



⑩ ES	⑪	NUMERO	⑩ A1
	⑫	461.074	
	⑬	FECHA DE PRESENTACION	
		27-7-77	

PATENTE DE INVENCION

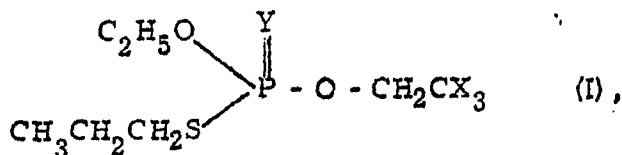
⑨ PRIORIDADES:		
⑨1 NUMERO	⑨2 FECHA	⑨3 PAIS
sho 51-88639	27 de julio de 1.976	Japón
④7 FECHA DE PUBLICIDAD	⑤1 CLASIFICACION INTERNACIONAL	⑥2 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	COFF; A01N	
⑤4 TITULO DE LA INVENCION		
Procedimiento para la obtención de (tiono)-tiofosfatos de O-etil-S-n-propil-O-2,2,2-trihaloetilo.		
⑦1 SOLICITANTE (S)		
NIHON TOKUSHU NOYAKU SEIZO K.K.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Tokyo, Japón.		
⑦2 INVENTOR (ES)		
Junichi Saito., Akio Kudamatsu., Toyohiko Kume., Shinicki Tsuboi.		
⑦3 TITULAR (ES)		
⑦4 REPRESENTANTE		
GOMEZ-ACEBO:		

1 patente japonesa, sin embargo, los tiofosfatos o tionotiofosfatos de
O-etil-S-n-propil-O-2,2,2-trihaloetilo de acuerdo con esta invención y
a continuación descriptos, no están ni dados a conocer, ni propuestos, ni
tampoco se encuentra en la misma ninguna indicación de que los compues-
5 tos específicos de esta invención tengan efecto insecticida, acaricida y nema-
todicida extraordinario.

En vista de que ciertos parásitos desarrolla-
ron resistencia a algunos de los productos químicos usualmente aplicados,
existe una necesidad urgente de desarrollar con éxito nuevos productos
10 químicos agrícolas que tengan una toxicidad selectiva para animales de
sangre caliente y parásitos y que son eficaces contra aquellas plagas
que llegaron a ser resistentes a los productos químicos tradicionales.

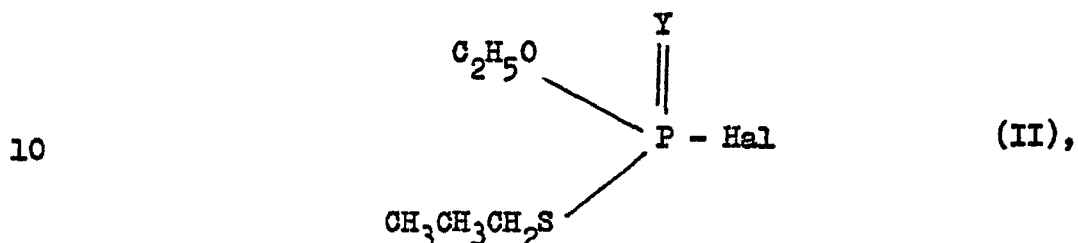
La invención pone a disposición nuevos com-
puestos con un efecto insecticida, nematodocida y acaricida específica-
15 mente fuerte que son ampliamente superiores a los compuestos análogos
conocidos y que tienen un efecto parasiticida en un campo amplio par-
ticularmente contra aquellos insectos y ácaros que desarrollaron resis-
tencia a diversos fosfatos orgánicos.

Constituyen el objeto de la presente invención
20 nuevos tiofosfatos o tionotiofosfatos de O-etil-S-n-propil-O-2,2,2-
trihaloetilo de fórmula general



1 en la cual Y significa oxígeno o azufre y X halógeno.

La invención incluye también un procedimiento para la producción de los tioletfosfatos o tioletnotioletfosfatos de fórmula (I) que se caracteriza porque
5 un halogenuro de tiolet- o dioletfosforilo de fórmula general



en la cual Y tiene el significado arriba indicado y

15 Hal significa halógeno,
se hace reaccionar con un trihaloetanol de fórmula general

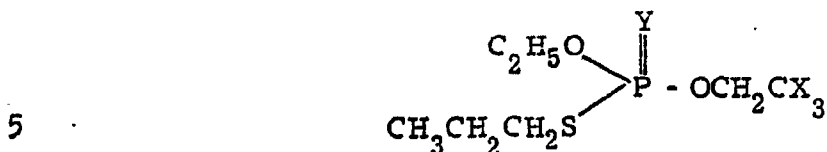


20 en la cual X tiene el significado arriba indicado y

M significa hidrógeno o un metal alcalino.

La invención se refiere además a una com
posición insecticida, acaricida o nematocida que está caracteri
zada porque como sustancia activa contiene por lo menos un tiolet
25 fosfato o tioletnotioletfosfato de O-etil-S-n-propil-O-2,2,2-

1 trihaloetilo, de fórmula general:



en la cual significan

Y oxígeno o azufre y

X halógeno.

10 Sorprendentemente fué encontrado que los tio-
o ditiofosfatos O-etil-S-n-propílicos tienen un efecto insecticida, acari-
cida y nematocida excelente que no podía ser esperado en base al
efecto de compuestos análogos conocidos.

