

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

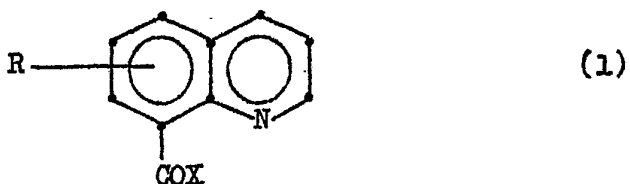
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE DERIVADOS DE ACI  
DOS QUINOLIN-8-CARBOXILICOS", a favor de la firma italiana  
MONTEDISON S.p.A., residente en MILAN (Italia)

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

El presente invento se refiere al empleo de  
agentes pesticidas de una clase de compuestos derivados  
de ácidos quinolin-8-carboxílicos, las composiciones  
que contienen dichos compuestos y al empleo de dichas  
5. composiciones para los mismos fines.

Los compuestos de conformidad con el invento  
pertenecen a la clase de la fórmula



en la que

R = H, alquilo  $\text{C}_1-\text{C}_3$ , halógeno, alquenoilo  $\text{C}_2-\text{C}_6$



5.  $CF_3$ , alcoxilo  $C_1-C_3$ , alquiltio  $C_1-C_3$ ,  
 $X = OY$ , donde  $Y = H$ , alquilo  $C_1-C_6$ , alquenilo  
 $C_2-C_6$ , alquinilo  $C_2-C_6$ , eventualmente substi-  
tuido, metal alcalino, metal alcalinotérreo,  
metal del grupo de transición y Mn,  
 $NR_2$  donde "R" tiene el significado expuesto  
antes;

10. y sus derivados cuaternizados de nitrógeno quinolínico.  
Los compuestos que comprende la estructura (1) se distin-  
guen por un buen grado de actividad pesticida, en parti-  
cular como insecticidas.

15. Dentro del alcance de este invento quedan com-  
prendidas también las composiciones que contienen, como  
principio activo, los compuestos según este invento,  
como los polvos humectables, aceites emulgentes, y las  
formulaciones granulares y en polvo. La preparación de  
estas composiciones puede llevarse a cabo operando según  
los procedimientos conocidos en el arte.

20. Los ejemplos que siguen se ofrecen para poner  
de relieve los aspectos esenciales del invento, siendo  
útiles para una fácil y exacta comprensión del objeto.  
Sin embargo, debe hacerse constar que pueden introducirse  
variantes obvias a la técnica de preparación de los  
compuestos del invento, variantes en el empleo y método  
de aplicación, sin por ello apartarse del principio y  
25. alcance de protección del invento.

EJEMPLO 1

En un reactor equipado con agitador, termómetro,  
refrigerador de reflujo, embudo separador y baño calefactor,



se introducen las sustancias siguientes:

0,1 mol de ácido antranílico

0,15 moles de glicerina

una cantidad de ácido sulfúrico al 85% igual al peso del ácido antranílico.

5.

Se agita esta masa y se calienta lentamente hasta obtener una temperatura de 100°C, forzándose a continuación al calentamiento hasta alcanzar una temperatura comprendida entre 140° y 150°C, a cuya temperatura se inicia la reacción.

10.

Se produce una viva reacción y genera considerable calor. Se agita la masa durante 1 hora aproximadamente.

Una vez completada la reacción se adiciona a la masa

0,12 moles de ácido meta-nitro-fenil-sulfónico y se

15.

somete luego a reflujo durante 4 horas y media. A continuación se deja que se enfríe y luego se vierte en H<sub>2</sub>O.

Luego se extrae con cloruro de metileno y se lava repetidamente el extracto con H<sub>2</sub>O; se evapora a continuación el disolvente a presión reducida y se deja que cristalice el

extracto a la temperatura del ambiente.

20.

