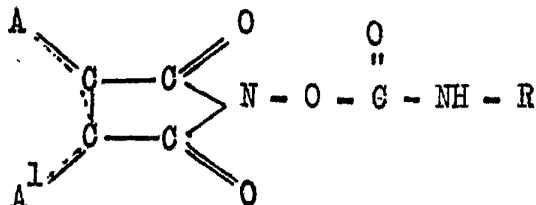




tiempo de espera entre su aplicación y el comienzo del cultivo.

En cambio se ha descubierto ahora que los compuestos de la fórmula general

5.



- en la que A y A¹ significan juntas miembros de un anillo de carbono cicloalifático, conteniendo en caso dado enlaces dobles olefínicos, cada una uno o dos átomos de hidrógeno, uno o dos grupos metilo o, juntamente, miembros de un anillo de carbono aromático, R un resto alquilo y C...C, C...A y C...A¹ eventualmente un enlace simple de carbono o un enlace doble de carbono, son activos contra hongos del suelo patógenos y nemátodos parásitos de las plantas y, sin mantener ningún tiempo de espera entre su aplicación y el comienzo del cultivo, permiten combatir al mismo estos parásitos.

15. Otra ventaja de estos compuestos es que los mismos combaten los hongos parásitos en la simiente, por lo que para la desinfección de esta última pueden emplearse también productos que contengan estos compuestos.

20. Para el fin antes apuntado están bien indicadas, p. ej. N-alquil-carbamoiloxi-imidas del ácido ftálico, ácido tetrahidroftálico, ácido succínico y ácido metilsuccínico, en donde alquilo significa un resto de hidrocarburo saturado con 1 a 3 átomos de carbono.



- Las sustancias activas de los productos sugeridos por el invento pueden prepararse por métodos conocidos, p. eje. por reacción de imidas del ácido N-hidroxi-dicarboxílico con los correspondientes alcalisocianatos en un disolvente orgánico indiferente, como p. ej. tetrahidrofurano o cloruro de etileno, de preferencia con adición simultánea de cantidades catalíticas de trietilamina, de la siguiente manera.
- 5.

Preparación de N-(N'-metilcarbamoiloxi)-ftalimida

- 978 g (6 moles) de N-hidroxi-ftalimida se suspenden en unos 2,5 litros de tetrahidrofurano. Después de añadir 1 ml de trietilamina se agregan a gotas, bajo remoción simultánea, 360 ml de isocianato de metilo, manteniendo por refrigeración la temperatura en 30°C. Se sigue removiendo 2 horas a temperatura ambiente, y finalmente se aspira el carbamato separado por cristalización y se lava con un poco de tetrahidrofurano.
- 10.
- 15.

Rendimiento: 1250 g = 95 % del teórico

Punto fusión: 202 a 204°C (bajo descomposición).

En otro método se lleva a cabo la reacción por adición simultánea de agua:

20. Preparación de N-(N'-metilcarbamoiloxi)-succinimida

En una suspensión de 200 g (2 moles) de anhídrido de ácido succínico en una solución de 140 g (2 moles) $H_2NOH \cdot HCl$ en 400 l de agua, se añaden a gotas, a 20 hasta 25°C, bajo remoción



simultánea, 2 moles de lejía de sosa al 30% aproximadamente. Se forma así una solución clara. Después de 2 horas a 85° C se agregan a 0° C lentamente 94,5 ml de isocianato de metilo, con lo que por cristalización se separan 218 g de carbamato. El filtrado se vuelve a calentar 2 horas hasta 85° C. La siguiente reacción con 23,5 ml de isocianato de metilo suministra otros 40 g de carbamato.

Rendimiento total: 75 % del teórico

Punto fusión: 149 a 151° C.