15 Las sustancias activas según el invento tienen
una toxicidad relativamente baja para las plantas y tienen una eficacia
segura. Su efecto parasiticida es rápido; por esto pueden ser aplicadas
como productos químicos agrícolas para combatir un gran número de
distintos animales dañinos, tales como insectos picadores y mordedores,
ácaros y nematodos, otros fitoparásitos, y animales dañinos para cereales
20 y animales dañinos para la salud, tales como por ejemplo insectos, ácaros
y nematodos.

Ejemplos de tales animales dañinos son tales
del orden de los coleópteros, tales como por ejemplo: Colosso bruchus
chine-sis, Sitophilus zeamais, Tri bolium castaneum, Epilachna
25 vigintioctomaculata, Agriotes fuscicollis y Anomala rufocuprea:

1 Lepidópteros, P. ej.: *Lymantria dispar*, *Malacosoma neustria*, *Pieris rapae*, *Spodoptera litura*, *Chilo suppressalis*, *Adoxophyes orana* y
Ephestia cautella; Hemípteros, P. ej. *Nephotettix cincticeps*, *Nilaparvata lugens*, *Pseudococcus comstocki*, *Unaspis yanonensis*, *Myzus persicae*,
5 *Aphis pomi* y *Rhopalosiphum pseudobrassicae*; Orthopteros, P. ej. *Blatella germanica*, *Periplaneta americana* y *Gryllotalpa africana*; isópteros,
P. ej.: *Musca domestica vicina*, *Aedes aegypti*, *Hylemia platura*, *Culex pipiens*, *Anopheles sinensis* y *Culex tritaeniorhynchus*.

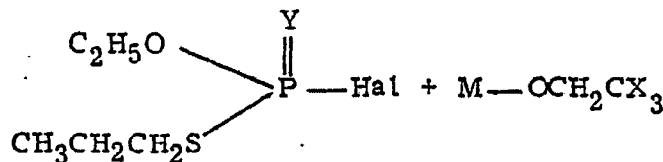
Como ejemplos de ácaros han de mencionarse
10 los siguientes, *Tetranychus telarius*, *Panonychus citri* y *Aculus pelekassi*.

Ejemplos de nematodos son: *Meloidogyne incognita* acrita, *Aphelenchoides besseyi* y *Heterodera glycines*.

En el sector de la medicina veterinaria, los
nuevos compuestos según la invención pueden ser empleados con buen re-
15 sultado contra diversos parásitos de animales ya sea endo- o ectoparásitos,
tales como por ejemplo arañas, insectos y lombrices.

El procedimiento según la invención para la
producción de los nuevos compuestos de fórmula (I) es explicado más
detalladamente a continuación.

20

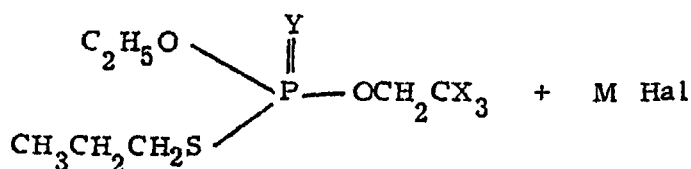


25

(II)

(III)





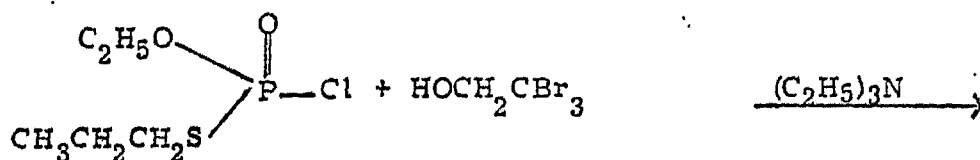
(I)

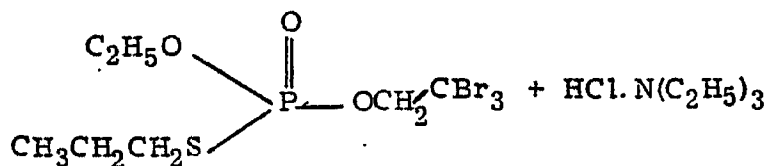
En las fórmulas, Y, X, Hal y M tienen los significados arriba indicados. En la fórmula general más arriba citada, Y significa oxígeno o azufre; X, halógeno, por ejemplo cloro, flúor, bromo o yodo; Hal, también uno de los mencionados halógeno, preferiblemente cloro, y M, hidrógeno o un metal alcalino, tal como por ejemplo sodio o potasio,

Ejemplos de halogenuros de tio- o ditiofosforilo de fórmula (II) son: cloruro de tiofosfato de O-etil-S-n-propilo y cloruro de ditiofosfato de O-etil-S-n-propilo y los bromuros correspondientes a estos cloruros.

Como ejemplos de trihaloetanoles de fórmula general (III) o sus sales, sean mencionados el 2,2,2-trifluoroetanol, el 2,2,2-tricloroetanol, el 2,2,2-tribromoetanol o sus sales sódicas o potásicas.

