

347500



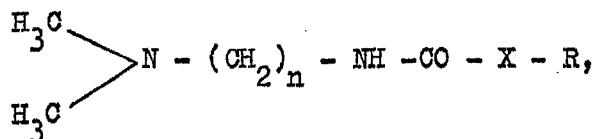
24

MEMORIA DESCRIPTIVA  
de una Patente de Invención a nombre de:  
SCHERING AKTIENGESELLSCHAFT, de naciona-  
lidad alemana, domiciliada en BERLIN  
Müllerstrasse 170-172 y en BERGKAMEN  
(Alemania); por: " PROCEDIMIENTO DE PRE-  
PARACION DE AGENTES FUNGICIDAS Y FUNGIS-  
TATICOS".

-----

El presente invento se refiere a un procedimiento de preparación de agentes que contienen de ésteres del ácido N-(dialquilaminoalquil)-carbámico ó ésteres del ácido N-(dialquilaminoalquil)-tiocarbámico de efecto fungicida y fungistático.

5. Se ha descubierto que los compuestos de la fórmula general



10. en la que significan

**POOR  
QUALITY**



- R un resto alifático de hidrocarburo, de preferencia con 1 a 8 átomos de carbono,  
X oxígeno o azufre  
4. y  
n un número entero de 1 a 5,

tienen efecto fungicida y también fungistático, y que por lo tanto están perfectamente indicados para combatir los hongos fitopatógenos.

10. Se distinguen por un efecto particularmente bueno los compuestos en los que, en la fórmula general mencionada, R representa un resto de hidrocarburo ramificado o de cadena recta, saturado o sin saturar, con 1 a 8 átomos de carbono, como por ejemplo metilo, etilo, propilo, butilo, pentilo, hexilo, octilo, isopropilo, isobutilo, butilo terc., alilo, propargilo o butin-(1)-il-(3).

15. Los compuestos a emplear según el invento se distinguen sorprendentemente por un magnífico efecto contra *Pythium ultimum*, el cual supera en parte a la acción de los agentes conocidos al efecto que actúa en el mismo sentido. Su acción como desinfectante para favorecer la brotación de la semilla es asimismo considerable y mejor que el de los productos conocidos.
- 20.

- Los productos que contienen uno o varios de los compuestos citados pueden utilizarse, pues, por ejemplo en agricultura o jardinería como desinfectante cáustico para el tratamiento de simientes, el tratamiento de surcos sembrados como el denominado producto para hileras de siembra o para el tratamiento general de terrenos, etc.
- 25.

- Las sustancias activas, en parte nuevas, pueden fabricarse por métodos conocidos; los ésteres del ácido dimetilaminometilcarbámico ( $n=1$ ) por ejemplo, por reacción de los correspondientes ésteres del ácido carbámico con formaldehído y dimetilamina
- 30.



- en agua a temperatura ambiente o a alta temperatura. Los otros ésteres ( $n = 2 - 5$ ) se obtienen, por ejemplo, por reacción de una dimetilaminoalquilamina con un éster del ácido clorofórmico o un tioéster del ácido clorofórmico en un disolvente apropiado,
5. eventualmente en presencia de un aceptor de ácido. Como disolvente pueden servir al efecto, por ejemplo, líquidos orgánicos inertes, tales como éter o hidrocarburos. Aceptores de ácido apropiados son, por ejemplo, aminas terc. orgánicas, tales como trietilamina o piridina, etc., bases inorgánicas tales como hidróxidos o carbonatos alcalinos, etc., o también la amina necesaria para la reacción, la cual se emplea entonces en una cantidad proporcionalmente mayor. La reacción se desarrolla llanamente en una región de temperatura desde aproximadamente 0° hasta 100°C, aunque puede efectuarse también a temperaturas más altas o más bajas. La reacción
10. puede realizarse en una o dos fases, y en este último caso empleando líquidos no miscibles, por ejemplo, agua y disolvente orgánico.
- 15.

Unos compuestos a emplear según la idea del invento son, por ejemplo, los siguientes:

	NOMBRE DEL COMPUESTO	CONSTANTE FISICA
20.	Ester propílico del ácido N-( $\gamma$ -dimetilaminopropilo)-carbámico	P.e.: (18 mm) 139 a 141°C nD <sub>20</sub> = 1,4490
	Ester isobutílico del ácido N-( $\gamma$ -dimetilaminopropilo)-carbámico	P.e.: (0,05 mm) 100 a 102°C nD <sub>20</sub> = 1,4460
25.	Ester alílico del ácido N-( $\gamma$ -dimetilaminopropilo)-carbámico	P.e.: (20 mm) 136 a 138°C nD <sub>20</sub> = 1,4598
	Ester etílico S del ácido N-( $\gamma$ -dimetilaminopropilo)-tiocarbámico	aceite no destilable nD <sub>20</sub> = 1,4965



<u>NOMBRE DEL COMPUESTO</u>		<u>CONSTANTE FISICA</u>
	Ester butílico del ácido N-( $\beta$ -dimetil aminoetil)-carbámico	p.e.: (18 mm) 132 a 138°C $nD_{20} = 1,4470$
5.	Ester etílico del ácido N-(4-dimetilaminobutilo)-carbámico	p.e.: (18 mm) 140 a 143°C $nD_{20} = 1,4500$
	Butin-(1)-il-(3) éster del ácido N-( $\gamma$ -dimetilaminopropilo)-carbámico	p.e.: (0,35 mm) 123 a 124°C $nD_{20} = 1,4640$

La aplicación de las sustancias activas puede hacerse por sí sola o en forma de mezclas de varias sustancias activas.

