1 do en el Ejemplo 4, bajo una presión de pulverización de
2 1,0 kg/cm², mediante una pistola pulverizadora, a razón de
3 30 ml por maceta. Al día siguiente de la pulverización, se
4 inocula Pellicularia sasaki, sobre las plantas de arroz así
5 tratadas. La inoculación de Pellicularia sasaki se realiza
6 de la siguiente manera. Se cultiva Pellicularia sasaki en
7 una placa Petri que contiene un medio de ágar de patata, du-
8 rante 3 días, y después el medio se transfiere a unas placas
9 con un diámetro de 10 mm. A continuación se inserta el disco
10 entre las partes de la base de las plantas de arroz para efec-
11 tuar la inoculación. Después de la inoculación, la maceta se
12 mantiene a temperatura elevada en un invernadero durante 10
13 días. Después se cuenta el número de manchas enfermas en 9
14 tallos por maceta para calcular el grado de protección de
15 acuerdo con la siguiente fórmula:

$$\text{Grado de protección (\%)} = \left(1 - \frac{\text{Número de manchas enfermas en la maceta tratada}}{\text{Número de manchas enfermas en la maceta no tratada}} \right) \times 100$$

16 Los resultados obtenidos se encuentran en la si-
17 guiente Tabla II.



413851



TABLA II

Compuesto núm.	Concentración (ppm)	Grado de protec- ción (%)	Fitotoxicidad
1	125	100	nula
2	"	98,2	"
3	"	99,1	"
4	"	98	"
5	"	100	"
6	"	100	"
7	"	97,6	"
8	"	100	"
9	"	100	"
10	"	99,4	"
11	"	97,8	"
12	"	100	"
Composición lí- quida de neoa- sozina*		32	98,8

* Constituída principalmente por sales férrico-amónicas del ácido metanoarsónico.

ENSAYO 3

Experimento sobre la actividad para impedir la enfermedad cau-
sada por la Sclerotinia sclerotiorum sobre las judías verdes

Sobre una planta de judía verde en la fase de 2
hojas, plantada en una maceta sin vidriar con un diámetro de
15 cm, se pulveriza una dispersión obtenida diluyendo en agua
el polvo mojable preparado en el Ejemplo 4, a razón de 15 ml
por maceta. Al cabo de 1 día la planta de judía se inocula
con un disco (de 6 mm de diámetro) de un medio de ágar extrac-
to de patata en el que se ha cultivado Sclerotinia sclerotio-
rum. Cuatro días después de la inoculación, se determina la

413851



1 morbilidad de acuerdo con la siguiente escala. Los resultados se encuentran en la Tabla III.

Escala estimativa de la morbilidad:

- 0: Ausencia de enfermedad
- 5 1: Enfermedad inmediatamente debajo de la región inoculada o alrededor de dicha región
- 2: Enfermedad en la quinta parte aproximadamente de las hojas inoculadas
- 10 3: Enfermedad en las 2/5 partes de las hojas inoculadas
- 4: Enfermedad en las 3/5 partes de las hojas inoculadas
- 15 5: Enfermedad en las 4/5 partes de las hojas inoculadas.

15 Grado de protección (%) = $(1 - \frac{0xu_1 + 1xu_2 + \dots + 5xu_5}{5x \sum u_i}) \times 100$

u_{1-5} : Número de hojas de la escala estimativa de morbilidad.

TABLA III

20	Compuesto núm.	Concentración (ppm)	Grado de protección (%)	Fitotoxicidad
	1	250	91	nula
	2	"	93	"
	3	"	84	"
	4	"	82	"
	5	"	68	"
25	6	"	92	"
	7	"	91	"
	8	"	96	"
	9	"	93	"
	10	"	86	"
	11	"	91	"
	12	"	90	"
30	Compuesto (A) [ⓧ]	"	21	"

413851-16 -



1 * Compuesto (A): 1,2-bis(3-etoxicarbonil-2-tioureido)benceno, descrito en la patente japonesa n° 594.330

ENSAYO 4

Experimento sobre la actividad para impedir la enfermedad del

5 Colletotrichum lagenarium en el pepino

10 Cuando se siembran 15 semillas de pepino (especie Sagami Hanpaku) en una maceta sin vidriar, con un diámetro de 4 cm, y aparecen los cotiledones, se pulveriza sobre las plantitas de pepino una dispersión obtenida diluyendo con agua el polvo mojable preparado en el Ejemplo 4, bajo una presión de pulverización de $1,0 \text{ kg/cm}^2$, mediante una pistola pulverizadora, a razón de 20 ml por maceta, estando la maceta montada en una mesa giratoria. Al cabo de 24 horas se pulveriza Colletotrichum lagenarium del pepino y se inocula en las plantas de pepino. El Colletotrichum lagenarium ha sido cultivado sobre un medio de ágar de maíz durante 10 días para obtener las esporas. Después la concentración de esporas se ha ajustado de forma que se observen 200 esporas en el campo visual de un microscopio (15 x 10 aumentos). La suspensión de esporas así formada se pulveriza sobre las plantas de pepino a razón de 4 ml por maceta. Después de la inoculación, la maceta se introduce en una cámara húmeda (saturada de humedad a 24°C) fabricada con lámina de vinilo, durante 48 horas y después se transfiere a un invernadero. Siete días después de la inoculación se determina el número de manchas enfermas. Se cuenta el número de manchas de enfermedad en los cotiledones de 10 plantitas de pepino y se calcula el grado de protección. Los resultados obtenidos se encuentra en la siguiente Tabla IV.