El procedimiento puede ser ilustrado por el siguiente esquema de reacción:





5 El procedimiento puede ser realizado con el empleo de disolventes o diluyentes. Para este propósito, cualquier disolvente o diluyente inerte es apropiado.

Ejemplos de disolventes o diluyentes apropiados son: agua, hidrocarburos alifáticos, alicíclicos y aromáticos, eventualmente clorados, tales como por ejemplo hexano, ciclohexano, éter de petróleo, ligroina, benceno, tolueno, xileno, cloruro de metileno, cloroformo, tetracloruro de carbono, cloruro de etileno, tricloroetileno y clorobenceno; éteres, tales como éter dietílico, éter metilético, éter diisopropílico, éter dibutílico, óxido de propileno, dioxano y tetrahydrofurano; cetonas, tales como por ejemplo acetona, metilacetona, metil-isopropilcetona y metilisobutilcetona; nitrilos, tales como por ejemplo acetonitrilo, propionitrilo y acrilonitrilo; alcoholes, tales como por ejemplo metanol, etanol, isopropanol, butanol y etilenglicol; ésteres, tales como por ejemplo acetato de etilo y acetato de amilo; amidas, tales como por ejemplo dimetilformamida y dimetilacetamida; sulfonas y sulfóxidos, tales como por ejemplo sulfóxido de dimetilo y sulfolán, y bases, tales como por ejemplo piridina,

10

15

20

La reacción según el invento puede ser llevada a cabo en presencia de un agente ligador de ácido. Ejemplos de éstos son los hidróxidos, carbonatos, bicarbonatos y alcoholatos de metales

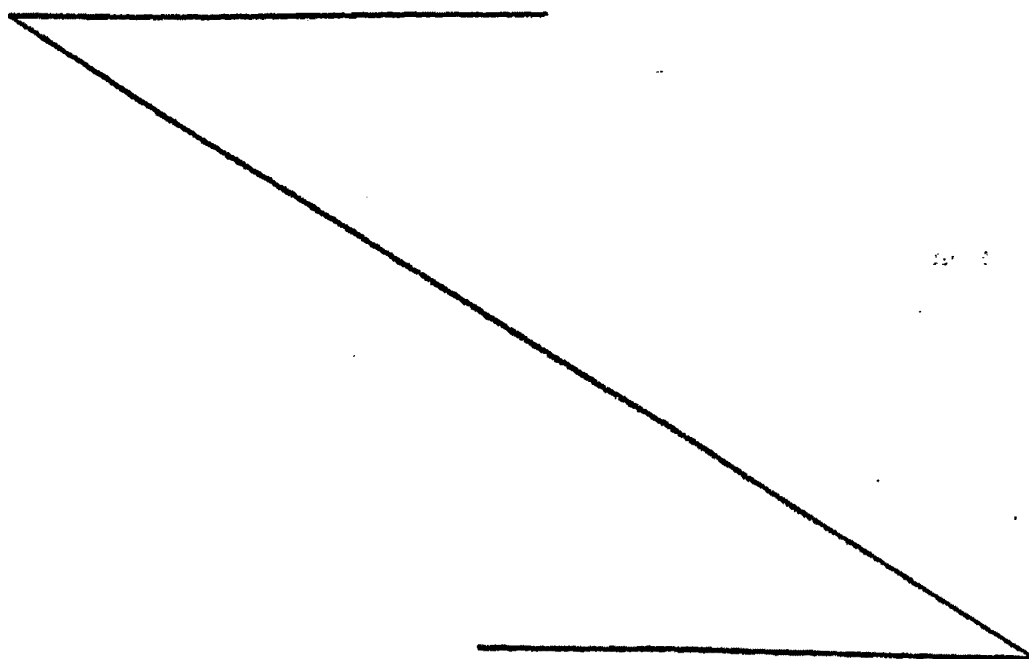
25

1 alcalinos, aplicados generalmente como agentes ligadores de ácido,
y aminas terciarias (por ejemplo trietilamina, dietilanilina y piridina).

5 El producto deseado puede ser obtenido también
con buen rendimiento y alto grado de pureza, si en ausencia de un agente
ligador de ácido se hacen reaccionar monocloruros de difosfato con
sales de los trihaloetanos (preferiblemente con las correspondientes
sales de metal alcalino de los trihaloetanos).

10 La reacción puede ser realizada dentro de
un amplio intervalo de temperaturas. Por lo general es llevada a cabo
a temperaturas entre -20° y el punto de ebullición de la mezcla, preferi-
blemente entre 0 y 100°C .

Si bien la reacción es llevada a cabo preferi-
blemente a la presión atmosférica, la misma puede ser realizada tam-
bién a una presión más elevada o reducida.



1 Los compuestos según la invención pueden ser transformados en las formulaciones usuales, tales como por ejemplo soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados. Estas pueden ser preparadas según procedimientos conocidos, por ejemplo por mezclado de las sustancias activas con diluyentes, vale decir, 5 con diluyentes o vehículos líquidos, sólidos o gaseosos licuados, eventualmente con el empleo de agentes tensioactivos, vale decir, emulgentes y/o agentes dispersantes y/o agentes espumantes. En el caso de la utilización del agua como diluyentes, pueden aplicarse disolventes orgánicos, 10 por ejemplo, también como disolventes auxiliares.

