



ESPAÑA

18 ES

11

21

22

NUMERO

19 A1

FECHA DE PRESENTACION

444370

PATENTE DE INVENCION

| | | |
|-----------------|----------------------|---------|
| 50 PRIORIDADES: | 32 FECHA | 33 PAIS |
| 31 NUMERO | | |
| 75.03282 | 3 de febrero de 1975 | Francia |

| | | |
|------------------------|--------------------------------|--------------------------------------|
| 47 FECHA DE PUBLICIDAD | 51 CLASIFICACION INTERNACIONAL | 62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA |
| | C07D, A01N | |

| |
|--|
| 54 TITULO DE LA INVENCION |
| PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR DERIVADOS DE OXADIAZOLINONA. |

| |
|--------------------|
| 71 SOLICITANTE (S) |
| PHILAGRO S.A. |

| |
|--|
| DOMICILIO DEL SOLICITANTE |
| 14/20, rue Pierre Baizet 69009 LYON, Francia |

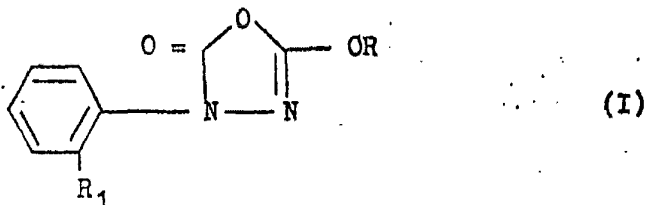
| |
|--------------------|
| 72 INVENTOR (ES) |
| ROGER BOESCH. Ing. |

| |
|-----------------|
| 73 TITULAR (ES) |
| |

| |
|------------------------------------|
| 74 REPRESENTANTE |
| D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO |

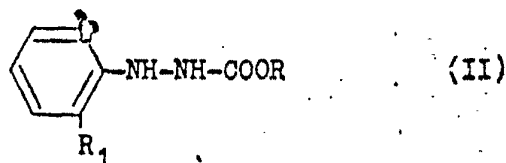
BAD ORIGINAL

La presente invención se relaciona con un procedimiento para preparar nuevos derivados de la oxadiazolinona de fórmula general:

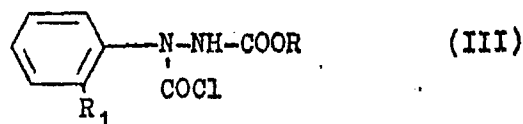


10 donde R representa un radical alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono y R₁ representa un radical alquilo que contiene de 2 a 4 átomos de carbono, alquilo xilo cuya parte alquilo contiene de 1 a 4 átomos de carbono, alquiltio cuya parte alquilo contiene de 1 a 4 átomos de carbono ó trifluorometilo, su preparación y las composiciones que los contienen.

15 Los productos de fórmula general (I) donde R y R₁ tienen la definición precedente, se pueden obtener por la acción del fosgeno sobre un producto de fórmula general:



25 donde R y R₁ tienen la definición precedente, seguido de la ciclización en un medio básico del compuesto intermedio obtenido de la fórmula general:



donde R y R₁ tienen la definición precedente.

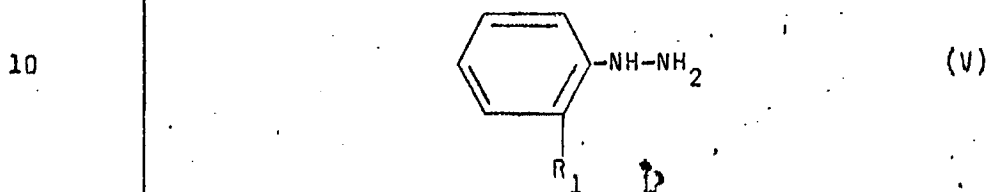
La reacción con el fosgeno se efectúa generalmente por calentamiento en un disolvente orgánico tal como el tolueno, a la temperatura de reflujo de la mezcla reaccional.

La ciclización del producto de fórmula general (III) se efectúa en presencia de una base tal como la trietilamina, la sosa ó el amoníaco en un disolvente orgánico tal como el cloruro de metileno.

5 Los productos de fórmula general (II) se pueden preparar por la acción de un producto de fórmula general:



donde R tiene la definición anterior, sobre una fenil-hidrazina de fórmula general:



donde R₁ tiene la definición precedente.