30

413851



1 Grado de protección (%) = $(1 - \frac{\text{Número de manchas enfermas en la maceta tratada}}{\text{Número de manchas enfermas en la maceta no tratada}}) \times 100$

TABLA IV

5

Compuesto núm.	Concentración (ppm)	Grado de protección (%)	Fitotoxicidad
1	250	100	nula
2	"	100	"
3	"	99,8	"
4	"	100	"
10 5	"	100	"
6	"	100	"
7	"	100	"
8	"	100	"
9	"	100	"
15 10	"	100	"
11	"	98,6	"
12	"	100	"
Compuesto (A)	"	90,8	"

ENSAYO 5

20 Experimento sobre la actividad contra los adultos o huevos de

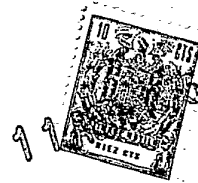
Tetranychus telarius

(1) Ensayo para combatir los huevos:

25 Mediante un sacabocados de 3 cm se corta en círculos la primera hoja de una planta de judía cultivada en una maceta de 10 cm de diámetro y cada círculo cortado se infesta con 5 ácaros adultos de Tetranychus telarius y se dejan en reposo. Veinticuatro horas después de la infestación se retiran los ácaros adultos para que la edad de los huevos sea uniforme. Las hojas con huevos depositados se sumergen durante

30 10 segundos en una dispersión acuosa obtenida diluyendo con

413851



1 agua el polvo mojable preparado en el Ejemplo 4, hasta una
 concentración dada. El porcentaje de huevos destruidos se de-
 termina como sigue. Antes de abrirse se cuenta el número de
 5 huevos y cuando todos los huevos de la hoja no tratada se han
 abierto, se cuenta el número de huevos abiertos en la hoja
 tratada.

(2) Ensayo de destrucción de adultos:

Se cortan con un sacabocados unas hojas de judía
 en la fase de dos hojitas y la hoja cortada se sumerge durante
 10 segundos en una dispersión obtenida diluyendo con agua el
 polvo mojable preparado en el Ejemplo 4 hasta una concentra-
 ción dada y después la hoja sumergida se seca al aire y se
 infesta con los adultos. Al cabo de 3 días se determina el
 número de adultos vivos.

15 Ambos ensayos, para huevos y adultos, se realiza-
 ron dos veces, encontrándose 50 adultos en una zona.

Los resultados obtenidos están indicados en la
 siguiente Tabla V.

TABLA V

Compuesto núm.	Concentración (ppm)	Porcentaje de hue- vos destruidos (%)	Porcentaje de adultos destruidos (%)
1	500	98,5	100
2	"	100	100
3	"	100	100
4	"	98,5	100
5	"	92,0	100
25 6	"	95,8	100
7	"	99,0	100
8	"	100	100
9	"	100	100
10	"	100	99,2
11	"	100	100
12	"	100	100
30 Ninguno	-	0	0



413851

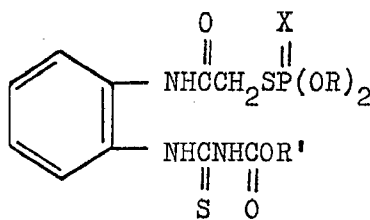
1

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

5

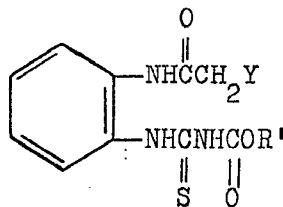
1. Un método de obtención de compuestos de tio-ureidobenceno de fórmula general



10

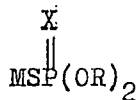
donde R y R' son grupos alquilo inferior y X es un átomo de oxígeno o azufre, cuyo método consiste en hacer reaccionar un compuesto de fórmula general

15



20

donde Y es un átomo de cloro o de bromo y R' tiene el significado antes descrito, con un compuesto de fórmula general



25

donde M es amonio o un metal alcalino, siendo X y R los definidos anteriormente.

30

2. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la patente de invención que se solicita por: UN METODO DE OBTENCION DE COMPUESTOS DE TIOUREIDOBENCENO.

43851



1

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de veinte páginas mecanografiadas.

5

Madrid, 17 de abril de 1.973

BERNARDO UNGRIA

P.P.

10

15

20

25

30