Como diluyentes o vehículos líquidos, particularmente como disolventes, son apropiados sobre todo los hidrocarburos aromáticos, tales como por ejemplo xileno, tolueno, benceno o alquilnaftalenos; los hidrocarburos aromáticos clorados o alifáticos clorados, 15 tales como por ejemplo clorobencenos, cloroetilenos o cloruro de metileno; los hidrocarburos alifáticos o alicíclicos, tales como por ejemplo ciclohexano; parafinas, tales como por ejemplo fracciones de petróleo; alcoholes, tales como butanol o glicol, así como sus éteres y ésteres; cetonas, tales como por ejemplo acetona, metiletilcetona, metilisobutilcetona o ciclohexanona, o disolventes fuertemente polares, tales como 20 por ejemplo dimetilformamida y sulfóxido de dimetilo, así como agua.

Como diluyentes o vehículos gaseosos licuados han de entenderse líquidos que bajo condiciones de temperatura y presión normales son gaseosos, vale decir, por ejemplo agentes impelentes de

1 aerosol, tales como por ejemplo diclorodifluometano o triclorofluo-
metano.

Como vehículos sólidos, de preferencia son
aplicados minerales naturales molidos, tales como por ejemplo caolines,
5 arcillas, talco, creta, cuarzo, atapulguita, montmorillonita o tierra
de diatomeas, y minerales sintéticos molidos, tales como ácido silícico
altamente disperso, óxido de aluminio y silicatos.

Ejemplos preferidos de emulgentes y agentes
espumantes son emulgentes no iónicos y aniónicos, tales como por
10 ejemplo ésteres de polioxietileno y ácidos grasos, éteres de polioxi-
etileno y alcoholes grasos, tales como por ejemplo éteres alquilaril-
poliglicólicos; sulfatos alquílicos y arilsulfonatos, así como productos
de hidrólisis de albúmina; ejemplos preferidos de agentes dispersantes
son las lejías de desecho de sulfito de lignina y la metilcelulosa. -

15 También en la preparación de productos quí-
micos agrícolas, los compuestos según la invención pueden ser trans-
formados según procedimientos usuales en diversas formulaciones.

Ejemplos de tales formulaciones son prepara-
dos líquidos (por ejemplo concentrados emulsionables, polvos mojables,
20 pastillas, polvos solubles, suspensiones y soluciones); polvos secos,
granulados, composiciones pulverulentos, agentes fumigatorios, aerosoles
o pastas.

Las composiciones según la invención, co-
rrientes en el comercio, contienen generalmente 0,1 a 95 % en peso,
25 preferiblemente 0,5 a 90 % en peso de substancia activa.

1 Las composiciones pueden ser diluídas en la aplicación propiamente dicha; el contenido de substancia activa de los preparados listos para el uso es, generalmente de 0,0001 a 20 % en peso, preferiblemente entre 0,005 y 10 % en peso.

5 Sin embargo, el contenido de substancia activa puede ser variado según la forma del preparado, el procedimiento, la finalidad, el tiempo y lugar de su aplicación y el grado de ataque por los parásitos.

10 Los compuestos según la invención pueden ser aplicados también conjuntamente con otros productos químicos agrícolas, tales como por ejemplo insecticidas, fungicidas, acaricidas, nematocidas, agentes antiviruses, herbicidas, agentes reguladores del crecimiento de las plantas, cebos (tales como por ejemplo derivados de fosfatos orgánicos, derivados de carbamato, derivados de ditio- o tiolcarbamato, compuestos orgánicos clorados, dinitro-compuestos, 15 compuestos orgánicos del azufre u órgano-metálicos, antibióticos, derivados de éter difenílico substituídos, derivados de úrea derivados de triazina o similares) y/o abonos o fertilizantes.

20 Los preparados y los preparados listos para el uso que contienen la substancia activa de acuerdo con la invención pueden ser empleados según cualquiera de los procedimientos usuales para la aplicación de productos químicos agrícolas, tal como por ejemplo el esparcido o rociado (pulverización, nebulización o rociado de un preparado líquido, espolvoreo o esparcido de polvo, aplicación a la superficie del agua, echado), aplicación a o introducción en la tierra (por 25

1 ejemplo por mezclado, rociado, gasificación, riego); por aplicación superficial (tal como por ejemplo recubrimiento, aplicación de tiras, recubrimiento con cubiertas, espolvoreo, inmersión y rociado de cebo).

5 Puede ser aplicado también el llamado procedimiento de volumen ultrabajo que permite concentraciones de la substancia activa de un 95 hasta un 100 %.

La cantidad aplicada por unidad de superficie asciende generalmente a 3 hasta 1000 g de substancia activa por 10 áreas, 10 preferiblemente a 30 hasta 600 g/10a. Según la necesidad, estas cantidades pueden ser sobrepasadas o no alcanzadas.

De acuerdo con el invento, por lo tanto, es preparada una composición insecticida, acaricida o nematocida que contiene como substancia activa un compuesto (I) según la invención 15 en mezcla con un diluyente o vehículo sólido o gaseoso licuado, o bien con un diluyente o vehículo líquido mezclado con un agente tensioactivo.