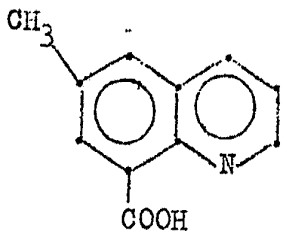
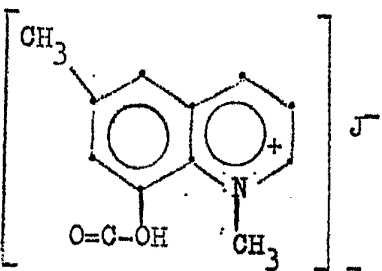
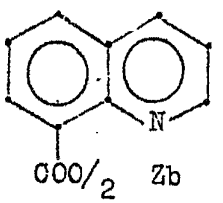
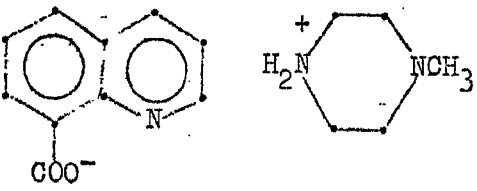
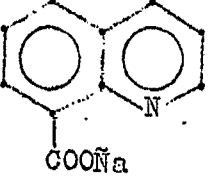
El residuo que se obtiene, después de recrystalizado, ofrece un punto de fusión de 189°C y está constituido por el ácido quinolin-8-carboxílico.

#### EJEMPLOS 2 a 19

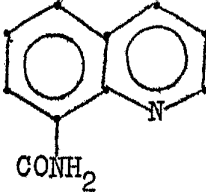
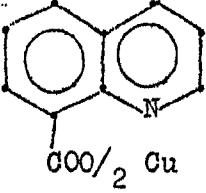
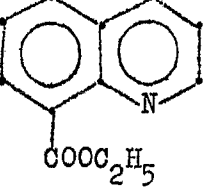
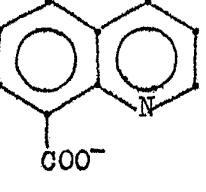
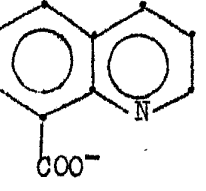

25.

Procediendo en la forma que se ha expuesto en el ejemplo 1, pero variando apropiadamente los reactivos y/o con reacciones sucesivas del arte anterior, se obtienen los productos que se exponen en la tabla que sigue.

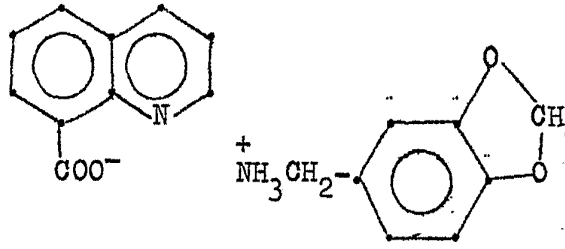
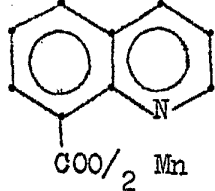
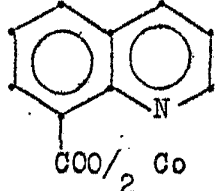
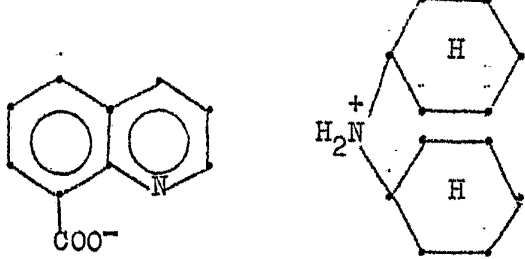
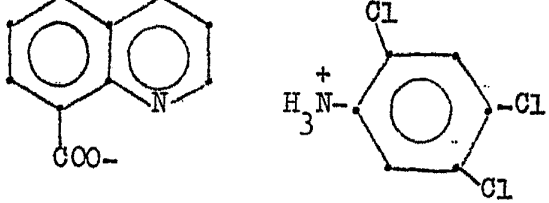


Ej. nº	Compuesto	Características físico-químicas y bibliografía
5.	<p>2</p> 	<p>Punto fusión 169°C Chem. Zentralblatt 1934 I 1328-29</p>
10.	<p>3</p> 	<p>descomposición 220°C</p>
15.	<p>4</p> 	<p>-</p>
20.	<p>5</p> 	<p>p.f. 185°C</p>
25.	<p>6</p> 	<p>p.f. 250°C</p>