La reacción se efectúa generalmente en un disolvente tal como la piridina.

15 Los nuevos productos de fórmula general (I) presentan notables propiedades insecticidas y acaricidas. Son particularmente activos por contacto y por ingestión. Se han obtenido interesantes resultados sobre los dípteros, los coleópteros, los lepidópteros, los hemípteros y los ortópteros.

20 Igualmente son excelentes insecticidas para la tierra.

Los nuevos productos de fórmula general (I) presentan igualmente una actividad nematocida notable. Mas particularmente, se han mostrado activos in vivo sobre Ditylenchus

dipsaci a dosis comprendidas entre 10 y 100 kg/ha y son de preferencia utilizables en tratamiento de la tierra por espolvoreo ó en forma de granulados.

5 La presente invención se refiere igualmente a las composiciones insecticidas, acaricidas y nematocidas para uso agrícola que contienen como producto activo por lo menos un derivado de la fórmula general (I) en asociación con uno ó varios soportes ó coadyuvantes compatibles con el producto ó los productos activos y adecuados para utilización en agricultura. Estas composiciones pueden contener otros pesticidas compatibles tales como fungicidas.

10 Por otra parte, la actividad de los productos de fórmula general (I) mejoran mucho cuando están en situación con un agente de sinergia. Los agentes de sinergia que convienen particularmente bien son derivados del nitrobenzeno y más especialmente el propargiloxi-2 nitrobenzeno ó el propargiloxi-2 cloro-5 nitrobenzeno.

15 La presente invención se refiere igualmente a las composiciones insecticidas y acaricidas en las cuales un producto de fórmula general (I) está asociado con un agente de sinergia.

20 Generalmente, se obtienen los mejores resultados con las composiciones que contienen dos partes (en peso) de un derivado de nitrobenzeno y una parte (en peso) de producto de la fórmula general (I).

25 Ya se conoce por la solicitud japonesa 48-58140 que 5-metoxi-3-(2-metoxifenil)-1,3,4-oxadiazolinona-2 eventualmente sustituida en el núcleo fenilo por uno ó dos radicales metilo ó átomos de halógenos, es activa sobre ciertos insectos y/ó acáridos. Sin embargo, la solicitante ha

30

descubierto que los compuestos según la invención, en cuya fórmula el núcleo lleva un solo sustituyente tal como se define más arriba en posición 2, son menos fitotóxicos y más activos.

Los ejemplos siguientes, dados a título no limitativo, ilustran la presente invención.

Ejemplo 1

5 A 1000 cm³ de una solución toluénica de fosgeno a 14,8 % (p/v) se le añaden 196 g. de (metoxi-2 fenil)-3 carbazato de metilo. Se calienta a continuación progresivamente la
10 solución obtenida hasta que cesa la producción gaseosa, al tiempo que se condensan los vapores condensables por medio de un refrigerante de carbohielo. La temperatura del medio reaccional es entonces de 90° C. Se reemplaza el refrigerante de carbohielo por un refrigerante de serpentín y se calienta hasta
15 reflujo hasta el final de la producción gaseosa. Después de enfriar a 5° C. se prepara el precipitado por filtración y después se seca bajo presión reducida (0,5 mm. de mercurio) a 20° C.; se obtienen 258,5 g. de (metoxi-2 fenil)-3 clorocarb
20 bonil-3 carbazato de metilo que funde a 139° C. Se pone este producto en suspensión en 1000 cm³ de cloruro de metileno, y se añaden después 250 cm³ de trietilamina. La solución así obtenida deja aparecer progresivamente un precipitado de clorhidrato de trietilamina. Después de 3 horas de agitación a 20°
25 C., se añaden 250 cm³ de agua para disolver el precipitado de clorhidrato. La solución clorometilánica se separa por decantación y se lava sucesivamente con 250 cm³ de ácido clorhídrico normal y 2 veces 250 cm³ de agua. Después de secar con sulfato sódico, se elimina el disolvente por evaporación bajo

presión reducida (20 mm. de mercurio) a 50° C. Se recristaliza el sólido residual en 732 cm³ de isopropanol. Se obtienen así 170,6 g. de metoxi-5 (metoxi-2 fenil)-3 oxadiazolina-1,3,4 ona-2, que funde a 77° C.

5 El (metoxi-2 fenil)-3 oxadiazolato de metilo (P.f. = 102° C.) de iniciación puede prepararse por la acción del cloroformiato de metilo sobre el clorhidrato de metoxi-2 fenilhidrazina en la piridina.