De acuerdo con la invención, se provee también un procedimiento para combatir insectos, ácaros o nematodos, el cual consiste en que a los animales dañinos o su ambiente de vida se 20 aplica un compuesto (I) según la invención, solo o en forma de una mezcla que contiene como substancia activa un compuesto de acuerdo con la invención en mezcla con un diluyente o vehículo.

Constituyen el objeto de la invención también productos de agricultura que están protegidos contra insectos, ácaros 25 o nematodos dañinos y están caracterizados porque son cultivados en

1 campos a los cuales antes del período o durante el período de crecimiento
es aplicado un compuesto (I) según la invención solo o en mezcla con
un diluyente o vehículo. De la siguiente descripción llegase evidente
que los procedimientos usuales son mejorados por la presente invención
5 para la obtención de tales productos de agricultura.

Los compuestos según la invención, los preparados y el empleo de los compuestos de acuerdo con la invención,
son explicados más detalladamente por los siguientes ejemplos. En los
Ejemplos (i) hasta (vii) y A hasta F, los correspondientes compuestos
10 según la invención son designados con números que corresponden a los
números empleados en los ejemplos de preparación 1 a 5. Las partes
significan partes en peso.

Ejemplo (i) Polvo mojable

15 15 partes del compuesto No. 1 según la invención, 80 partes de una mezcla (calculada en peso) 1: 5 de tierra de diatomeas y de caolín y 5 partes de éter polioxietilenaalquilfenílico, fueron molidas juntos y mezcladas para dar un polvo mojable. Este fué diluído con agua y rociado sobre los insectos, ácaros y nematodos a combatir y/o sobre su ambiente de vida.

20 Ejemplo (ii) Concentrado emulsionable

30 partes del compuesto No. 3 según la invención, 30 partes de xileno, 30 partes de metilnaftaleno y 10 partes de éter polioxietilenaalquilfenílico fueron transformadas bajo mezclado y agitación en un concentrado emulsionable. El producto fué diluído con
25 agua y rociado sobre los insectos, ácaros y nematodos a combatir y/o

1 sobre su ambiente de vida.

Ejemplo (iii) Polvo seco

2 partes del compuesto No. 2 según la inven-
ción y 98 partes de una mezcla 1:3 (calculada sobre peso) de talco y
5 arcilla, fueron molidas y mezcladas para dar un polvo seco. El producto
fué aplicado a los insectos, ácaros y nematodos a combatir y/o sobre
su ambiente de vida.

Ejemplo (iv) Polvo seco

1,5 partes del compuesto No. 3 según la in-
10 vención, 0,5 partes de fosfato de isopropilo e hidrógeno y 98 partes de una
mezcla de talco y arcilla fueron molidas y mezcladas. El polvo así obtenido
fué aplicado a los insectos, ácaros y nematodos a combatir y/o a su am-
biente de vida.

Ejemplo (v) Granulado

15 Una mezcla de 10 partes del compuesto No. 5
según la invención, de 10 partes de bentonita, 78 partes de una mezcla
1:3 (calculada sobre peso) de talco y arcilla y de 2 partes de lignin
sulfonato, fué mezclada con 25 partes de agua, y los componentes fueron
mezclados íntimamente entre sí; después de un mezclado cuidadoso el
20 producto fué transformado mediante una extrusora-granuladora en
partículas de un tamaño de aproximadamente 420 a 840 μ que fueron se-
cados a una temperatura de 40-50°C. El granulado así preparado fué
aplicado a los insectos, ácaros y nematodos a combatir y/o a su ambiente
de vida.

25

1 Ejemplo (vi) Granulado

95 partes de partículas de arcilla de tamaños de grano del intervalo de 0,2 a 2 mm fueron introducidas en una mezcladora rotatoria y, durante la rotación, rociadas uniformemente con 5 partes del compuesto No. 1 según la invención disueltas en un disolvente orgánico, y subsiguientemente secadas a una temperatura de 40 a 50°C. El granulado así preparado fué aplicado a los insectos, ácaros y nematodos a combatir y/o a su ambiente de vida.

Ejemplo (vii) Preparado aceitoso

10 0,5 partes del compuesto No. 4 según la invención fueron mezcladas bajo agitación con 20 partes de un compuesto aromático de elevado punto de ebullición y con 79,5 partes de kerosén, para dar un preparado aceitoso. El producto fué aplicado a los insectos, ácaros y nematodos a combatir y/o a su ambiente de vida.

15 Ejemplo A

Ensayo en cuanto a eficacia contra larvas de Spodoptera Litura.

Preparación del producto químico de ensayo:

Disolvente: 3 partes en peso de xileno

20 Emulgente aplicado: 1 parte en peso de éter polioxietilen-alkilfenílico

Para transformar la substancia activa en un preparado apropiado, 1 parte en peso de la substancia activa fué mezclada con el disolvente conteniendo el emulgente; la mezcla formada fué diluída con agua hasta la concentración deseada.

1 Procedimiento de ensayo:

Hojas de batatas fueron sumergidas en un líquido que constaba de la sustancia activa diluída con agua hasta la concentración deseada y colocadas en un platillo de Petri de 9 cm de diámetro en el cual fueron puestas 10 larvas de Spodoptera litura en el tercer estado de desarrollo. El platillo fué mantenido a una temperatura constante de 28°C y, al cabo de 24 horas, fué determinado el número de larvas muertas a fin de verificar el grado de destrucción.