En forma análoga se pueden preparar también las siguientes sustancias activas:

N-(N'-metilcarbamoiloxi)-succinimida	p.f. 149	a 151° C
N-(N'-etilcarbamoiloxi)-succinimida	p.f. 130	a 131° C
N-(N'-isopropilcarbamoiloxi)-succinimida	p.f. 142	a 143° C
N-(N'-etilcarbamoiloxi)-ftalimida	p.f. 179	a 181° C (bajo descomposición)
N-(N'-isopropilcarbamoiloxi)-ftalimida	p.f. 170	a 171° C
N-(N'-metilcarbamoiloxi)- Δ_4 -tetrahydro-ftalimida	p.f. 159	a 160° C

Las nuevas sustancias activas son sustancias incoloras, generalmente cristalinas, muy poco solubles, o insolubles, en hidrocarburos alifáticos y aromáticos, Son diferentemente solubles aunque por lo regular sólo moderadamente, en acetato de etilo, cloroformo, dimetilformamida, tetrahidrofurano y agua, etc.



Las sustancias activas de los productos sugeridos por el invento pueden aplicarse solas o mezcladas entre si, o con otros nematocidas y/o fungicidas del suelo.

5. El empleo se hace convenientemente en forma de preparados, por ejemplo polvos, productos para esparcir, granulados, suspensiones o emulsiones, agregando de paso sustancias de soporte líquidas y/o sólidas o bien diluyentes y, en caso dado, humectantes, adherentes, emulgentes y/o dispersantes.

10. Debido a la solubilidad de por si poco buena de las sustancias activas, para la aplicación son apropiados de preferencia los preparados que se fabrican haciendo uso de sustancias de soporte sólidas.

Unas sustancias de soporte sólidas adecuadas son, por ejemplo, caolín, talco, arcilla rojiza y otras arcillas.

15. Como sustancias de actividad superficial son apropiadas, entre otras, las sales de ácido lignisulfónico, sales de ácidos benzolsulfónicos alcoholados, amidas de ácido sulfonadas y sus sales, aminas polietoxiladas y alcoholes.

20. La preparación de las distintas formas de preparación puede llevarse a cabo del modo ya conocido, por ejemplo por métodos de mezcla o de molienda. Si se emplean sustancias de soporte sólidas pueden obtenerse p.eje. preparados con un contenido de sustancia activa de más del 80 %.

25. Para combatir los llamados parásitos habitantes en el suelo los productos se meten convenientemente en las capas superiores del



terreno, por ejemplo por fresado, hasta una profundidad de unos 20 cm.

El invento se explica seguidamente con los ejemplos de ensayo que se mencionan, en los cuales se emplearon productos con un contenido en sustancia activa del 50 u 80 %.

EJEMPLO 1

Eficacia fungicida del suelo

Una tierra estercolada sin desecar fué inoculada adicionalmente con micelios de *Pythium ultimum*. Después de mezclar uniformemente los productos con el suelo infestado se realizó, sin ningún tiempo de espera, con arreglo a la concentración la siembra de 25 granos de guisante de la clase "Wunder von Kelvedon" en vasijas de arcilla con capacidad para 1 litro de tierra. En el cuadro se indica en tantos por ciento el número de guisantes sanos que crecieron después de un periodo de cultivo de 15 días a 22 hasta 24°C.

Sustancia activa.	Guisantes sanos crecidos en % con una dosis de mg de sustancia activa litro de tierra.		
	0 mg	100 mg	300 mg
20. N-(N'-metilcarbamoiloxi)-succinimida		96	100
N-(N'-etilcarbamoiloxi)-succinimida		84	96
N-(N'-isopropilcarbamoiloxi)-succinimida		60	92
N-(N'-metilcarbamoiloxi)-ftalimida		68	100

../.



Sustancia activa	Guisantes sanos crecidos en % con una dosis de mg de sus- tancia activa litro de tierra.		
	0 mg	100 mg	300 mg
5. N-(N'-etilcarbamoiloxi)-ftalimida		20	100
N-(N'-isopropilcarbamoiloxi)-ftalimida		48	96
N-(N'-metilcarbamoiloxi)- Δ_4 -tetrahidro ftalimida		68	80
N-triclorometil-tiotetrahidroftalimida		40	84
10. Suelo desecado	96		
Suelo sin tratar	26		

De los resultados del anterior ejemplo de ensayo se desprende que los productos probados son en su mayoría superiores a la conocida N-triclorometil-tiotetrahidro-ftalimida con sólo efecto fungicida del suelo. Su eficacia nematocida se pone de manifiesto en el siguiente ejemplo de ensayo.