10 Operando como en el ejemplo 1, pero a partir de materias primas convenientes, se preparan los productos siguientes:

| Nº del Ejemplo | R | R ₁ | Punto de fusión (P.f.) ó de solidificación (P.s.) (° C.) |
|----------------|--|--------------------------------------|--|
| | -C ₂ H ₅ | CH ₃ O- | P.f. = 60° |
| 15 | -(CH ₂) ₂ CH ₃ | CH ₃ O | P.s. = 32° |
| | -CH(CH ₃) ₂ | CH ₃ O- | P.f. = 63° |
| | -CH ₃ | C ₂ H ₅ O- | P.f. = 66° |
| | -CH ₃ | (CH ₃) ₂ CHO- | aceite |
| | -CH ₃ | C ₂ H ₅ - | P.f. = 53° |
| 20 | -C ₂ H ₅ | C ₂ H ₅ - | P.s. = 35° |
| | -CH ₃ | F ₃ C- | P.f. = 84° |
| | -C ₂ H ₅ | F ₃ C- | P.f. = 57° |
| | -CH(CH ₃) ₂ | F ₃ C- | P.f. = 74° |
| | -(CH ₂) ₂ CH ₃ | F ₃ C- | P.f. = 58° |
| 26 | -(CH ₂) ₃ CH ₃ | F ₃ C- | P.s. = 20° |

| Nº del Ejemplo | R | R ₁ | Punto de fusión (P.f.) ó de solidificación (P.s.) (° C.) |
|----------------|------------------------------------|--------------------------------------|--|
| 14 | -CH ₃ | CH ₃ S- | P.f. = 81° |
| 15 | -C ₂ H ₅ | CH ₃ S- | P.f. = 79° |
| 16 | -C ₂ H ₅ | (CH ₃) ₂ CHO- | aceite |
| 17 | -CH(CH ₃) ₂ | (CH ₃) ₂ CHO- | aceite |
| 18 | -CH ₃ | C ₂ H ₅ S- | P.f. = 66° |

Ejemplo 19

10 A una solución de 25 partes de metoxi-5 (metoxi-2 fenil)-3 oxadiazolina-1,3,4 ona-2 en 65 partes de una mezcla en partes iguales de tolueno y de acetofenona, se le añaden 10 partes de un producto de condensación de octilfenol y de óxido de etileno a razón de 10 moléculas de óxido de etileno por molécula de octilfenol. Se utiliza la solución obtenida, después de diluir en el agua, a razón de 200 cm³ de esta solución por 100 litros de agua.

Ejemplo 20

20 A una solución de 25 partes de una mezcla (2 partes - 1 parte en peso) de propargiloxi-2 nitrobenzono y de metoxi-5 (metoxi-2 fenil)-3 oxadiazolina-1,3,4 ona-2 en 65 partes de una mezcla en partes iguales de tolueno y de acetofenona, se le añaden 10 partes de un producto de condensación de octilfenol y de óxido de etileno a razón de 10 moléculas de óxido de etileno por molécula de octilfenol. Se utiliza la solución obtenida tras diluir en el agua a razón de 200 cm³ de esta solución por 100 litros de agua.

Se pueden evidenciar las actividades insecticida, acaricida y nematocida por las pruebas siguientes:

Ejemplo 21

a) Actividad insecticida por contacto (mosca, tri-
bolium).

5 Se pulveriza 1 cm³ de una solución acetónica del
producto que se trata de estudiar a una concentración dada,
en un recipiente de vidrio de 120 cm³. Cuando se ha evapo-
rado el disolvente, se ponen los insectos (5 moscas ó 10 tri-
boliums) en los recipientes, que se recubren con una tela me-
tálica. Se cuentan los insectos muertos al cabo de 24 horas
10 de contacto en el caso de las moscas y al cabo de 3 días de
contacto en el caso de los triboliums. Se determina la con-
centración en g/cm³ que produce la muerte del 90 % de los in-
sectos.