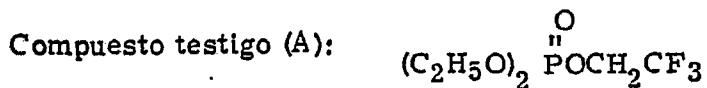
10 Los resultados del ensayo son apreciables en la tabla A.

Tabla A: Resultados del ensayo en cuanto a la eficacia contra larvas de Spodoptera litura

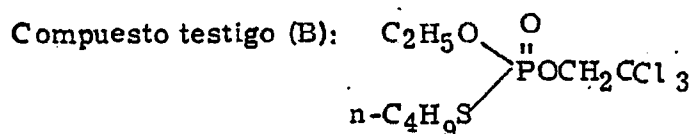
Compuesto	<u>Grado de destrucción en %</u>			
	concentración de la sustancia activa en ppm			
	1000	300	100	30
15 No. 1	100	100	100	
2	100	100	100	100
3	100	100	100	100
4	100	100	100	
5	100	100	100	
20 compuesto testigo (A)	0			
compuesto testigo (B)	30	0		
compuesto testigo (C)	80	10	0	
25 compuesto testigo Dipterex	100	100	90	0

1

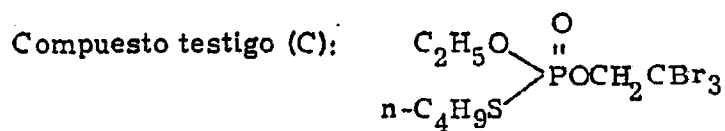
Los compuestos testigos empleados en este ejemplo y en los Ejemplos B hasta F, eran los siguientes:



5

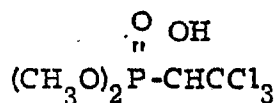


10



Compuesto testigo

(Dipterex):



(producto comercial)

15

Ejemplo B.

Ensayo en cuanto a la eficacia contra *Callosobruchus chinensis*

Procedimiento de ensayo:

20

En un platillo de Petri de 9 cm de diámetro fué colocado papel para filtrar, entonces en el platillo fué introducido 1 ml del preparado obtenido según el ejemplo A con una determinada concentración de la substancia activa diluida con agua, y en el platillo fueron liberados 20 coleópteros *Callosobruchus chinensis*. El platillo de Petri fué mantenido a una temperatura constante de 28°C y, al cabo de 24 horas, fué determinado el número de coleópteros muertos, para verificar el grado de destrucción.

25

1

Los resultados son observables en la Tabla B.

Tabla B: Resultados del ensayo en cuanto a la eficacia contra *Callosobruchus chinensis*.

5

10

15

Compuesto	<u>grado de destrucción en %</u>		
	concentración de la substancia activa en ppm		
	1000	100	10
No. 1	100	100	100
2	100	100	100
3	100	100	100
4	100	100	100
5	100	100	
Compuesto testigo (A)	100	0	
Compuesto testigo (B)	100	0	

Ejemplo C.

Ensayo en cuanto a la eficacia contra *Blatella germanica*.

Procedimiento de ensayo:

20

25

En un platillo de Petri de 9 cm de diámetro fué introducido papel para filtrar y 1 ml del preparado obtenido según el ejemplo A con una determinada concentración de la substancia activa. diluida con agua; entonces en el platillo de petri fueron colocados 10 animales de ensayo de *Blatella germanica* y el platillo fué mantenido a una temperatura constante de 28°C. Al cabo de 24 horas fué constatado el número de los animales de ensayo muertos, a fin de de-

1 terminar el grado de destrucción. Los resultados son observables en la Tabla C.

Tabla C: Resultados del ensayo en cuanto a la eficacia contra *Blatella germanica*

5

Compuesto	<u>Grado de destrucción en %</u>		
	concentración de la sustancia activa en ppm		
	1000	100	0
No. 1	100	100	100
2	100	100	
10 3	100	100	
4	100	100	
5	100	100	
<hr/>			
compuesto testigo			
15 (A)	0		
compuesto testigo			
(B)	100	0	

Ejemplo D.

20 Ensayo en cuanto a la eficacia contra *Musca domestica* vicina (mosca doméstica)

Procedimiento de ensayo:

25 En un platillo de Petri de 9 cm de diámetro fué colocado papel para filtrar, entonces en el platillo fué introducido 1 ml del preparado obtenido según el ejemplo A con una determinada concentra-

1 ción de la substancia activa diluida con agua y 10 animales de ensayo de
una *Musca domestica vicina* resistente a fosfatos orgánicos fueron in-
2 troducidos en el platillo; el platillo fué mantenido a 28°C en una cámara
con termóstato. Al cabo de 24 horas fué constatado el número de los
5 animales de ensayo muertos, a fin de determinar el grado de destruc-
ción.

Los resultados son observables en la Tabla D.

Tabla D: Resultados del ensayo en cuanto a la eficacia contra
Musca domestica vicina resistente a fosfatos orgánicos.