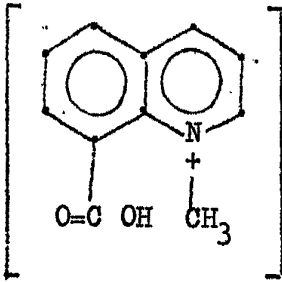
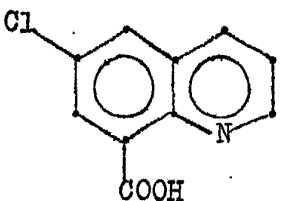
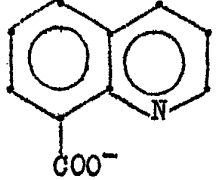
Ej. nº	Compuesto	Características físico-químicas y bibliografía
5.	<p>7</p>  <p>CONH<sub>2</sub></p>	P.F. 171º-173ºC
10.	<p>8</p>  <p>COO/2 Cu</p>	-
15.	<p>9</p>  <p>COOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub></p>	P.F. 44ºC
20.	<p>10</p>  <p>COO<sup>-</sup></p> <p>+ NH(C<sub>4</sub>H<sub>9</sub>sec.)<sub>2</sub></p>	P.F. 190ºC
25.	<p>11</p>  <p>COO<sup>-</sup></p> <p>+ NH<sub>3</sub>CH<sub>2</sub>-</p>	P.F. 192ºC



Ej. nº	Componente	Características físico-químicas y bibliografía
12	 <p><chem>C1=CC=C(C=C1)C2=CC=NC=C2C(=O)[O-].NCC1=CC=C(C=C1)O2</chem></p>	P.F. 155°C
13	 <p><chem>C1=CC=C(C=C1)C2=CC=NC=C2C(=O)[O-].Mn</chem></p>	
14	 <p><chem>C1=CC=C(C=C1)C2=CC=NC=C2C(=O)[O-].Co</chem></p>	
15	 <p><chem>C1=CC=C(C=C1)C2=CC=NC=C2C(=O)[O-].N1=CC=C(C=C1)C2=CC=CC=C2</chem></p>	P.F. 170-175°C
16	 <p><chem>C1=CC=C(C=C1)C2=CC=NC=C2C(=O)[O-].N(C)(C)C1=CC(=C(C=C1)Cl)Cl</chem></p>	P.F. 120-130°C

- 5 AGO



Ej. No	Compuesto	Características físico-químicas y bibliografía
5.	17 	P.F. 210°C dec.
10.	18 	P.F. 228-229°C
15.	19 	+ HN(CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH) <sub>2</sub>

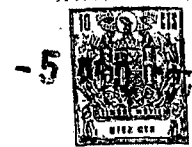
20. EJEMPLO 20

Macrosiphum solani:

Se contaminan pequeñas plantas de patatera, desarrolladas en tiestos, con hembras de áfidos adultas y, después de unas pocas horas se rocian con una dispersión acuosa de los productos que han de probarse,

25.

En la tabla que sigue se exponen los porcentajes de mortalidad después de 24 horas del tratamiento.



Com- pues- to Nº	Mortalidad porcentual con una concentración de:	
	0,1 % de subs. activa	0,01% de subs. activa
5. 2	100	84
5	100	95
9	100	88
10	100	84
11	100	85
10. 13	100	68

EJEMPLO 21

Aphis fabae

15. Se contaminaron pequeñas plantas de haba, desarrolladas en tiestos, con afidos juvenes y adultos, y se rociaron, después de unas pocas horas, con una dispersión acuosa del producto.

En la tabla que sigue se exponen los porcentajes de mortalidad después de 24 horas del tratamiento.

Compues- to Nº	Mortalidad porcentual con una concentración de:	
	0,1% de subs. activa	0,01% de subs. activa
20. 1	100	89
2	100	84
25. 6	100	80
8	100	88
19	100	82



EJEMPLO 22

Leptinotarsa decemlineata

5. Se trataron mediante rociado con una dispersión acuosa de los productos pequeñas patateras desarrolladas en tiestos y contaminadas con larvas de 4 días de edad.

En la tabla que sigue se exponen los porcentajes de mortalidad después de 48 horas del tratamiento.