| 15 | Producto del Ejemplo | Mosca | Tribolium |
|----|-------------------------|--------------------|--------------------|
| | 1 | 10 ⁻⁵ | 2.10 ⁻⁶ |
| | 2 | 10 ⁻⁴ | 2.10 ⁻⁶ |
| | 3 | 2.10 ⁻⁵ | 6.10 ⁻⁶ |
| 20 | 4 | 4.10 ⁻⁵ | 2.10 ⁻⁶ |
| | 5 | 3.10 ⁻⁵ | 2.10 ⁻⁵ |
| | 6 | 3.10 ⁻⁵ | 2.10 ⁻⁵ |
| | 7 | 2.10 ⁻⁵ | 2.10 ⁻⁵ |
| | 8 | 8.10 ⁻⁵ | ≤ 10 ⁻⁵ |
| 25 | 9 | 10 ⁻⁵ | 8.10 ⁻⁶ |
| | 10 | 10 ⁻⁵ | 8.10 ⁻⁶ |

| Producto del Ejemplo | Mosca | Tribolium |
|----------------------|-------------|-------------|
| 11 | 10^{-3} | 3.10^{-5} |
| 12 | 10^{-4} | 10^{-5} |
| 5 13 | 5.10^{-5} | 6.10^{-5} |
| 14 | 10^{-3} | 10^{-5} |
| 15 | | 2.10^{-6} |
| 16 | 10^{-4} | 10^{-3} |
| 17 | 10^{-3} | 10^{-3} |
| 10 18 | 3.10^{-5} | 3.10^{-6} |

Si se somete respectivamente el compuesto 8 y el compuesto análogo de la patente citada (compuesto 2) a saber: la etoxi-5-(metil-2-fenil)-3 oxadiazolina-1,3,4-ona-2 (compuesto A) a la prueba sobre mosca tal como se ha descrito mas arriba, se observa que la muerte del 90 % de los insectos se obtiene por una concentración de 3×10^{-4} para el compuesto conocido y sólomente de 8×10^{-5} para el compuesto según la invención.

20 b) Actividad insecticida por contacto (tratamiento tópico de los insectos (mosca, grillo)).

25 Con una jeringa micrométrica del tipo "Agla" ó del tipo "Hamilton" se deposita una cantidad conocida de solución hidroalcohólica del producto que se trata de estudiar sobre el protórax de cada insecto, por ejemplo, $0,001 \text{ cm}^3$ por mosca ó $0,003 \text{ cm}^3$ por grillo. Los insectos son anestesiados con el gas carbónico. Se opera a diferentes concentraciones. Se evalúa la mortandad 24 horas después del tratamiento en el caso

de las moscas y 3 días después del tratamiento en el caso de los grillos. Se determina la concentración en g/cm^3 que produce el 50 % de mortandad.

| 5 | Producto del Ejemplo | Moscas | Grillo |
|----|----------------------|-------------------|-------------------|
| | 1 | $2 \cdot 10^{-3}$ | $3 \cdot 10^{-4}$ |
| | 2 | | $3 \cdot 10^{-3}$ |
| 10 | 4 | 10^{-3} | 10^{-3} |
| | 6 | | 10^{-3} |
| | 10 | $8 \cdot 10^{-4}$ | |
| | 11 | $6 \cdot 10^{-4}$ | |
| 15 | 14 | | 10^{-3} |

Ejemplo 22

Actividad insecticida por contacto-ingestión (hojas tratadas empapándolas; orugas de *Plutella maculipennis* y orugas de *Pieris brassicae*).

20

Se empapan hojas jóvenes de col durante 10 segundos en las soluciones que se trata de estudiar. Cuando se han secado, se parasitan mediante orugas (tercera fase) de *Plutella maculipennis* ó *Pieris brassicae*. Se establecen los índices de mortandad 3 días después del tratamiento. Se determina la concentración en g/cm^3 que produce la mortandad

25

del 90 % de las orugas.

| Producto del Ejemplo | Plutella | Pieris |
|----------------------|--------------------|---------------|
| 1 | 8.10^{-5} | 8.10^{-5} |
| 2 | 4.10^{-4} | 2.10^{-4} |
| 3 | 8.10^{-4} | 3.10^{-4} |
| 4 | 2.10^{-4} | 10^{-4} |
| 5 | 10^{-4} | 3.10^{-4} |
| 6 | 10^{-4} | $2,5.10^{-4}$ |
| 7 | 5.10^{-5} | 10^{-4} |
| 8 | 6.10^{-5} | 3.10^{-4} |
| 9 | inferior 10^{-4} | 3.10^{-4} |
| 10 | inferior 10^{-4} | 3.10^{-4} |
| 11 | 10^{-4} | 10^{-4} |
| 12 | 2.10^{-4} | |
| 13 | 10^{-3} | |
| 14 | 5.10^{-4} | 10^{-3} |
| 16 | 5.10^{-4} | 10^{-3} |
| 17 | 5.10^{-4} | 2.10^{-4} |
| 18 | 10^{-4} | 10^{-4} |

Ejemplo 23

Actividad acaricida por contacto-ingestión (hojas tratadas empapándolas; Tetranychus telarius, hembras partenogénicas).