10

Compuesto	Grado de destrucción en %		
	concentración de la substancia activa en ppm		
	1000	100	10
No. 1	100	100	100
2	100	100	
15 3	100	100	
4	100	100	
5	100	100	
Compuesto testigo (A)	0		
20 Compuesto testigo (B)	40	0	
Compuesto testigo (C)	100	0	

25

1 Ejemplo E.

Ensayo en cuanto a la eficacia contra *Tetranychus telarius*.

Procedimiento de ensayo:

5 Las hojas de una planta de habichuela en el estado de desarrollo de dos hojas plantada en una maceta de 6 cm de diámetro fueron inoculadas con 50 a 100 animales de ensayo de *Tetranychus telarius* resistentes a fosfatos orgánicos.

10 Al segundo día, el preparado de substancia activa obtenido según el ejemplo A fué aplicado a las macetas en una determinada dilución con agua en cantidades de 40 ml por maceta, y estas macetas fueron guardadas en un invernáculo. Al cabo de 10 días fué evaluado el efecto acaricida según la siguiente escala:

3: 0 % de animales de ensayo sobrevivientes;

2: número de animales de ensayo sobrevivientes: menor de un 5 %
15 del número de animales de ensayo en la maceta no tratada, pero mayor de un 0 %,

1: número de animales de ensayo sobrevivientes: mayor de un 5 % del número en la maceta no tratada, pero menor de un 50 %,

0: número de las larvas sobrevivientes: mayor de un 50 % de número
20 en la maceta no tratada.

Los resultados son observables en la tabla E.

Tabla E: Resultados del ensayo en cuanto a la eficacia contra *Tetranychus telarius* resistente a fosfatos orgánicos.

1

Grado de destrucción en %

concentración de la substancia activa en ppm

Compuesto	1000	300	100
No. 1	3	3	3
2	3	3	
3	3	3	3
4	3	3	3
5	3	3	3

10

Compuesto testigo (A)

0

Compuesto testigo (B)

1

0

Compuesto testigo (Fencapton)

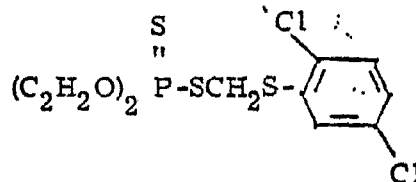
1

0

Nota:

15

Compuesto testigo: (Fencapton)



(producto comercial)

20

Ejemplo F.

Ensayo en cuanto a la eficacia contra *Meloidogyne incognita* acrita.

Preparación de los productos químicos de ensayo:

2 partes de la substancia activa y 98 partes de talco fueron molidas y mezcladas entre sí.

25

Procedimiento de ensayo:

1 La substancia activa elaborada como pre-
cedentemente se ha indicado, fué mezclada uniformemente bajo agitación
con tierra que había sido inoculada con *Meloidogyne incognita* aerita, en
concentraciones de 50, 25, 10 y 5 ppm, e introducida en macetas de en-
5 sayo (1/5000 a). Entonces en cada maceta fueron sembradas unas 20
semillas de tomate (variedad Kurihara); las macetas fueron guardadas
en un invernáculo. A la cuarta semana las plantas fueron sacadas de las
macetas sin dañar sus raíces. Entonces fué verificado el grado de ataque
en 10 plantas y evaluado según la siguiente escala, a fin de determinar el
10 índice de nudos de las raíces.

Grados de ataque:

0 : ninguna formación de nudos (destrucción total)

1: ligera formación de nudos

3: formación intensa de nudos

15 4: formación muy intensa de nudos (correspondiente a las áreas testigos
no tratadas)

$$\text{Índice de nudos de las raíces} = \frac{(\text{Valor de clasificación}) \times (\text{número de casos de ensayo})}{(\text{número total de los casos individuales de ensayo}) \times 4} \times 10$$

20 La evaluación procede en base al efecto
de la lucha según la siguiente ecuación

$$\text{Efecto de la lucha} = \frac{(\text{índice de nudos de las raíces del área no tratada}) - (\text{índice de nudos de las raíces del área tratada})}{(\text{índice de nudos de las raíces del área no tratada})} \times 100$$

25 Un 100 % de efecto de la lucha significa que
se produjo la destrucción total. Los resultados son observables en la

1 tabla F.

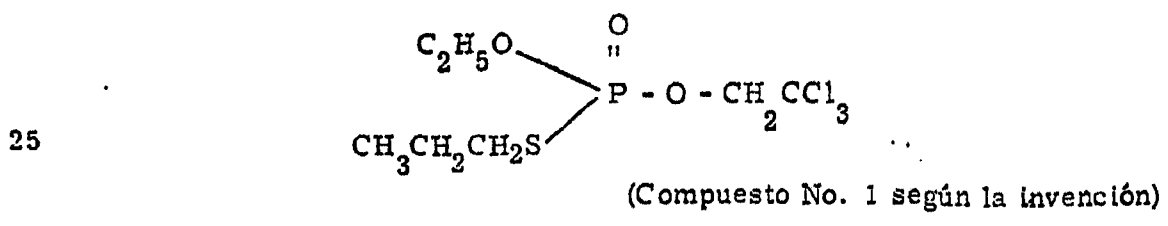
Tabla F: Resultados del ensayo en cuanto a la eficacia contra
Meloidogyne incognita acrita.