EJEMPLO 2

Eficacia nematocida

Una tierra contaminada uniformemente por nemátodos de agalla radicícola, *Meloidogyne incognita*, fué mezclada con los productos en las dosis que se indican. Sin ningún tiempo de espera se realizó una siembra de 10 granos de pepino de la clase "Guntruud" en vasijas de arcilla con capacidad para 0,5 litro de tierra. Después de un tiempo de cultivo de 26 días a una temperatura del suelo entre 22°C y 25°C



se efectuó la valoración del efecto nematocida por recuento de las agallas radicícolas formadas al baño maría.

Sustancia activa	Efecto nematocida en % a una dosis de ... mg de sustancia activa/litro de tierra	
	200 mg	300 mg
5. N-(N'-metilcarbamoiloxi)-succinimida 100		100
N-(N'-metilcarbamoiloxi)-ftalimida 100		100
10. N-(N'-metilcarbamoiloxi- Δ_4 -tetrahidro-ftalimida 100		100
N-triclorometil-tiotetrahidro-ftalimida	0	0

En un ensayo análogo, la

- N-(N'-etilcarbamoiloxi)-succinimida
- 15. N-(N'-isopropilcarbamoiloxi)-succinimida
- N-(N'-etilcarbamoiloxi)-ftalimida
- N-(N'-isopropilcarbamoiloxi)-ftalimida

mostraron asimismo buen efecto nematocida.

EJEMPLO 3

20. Compatibilidad con las plantas

Los productos se mezclaron con una tierra estercolada sin desecar en las dosis señaladas y con uniformidad. Sin ningún tiempo de espera se sembraron seguidamente 30 granos de lechuga de la clase "Attraktion" en vasijas de arcilla con capacidad para

328872



- 9 -

0,5 litros de tierra. Después de un tiempo de cultivo de 12 días se determinó el peso en fresco de las plantas. Para fines de control se determinó el peso en fresco de plantas que fueron cultivadas en forma análoga, únicamente en tierra estercolada desecada.

5. En el cuadro siguiente se indican los pesos relativos en fresco de las plantas que fueron calculados en comparación con los de control.

	Sustancia activa	mg sustancia activa/litro tierra	Peso relativo en fresco de la planta, en %
10.	N-(N'-metilcarbamoiloxi)-succinimida	300	175
		400	152
		500	172
		600	105
15.	N-(N'-metilcarbamoiloxi)-ftalimida	300	132
		400	126
		500	110
		600	121
20.	N-metilditio-carbamato sódico	20	35
		30	0 (ningún crecimiento de planta)
		40	0
		50	0
		60	0
25.	3,5-dimetil-tetrahydro-1,3,5,2-H-tiadiazin-2-tiona	20	51
		30	59
		40	0
		50	0
		60	0

En ensayos análogos, los agentes conteniendo

N-(N'-etilcarbamoiloxi)-succinimida,

N-(N'-isopropilcarbamoiloxi)-succinimida,

N-(N'-etilcarbamoiloxi)-ftalimida, ó

30. N-(N'-isopropilcarbamoiloxi)-ftalimida



y aplicados en cantidades de 300 mg de sustancia activa/litro tierra no causaron ningun perjuicio considerable al crecimiento de las plantas.

5. La ventaja de los medios sugeridos por el invento frente al N-metilditiocarbamato sódico y a la 3,5-dimetil-tetrahydro-1,3,5,2-H-tiadiacina-2-tiona estriba, como muestran los ejemplos, en la supresión del tiempo de espera entre la aplicación de los productos y el comienzo del cultivo.

10. Los resultados anteriores muestran, además, que la cantidad aplicada necesaria para la exterminación total de los nemátodos, de unos 200 mg de sustancia activa/litro tierra, para los productos sugeridos por el invento (cfr. ejemplo 2), puede sobrepasarse mucho sin afectar el crecimiento de las plantas, mientras que aproximadamente la mitad de la cantidad aplicada, necesaria como es sabido para lograr el mismo efecto, de por lo menos 15. 60 mg de sustancia activa/litro tierra para los productos de comparación neutraliza por completo el crecimiento de las plantas.