Se empapan hojas de plátones de alubias en la fase de hojas cotiledóneas durante 10 segundos en la solución del producto que se trata de estudiar. Después de secarlas, se parasitan a partir de hojas de plátones de alubias fuertemente contaminadas. Los plátones de alubia contaminados se mantienen vivos por inmersión de las raíces y de la base del tallo en agua destilada. Se hacen los cálculos de mortalidad 2 a 4 días después de la contaminación. Se determina la concentración en g/cm^3 que produce la mortalidad del 90 % de los acáridos.

| <u>Producto del Ejemplo</u> | <u>Tetranychus telarius</u> |
|-----------------------------|-----------------------------|
| 1 | 10^{-3} |
| 2 | 10^{-3} |
| 3 | 10^{-3} |
| 4 | $8 \cdot 10^{-4}$ |
| 9 | 10^{-3} |
| 10 | 10^{-3} |

Ejemplo 24

Actividad acaricida-ovicida por contacto

Se toman unos discos de 10 mm. de diámetro de hojas de alubia parasitadas con Tetranychus telarius. Se sumergen los discos que llevan de 30 a 100 huevos partenogénéticos durante 10 segundos en la solución del producto que se trata de estudiar y después se fijan sobre una placa de vidrio. Se rodea cada disco con un anillo de vaselina de 3 a 5 mm. de ancho a aproximadamente 5 mm. de su contorno. Se cuentan con lupa el número N de los huevos intactos. Se mantienen las pla-

cas a 25° C. durante 7 días. Se cuentan las larvas hexápodos
inmovilizadas en el anillo de vaselina (n). Se determina la
concentración en g/cm³ (CL₉₀) que produce el 90 % de mortan-
dad de los huevos (% de huevos matados = $\frac{N-n}{N} \times 100$).

| 5 | Producto del Ejemplo | Tetranychus telarius |
|----|----------------------|-----------------------------|
| | 1 | 5.10 ⁻⁴ |
| | 2 | 5.10 ⁻⁴ |
| | 3 | 1,5.10 ⁻⁴ |
| | 4 | 2.10 ⁻⁴ |
| 10 | 5 | inferior a 10 ⁻³ |
| | 6 | inferior a 10 ⁻³ |
| | 7 | inferior a 10 ⁻³ |
| | 9 | 2,10 ⁻⁴ |
| | 10 | 3.10 ⁻⁴ |
| 15 | 11 | 10 ⁻⁴ |
| | 12 | 10 ⁻⁴ |
| | 13 | 5.10 ⁻⁴ |
| | 16 | <10 ⁻³ |
| | 18 | <10 ⁻³ |

20

Ejemplo 25

Asociación con el propargiloxi-2 nitrobenzeno (A) y
el propargiloxi-2 cloro-5 nitrobenzeno (B)

a) Actividad insecticida por contacto (mosca, tribolium).



| Producto del Ejemplo | Sin agente de sinergia. | | Asociación del producto (1 parte) con B (2 partes) | |
|----------------------|-------------------------|-------------------|--|-------------------|
| | Mosca | Tribolium | Mosca | Tribolium |
| 1 | 10^{-5} | $2 \cdot 10^{-6}$ | $3 \cdot 10^{-7}$ | $2 \cdot 10^{-7}$ |
| 4 | $4 \cdot 10^{-5}$ | $2 \cdot 10^{-6}$ | $5 \cdot 10^{-7}$ | $8 \cdot 10^{-7}$ |
| 5 8 | $8 \cdot 10^{-5}$ | 10^{-5} | $3 \cdot 10^{-6}$ | $3 \cdot 10^{-6}$ |
| 11 | 10^{-3} | $3 \cdot 10^{-5}$ | $5 \cdot 10^{-6}$ | $8 \cdot 10^{-6}$ |
| 14 | | $2 \cdot 10^{-6}$ | $2 \cdot 10^{-6}$ | $5 \cdot 10^{-7}$ |

Las cifras expresan una concentración en g/cm^3 que produce del 90 % de los insectos.