Compuesto	<u>Efecto nematocida en %</u>			
	concentración de la sustancia activa en ppm			
	50	25	10	5
No. 1	100	100	100	100
2	100	100	100	86,6
3	100	100	100	100
4	100	100	100	80,9
5	100	100	100	100
Compuesto testigo (A)	12,7	0		
Compuesto testigo (B)	78,8	0		
Compuesto testigo (VC - 13)	100	98,3	66,4	7,5



(Producto comercial)

Ejemplo 1.

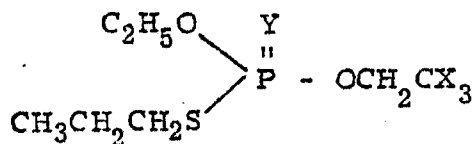


1 En una mezcla de 6 g de 2,2,2-tricloro-
 etanol y de 50 ml de tolueno y de 4,1 g de trietilamina, fueron instilados
 8,75 g de cloruro de tiosulfato de O-etil-S-n-propilo bajo agitación a la
 temperatura de 0 a 5°C. Entonces la mezcla fué agitada durante 2 horas
 5 a 20-25°C y durante 3 horas a 60-70°C, luego fué enfriada hasta la tem-
 peratura ambiente y lavada sucesivamente con ácido clorhídrico al 1 %,
 con hidróxido de sodio concentrado al 2 % y con agua. La mezcla soluble
 en tolueno fué deshidratada con sulfato de sodio anhidro, el tolueno fué
 eliminado por destilación y el residuo fué destilado bajo presión reducida,
 10 para obtener el deseado tiosulfato O-etil-S-n-propil-O-2,2,2-tricloro-
 etílico en una cantidad de 7,6 g.

P. e. 126-127°C/0,3 mm Hg; n_D^{20} 1,4920.

En la tabla 7 están detallados compuestos
 que fueron preparados esencialmente según el procedimiento precedente-
 mente descrito.
 15

Tabla 7.



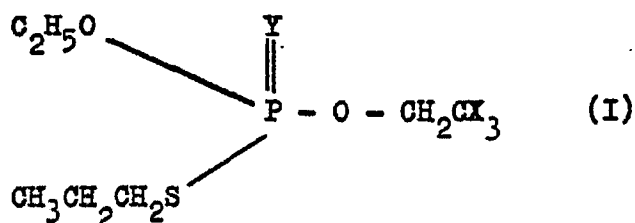
20	Compuesto	Y	X	constantes físicas
	No. 2	S	F	P. e.= 60-61°C/0,2 mmHg n_D^{20} 1,4536
	3	O	F	P. e.= 79-81°C/0,8 mmHg n_D^{20} 1,4176
	4	S	Cl	n_D^{20} 1,5296
25	5	O	Br	n_D^{20} 1,5320

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

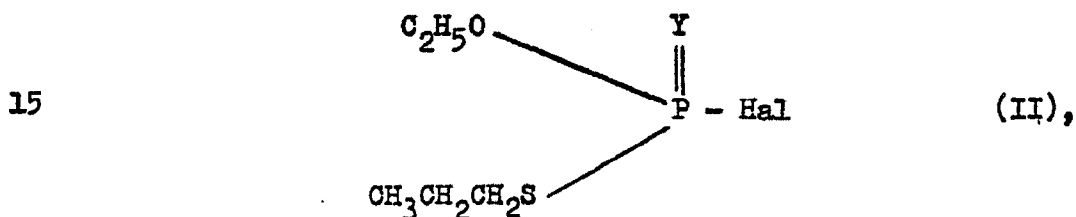
1

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la obtención de (tiono)-
tiolfosfatos de O-etil-S-n-propil-O-2,2,2-trihaloetilo, de
actividad insecticida, acaricida y nematocida, de fórmula
5 general:



10 en la cual Y significa oxígeno o azufre y X halógeno; caracterizado porque en una primera etapa, se hace reaccionar un halogenuro de tio- o ditiofosforilo de fórmula general:



en la cual Y tiene el significado indicado anteriormente y Hal significa halógeno, con un trihaloetanol de fórmula general:

20



en la cual X tiene el significado indicado anteriormente y M significa un átomo de hidrógeno o de metal alcalino, y, en
25 una segunda etapa, se combinan los tiolfosfatos o ticonotiol-



1 fosfatos de O-etil-S-n-propil-O-2,2,2-trihaloetilo, obteni-
dos en la primera etapa, con diluyentes y/o agentes tensio-
activos.

5 2.- Procedimiento para la obtención de (tiono)-tiol-
fosfatos de O-etil-S-n-propil-O-2,2,2-trihaloetilo, tal y
como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 28 hojas escritas a máquina
por una sola cara.

28 DIC. 1977

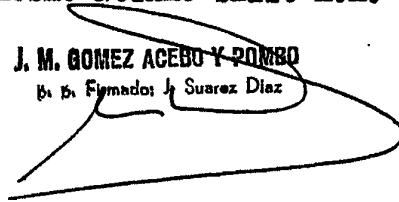
Madrid,

10

NIHON TOKUSHU NOYAKU SEIZO K.K.

J. M. GOMEZ ACEBO Y POMBO

En B. Firmado: J. Suarez Diaz



~~10~~