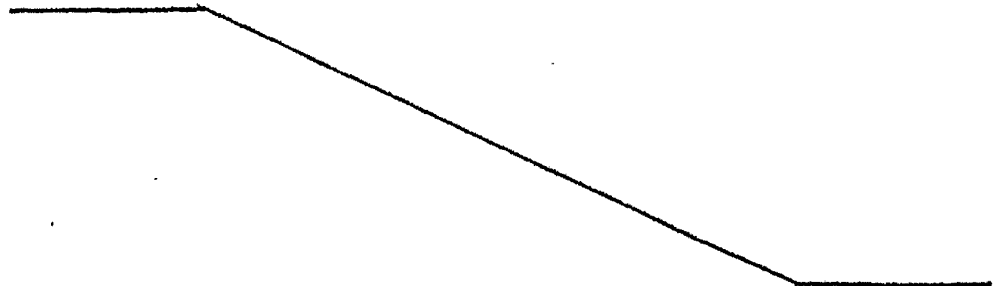
10. Com- puesto Nº	Mortalidad porcentual con una concentración de:		
	0,1% de subs. activa	0,05% de subs. activa	0,01% de subs. activa
1	100	88	30
2	100	100	87
15. 5	100	100	0
11	100	97	0

EJEMPLO 23

Pieris Brassicae

20. Se rociaron con una dispersión acuosa de los productos hojas cortadas de coliflor y se contaminaron, después de secarse, con larvas de 5 días de edad.

La tabla que sigue expone la mortalidad porcentual de las larvas después de 48 horas del tratamiento.





5.

Com- puesto Nº	Mortalidad porcentual con una concentración de:		
	0,1% de subs. activa	0,05% de subs. activa	0,01% de subs. activa
1	85	23	0
2	100	100	83
3	100	100	55

EJEMPLO 24

Spodoptera littoralis

10.

Se trataron mediante rociado hojas cortadas de tabaco con una dispersión acuosa de los productos indicados y luego, después de secadas, se infectaron con larvas de 5 días de edad.

20.

La tabla que sigue expone los porcentajes de mortalidad de las larvas 48 horas después del tratamiento.

25.

Com- puesto nº	Mortalidad porcentual con una concentración de:		
	0,1% de subs. activa	0,05% de subs. activa	0,01% de subs. activa
2	100	100	75
9	100	90	25
3	100	-	-

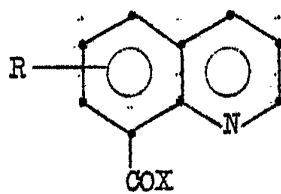


N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente italiana nº 27580-A/73 del 6.8.73.

5. 1. Procedimiento para la preparación de derivados de ácidos quinolin-8-carboxílicos dotados de actividad pesticida de la fórmula

10.



en la que

15. R = H, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>, alquenilo C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>, CF<sub>3</sub>, alcoxilo C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>, alquiltio C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>,  
X = OY, en donde Y = H, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, alquenilo C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>, alquinilo C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>, eventualmente sustituido, metal alcalino, metal alcalinoterrero, metal de transición y Mn;  
20. NR<sub>2</sub> en donde R tiene el significado indicado antes,

y sus sales cuaternizadas de nitrógeno quinolinico con actividad pesticida,

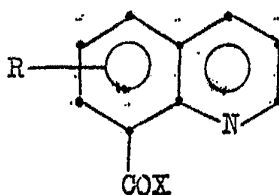
25. 2. Procedimiento, de conformidad con la reivindicación 1, caracterizado porque se utilizan



para combatir la Lepidoptera.

3. Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se utilizan compuestos de la clase:

5.



en la que

10.

R = H, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>, alquenilo C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>, halógeno, CF<sub>3</sub>, alcoxilo C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>, alquiltio C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>,

15.

X = OY, en donde Y = H, alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>, alquenilo C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub>, alquinilo C<sub>2</sub>-C<sub>6</sub> eventualmente substituido, metal alcalino, metal alcalinotérreo, metal de transición y Mn,

NR<sub>2</sub> = en donde R tiene el significado indicado antes,

y sus sales cuaternizadas de nitrógeno quinolinico.

20.

4. Procedimiento para la preparación de derivados de ácidos quinolin-8-carboxílicos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 12 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 5 de Agosto 1974  
p.a.

JOSÉ ISERN  
P. F.  
*[Signature]*  
FELIPE PRETO