10 b) Actividad insecticida por contacto (tratamiento tóxico de los insectos: (mosca, grillo).

| Concentración en producto del ejemplo 1 | Concentración en producto A | Concentración en producto B | Mosca % mortandad | Grillo % mortandad |
|---|-----------------------------|-----------------------------|-------------------|--------------------|
| $5 \cdot 10^{-5}$ | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 15 $5 \cdot 10^{-5}$ | $5 \cdot 10^{-5}$ | 0 | 5 | 0 |
| $5 \cdot 10^{-5}$ | 10^{-4} | 0 | 10 | 0 |
| $5 \cdot 10^{-5}$ | 0 | $5 \cdot 10^{-5}$ | 30 | 0 |
| $5 \cdot 10^{-5}$ | 0 | 10^{-4} | 40 | 0 |
| 10^{-4} | 0 | 0 | 10 | 0 |
| 20 10^{-4} | 10^{-4} | 0 | 75 | 10 |
| 10^{-4} | $2 \cdot 10^{-4}$ | 0 | 80 | 30 |
| 10^{-4} | 0 | 10^{-4} | 100 | 30 |
| 10^{-4} | 0 | $2 \cdot 10^{-4}$ | 100 | 30 |
| $2 \cdot 10^{-4}$ | 0 | 0 | 0 | 50 |

| Concentración en producto del ejemplo 1 | Concentración en producto A | Concentración en producto B | Mosca % mortandad | Grillo % mortandad |
|---|-----------------------------|-----------------------------|-------------------|--------------------|
| 2.10^{-4} | 2.10^{-4} | 0 | 100 | 90 |
| 2.10^{-4} | 4.10^{-4} | 0 | 100 | 100 |
| 2.10^{-4} | 0 | 2.10^{-4} | 100 | 70 |
| 2.10^{-4} | 0 | 4.10^{-4} | 100 | 100 |

5

c) Actividad insecticida por contacto-ingestión (hojas tratadas empapándolas; orugas de *Plutella maculipennis* y orugas de *Pieris brassicae*).

10

| Concentración en producto del ejemplo 1 | Concentración en producto B | Plutella % mortandad | Pieris % mortandad |
|---|-----------------------------|----------------------|--------------------|
| 3.10^{-6} | 0 | 10 | 0 |
| 3.10^{-6} | 6.10^{-6} | 0 | 0 |
| 10^{-5} | 0 | 10 | 0 |
| 10^{-5} | 2.10^{-5} | 30 | 10 |
| 3.10^{-5} | 0 | 50 | 0 |
| 3.10^{-5} | 6.10^{-5} | 90 | 75 |
| 10^{-4} | 0 | 100 | 100 |
| 10^{-4} | 2.10^{-4} | 100 | 100 |
| 3.10^{-4} | 0 | 100 | 100 |
| 3.10^{-4} | 6.10^{-4} | 100 | 100 |
| 10^{-3} | 0 | 100 | 100 |
| 10^{-3} | 2.10^{-3} | 100 | 100 |

15

20

25

Ejemplo 26

La solicitante ha observado igualmente, en pruebas realizadas en campo abierto con dos composiciones, un polvo humectable a 50 % de materia activa, que el compuesto nº 1 es igualmente activo, es decir, que destruye completamente diversos insectos de la familia de los pulgones, a dosis de 40 g. de materia activa/hl, en particular el pulgón negro del haba (Aphis fabae), del cerezo (Myzus cerasi), el pulgón crecimiento del manzano (Dysaphis plantaginis), de la col (Brachycauda brassicae), así como los pulgones del rosal (Macrosiphum rosae), y del trigo (Sitobium sp.). Por otra parte, a la dosis de 60 g. de materia activa/hl, destruye al peyile de la pera (Peylla piri), en las fases de larvas jóvenes.

Es de hacer notar que a las dosis de empleo la selectividad es buena en cultivos que alberguen parásitos tratados.

Ejemplo 27

Actividad insecticida por contacto-ingestión en invernadero.