20. Los dos ejemplos de ensayo siguientes se refieren a la acción nematocida y favorecedora del crecimiento de los productos sugeridos por el invento.

EJEMPLO 4

En una superficie de terreno libre muy contaminada por nemátodos radicícolas espontáneos de la especie Rotylenchus, Pratylenchus y Tylenchorhynchus, se esparcieron por cada m² 50 g



de un producto en polvo conteniendo 50 % en peso de N-(N'-metil carbamoiloxi)-ftalimida y cavaron a 12 hasta 15 cm de profundidad. 4 semanas después de la aplicación del producto se determinó un grado de contaminación de tan sólo un 5 %.

5. EJEMPLO 5

En un terreno libre se incorporaron a 12 hasta 15 cm de profundidad uniformemente diversas cantidades de un producto para esparcir conteniendo 50 % en peso de N-(N'-metilcarbamoilo-
10. xi)-succinimida y 50 % en peso de sustancias de soporte así como materias adherentes y humectantes. Sin ningún tiempo de espera se efectuó por cada tratamiento una siembra de 1 g de semilla de lechuga de la clase "Attraktion". Después de un tiempo de cultivo de 20 días se determinó el peso en fresco de las plantas crecidas.

15.	Dosis sustancia activa/m ²	Peso de las plantas
	0 g	14 g
	20 g	65 g
	40 g	56 g
	60 g	48 g

20. El siguiente ejemplo de ensayo pone de relieve la mejor eficacia de los productos sugeridos por el invento contra hongos parásitos en la simiente, en comparación con la de un producto conocido.

*



EJEMPLO 6

Exterminación de Fusarium nivale

Unas semillas de centeno con ataque natural de hongos blancos (*Fusarium nivale*) fueron sembradas, sin ningún tratamiento y desinfectadas con los productos sugeridos por el invento o con N-triclorometil-tiotetrahidro-ftalimida, en recipientes de arcilla con tierra no estéril y se conservaron en la cámara frigorífica a 7 hasta 12°C expuestas a la luz artificial durante 2 meses. Durante el tiempo de ensayo se fué valorando el ataque de las plantas de centeno por hongos blancos, calculandolo en tantos por ciento del ataque de las plantas de centeno sin desinfectar.

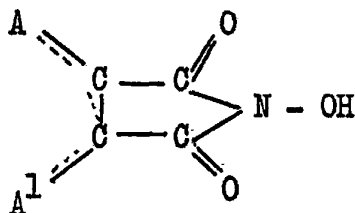
Ataque relativo del centeno en el ensayo en tierra (in vivo) por *Fusarium nivale* en la semilla (control sin tratamiento):
= 100)

15.	Sustancia activa	g sustancia activa/100 kg	Ataque
	N-(N'-metilcarbamoiloxi)-succinimida	150	3
20.	N-(N'-metilcarbamoiloxi)- Δ_4 -tetrahidro-ftalimida	150	4
	N-triclorometil-tiotetrahidro-ftalimida	150	40
	Sin tratamiento		100



5. en la que A y A¹ significan juntas miembros de un anillo de carbono cicloalifático, conteniendo en caso dado enlaces dobles olefinicos, cada uno o dos átomos de hidrógeno, uno o dos grupos metilo o, juntamente, miembros de un anillo de carbono aromático, R un resto alquilo y C...C, C...A y C...A¹ eventualmente un enlace simple de carbono o un enlace doble de carbono caracterizado porque en un disolvente orgánico indiferente se hacen reaccionar imidas de ácido N-hidroxi-carboxílico de la fórmula general

10.



con alcalisocianatos de la fórmula general

15.



en la que A, A¹ y R tienen el significado anterior.

2.- "PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE NEMATOCIDAS Y FUNGICIDAS PARA LA AGRICULTURA".

20. Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria descriptiva que consta de catorce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, - 8 JUL. 1966

La Juncos