Se tratan plantones de col brócoli (Brassica oleracea) en fase de cuatro hojas, cultivadas en vasetos, por pulverización de una solución emulsionable al 25 % del producto que se trata de estudiar. Se dejan secar los plantones tratados, después se quitan de cada uno hojas que se reparten en cajas cilíndricas, con diez orugas (3ª fase) por caja respectivamente de Plutella maculipennis y Pieris brassicae. Al cabo de algunas horas (serie 0) se cuentan los insectos muertos. En otra serie, el cómputo se efectúa (serie +2) dos días después del tratamiento. Se efectúan las pruebas a razón de dos repeticiones por prueba y por concentración, utilizando

do respectivamente al compuesto A citado mas arriba, así como los compuestos B y I. Los resultados expresados en porcentaje de mortandad de las orugas se consignan en el cuadro siguiente:

| 5 | Compuesto | dosis en mg/hl | Plutella maculipennis | | Pieris brassicae | |
|----|-----------|-------------------|-----------------------|-----|------------------|-----|
| | | | 0 | -2 | 0 | -2 |
| | A | 25 | 50 | 25 | 15 | 0 |
| 10 | | 50 | 75 | 35 | 20 | 0 |
| | B | 25 | 100 | 60 | 80 | 60 |
| | | 50 | 100 | 40 | 100 | 80 |
| | I | 25 | 100 | 80 | 100 | 80 |
| 15 | | 50 | 100 | 100 | 100 | 100 |

(x) y un concentrado emulsionable a 200 g/l.

Este ejemplo muestra claramente la actividad acusadamente superior de los productos de la invención con relación al homólogo mas próximo conocido y ello tanto desde el punto de vista de la acción inmediata como de la persistencia de acción.

Las composiciones según el invento, cuyo contenido en materia activa puede estar comprendido entre 0,05 y 80 % en peso, comprenden habitualmente, además de la materia activa según el invento, por lo menos un soporte y/o por lo menos un agente tenso-activo.

El término "soporte" en el sentido de la presente descripción designa una materia, orgánica ó mineral, natural ó sintética, con la cual va asociada la materia activa para facilitar su aplicación sobre la planta, sobre semillas ó sobre la tierra, ó su transporte, ó su manipulación. El soporte

puede ser sólido (arcillas, silicatos naturales -talco- ó sintéticos, magnesia calcinada, kieselguhr, fosfato tricálcico, polvo de corcho, negro absorbente, resinas, ceras, abonos sólidos ...) ó fluido (agua, alcoholes, cetonas, fracción de petróleo, hidrocarburos clorados, gases licuados).

El agente tensio-activo puede ser un agente emulsionante, dispersante ó humectante, que pueda ser iónico ó no iónico. Podemos citar, por ejemplo, sales de ácidos poli-acríficos, de ácidos ligninosulfónicos, sulforricinolastos, sales amónicas cuaternarias, condensados de óxido de etileno sobre alcoholes grasos, ácidos grasos ó aminas grasas y, particularmente, productos a base de condensados de óxido de etileno tales como los condensados de óxido de etileno con el octilfenol, ó esteres de ácidos grasos de anhídrosorbitolas que se han solubilizado por esterificación de los radicales hidroxilos libres por condensación con el óxido de etileno. Es preferible utilizar agentes del tipo no iónico, ya que no son sensibles a los electrólitos.

Las composiciones según la invención se pueden preparar bajo la forma de polvos humectables, de polvos para espolvoreo, granulados, de soluciones, de concentrados emulsionables, de emulsiones, de concentrados en suspensión y de aerosoles.

Los polvos humectables según la invención se pueden preparar de modo que contengan de 20 a 95 % en peso de materia activa y contienen habitualmente de 3 a 10 % en peso de un agente dispersante y, cuando es necesario, de 0 a 10 % en peso de uno ó más estabilizadores y/u otros aditivos, como agentes de penetración, adhesivos ó agentes anti-aterranques, colorantes, etc...

A título de ejemplo, he aquí la composición de un polvo humectable, habiéndose expresado los porcentajes en peso:

| | |
|--|------|
| - materia activa: | 50 % |
| - lignosulfato cálcico (defloculante): | 5 % |
| - isopropilnaftaleno sulfonato (humectante): | 1 % |
| - sílice anti-ateronante: | 5 % |
| - carga caolín: | 39 % |

Los polvos para tratamiento de las semillas ó para espolvorear se preparan habitualmente bajo la forma de un con centrado en polvo de una composición similar a la de un polvo humectable, pero sin agente dispersante; y se pueden diluir en el lugar de la utilización con ayuda de una cantidad complementaria de soporte fluido para obtener una composición que pueda recubrir comodamente los granos a tratar y que contendrá habitualmente de 0,5 a 10 % en peso de materia activa.

A título de ejemplo, he aquí la composición de un polvo para el tratamiento de las semillas:

| | |
|-------------------------------|------|
| - materia activa: | 50 % |
| - agente humectante aniónico: | 1 % |
| - sílice anti-ateronante: | 6 % |
| - caolín (carga): | 43 % |

Los granulados, destinados a disponerse en la tierra, se preparan habitualmente de modo que sus dimensiones están comprendidas entre 0,1 y 2 mm. y pueden fabricarse por aglomeración ó impregnación. En general, los granulados contendrán de 0,5 a 25 % de materia activa y de 0 a 10 % en peso de aditivos, como estabilizantes, agentes de modificación de liberación lenta, aglutinantes y disolventes.

Los concentrados emulsionables aplicables en pulverización contienen habitualmente, además del disolvente y, cuando es necesario, un co-disolvente, de 10 a 50 % en peso/volumen de materia activa, de 2 a 20 % en peso/volumen de aditivos apropiados, como estabilizantes, agentes de penetración, inhibidores de corrosión y colorantes y adhesivos.

A título de ejemplo, he aquí la composición de un concentrado emulsionable, habiéndose expresado las cantidades en g/litro:

| | | |
|----|--|----------------|
| 10 | - materia activa | 400 g/l |
| | - dodecibenceno sulfonato: | 24 g/l |
| | - nonilfenol oxietilado de 10 moléculas: | 16 g/l |
| | - ciclohexanona: | 200 g/l |
| | - disolvente aromático: | q.s.p. 1 litro |

15 Estén comprendidas dentro del marco general de esta invención dispersiones y emulsiones acuosas, por ejemplo composiciones obtenidas diluyendo con ayuda de agua un polvo humectable ó un concentrado emulsionable según el invento, Estas emulsiones pueden ser del tipo agua en aceite ó del tipo aceite en agua, y pueden tener una consistencia espesa como la de una "mayonesa".

20 Para una aplicación denominada "de muy bajo volumen" con una pulverización en gotitas muy finas, se preparan soluciones en disolventes orgánicos contentivos de 70 a 99 % de materia activa.

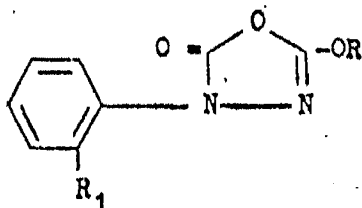
25 Las composiciones según la invención pueden contener otros ingredientes, por ejemplo coloides protectores, adhesivos ó aglutinantes, agentes toxitropos, estabilizantes ó secuestrantes, así como otras materias activas conocidas de propiedades pesticidas, en particular insecticidas ó fungicidas.

30

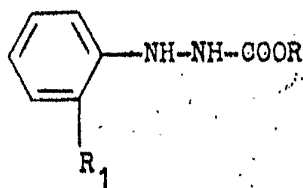
Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

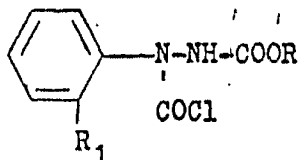
1ª.- Procedimiento para preparar derivados de oxadiazolinona, de fórmula general:



en la cual R representa un radical alquilo que contiene de 1 a 4 átomos de carbono, y R₁ representa un radical alquilo que contiene de 2 a 4 átomos de carbono, alquilo cuyo parte alquilo contiene de 1 a 4 átomos de carbono, alquilo cuyo parte alquilo contiene de 1 a 4 átomos de carbono ó trifluorometilo; caracterizado porque se hace reaccionar el fósforo con un producto de fórmula general:



donde R y R₁ tienen la definición arriba expuesta y después se cicliza en medio básico el compuesto obtenido de fórmula general:



5

donde R y R_1 tienen la definición arriba indicada.

2^o. - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la ciclización se efectúa en presencia de trietilamina, de sosa ó de amoníaco.

10

3^o. - Procedimiento para preparar derivados de oxadiazolinona, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 22 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

15

Madrid 27 ABR. 1977

PHILAGRO S.A.

J. M. GÓMEZ ACEBO Y POMBO
p. p. Fernando L. García Fernández