10. Si se quiere pueden añadirse otros fungicidas, nematocidas, herbicidas, desinfectantes cáusticos u otros agentes antiparasitarios, según sea la finalidad perseguida. Las sustancias activas se emplean convenientemente en forma de preparados, como por ejemplo polvos, productos para esparcir, granulados, soluciones, emulsiones o suspensiones, añadiendo diluyentes o sustancias de soporte líquidas y/o sólidas y, en caso dado, humectantes, adherentes, emulgentes y/o dispersantes.
- 15.

- Sustancias de soporte líquidas adecuadas son agua, aceites minerales u otros disolventes orgánicos, como por ejemplo xilol, clorobenzol, ciclohexanol, ciclohexanona, dioxano, acetónitrilo, acetato de atilo, dimetilformamida, dimetilsulfóxido, y otros más.
- 20.

- Como sustancias de soporte son apropiadas cal, caolín, greda, talco, arcilla rojiza y otras arcillas así como ácido silícico natural y sintético.
- 25.

Como sustancias surfactivas pueden citarse, por ejemplo sales de ácidos ligninsulfónicos, sales de ácidos alcoholados benzolsulfónicos, amidas de ácido sulfonadas y sus sales, aminas polietoxiladas y alcoholes.



Si las sustancias activas han de emplearse para la desinfección de simientes pueden agregarse también colorantes, como por ejemplo neofucsina, etc. al objeto de conferir a la simiente desinfectada un color claramente perceptible.

5. La proporción de sustancia o sustancias activas en el agente puede variar dentro de amplios límites, dependiendo ahí la exacta concentración de la sustancia activa empleada para el producto, de la cantidad en la que los productos han de ser empleados para el tratamiento del terreno o de la simiente, etc.
10. Por ejemplo, el contenido en sustancia activa de los productos oscila entre 1 y 80 por ciento en peso aproximadamente de preferencia entre 20 y 50 por ciento en peso aproximadamente, y el de sustancias de soporte líquidas o sólidas entre el 99 y 20 por ciento en peso aproximadamente, conteniendo en caso dado hasta un 20 por ciento en peso de sustancias surfactivas en forma de una emulsión o de un desinfectante seco.
- 15.

- Para favorecer la brotación de la simiente, los productos se echan como de costumbre bien directamente sobre la simiente antes de la siembra, o bien en los surcos (llamados también hileras) durante la faena de siembra. Para un tratamiento del terreno propiamente dicho se aplican los productos convenientemente a las capas superiores del terreno, introduciéndolos, por ejemplo por fresado, hasta una profundidad de unos 20 cm.
- 20.

- Los siguientes ejemplos tienen la finalidad de explicar el invento.
- 25.

EJEMPLO 1

Una tierra estercolada sin desecar fué inoculada adicionalmente con micelio de *Pythium ultimum*. Después de mezclar uniformemente los productos con el suelo contaminado se



- procedió sin tiempo de carencia, según la concentración, a la siembra de 25 granos de guisantes de la clase "Wunder von Keldon" en cubetas de arcilla con capacidad para 1 litro de tierra. En el cuadro se indica el número de guisantes que brotaron sanos,
5. la apreciación del desarrollo de la raíz en el suelo (1 a 4) y el peso de las plantas en fresco después de un período de cultivo de 3 semanas a 22 hasta 24°C. Como agentes de comparación se utilizó CAPTAN (N-triclorometiltio-tetrahidroftalimida). Los preparados estaban disponibles en forma de polvo con 20 por ciento
10. en peso de sustancia activa.

../.



24 NOV. 1966

PREPARADO	SUSTANCIA ACTIVA LITROS TIERRA	NUM. DE GUISANTES SANOS	APRECIA CION DE LA RAIZ	PESO DE PLANTA EN FRESCO	
5.	Ester propílico del ácido N-( $\gamma$ -dimetilaminopropilo) -carbámico	50 mg	21	4	13 g
		100 mg	24	4	17 g
		200 mg	25	4	18 g
10.	Ester etílico S del ácido N-( $\gamma$ -dimetilaminopropilo) -tiocarbámico	50 mg	20	4	12 g
		100 mg	17	4	12 g
		200 mg	20	4	14 g
	Ester butílico del ácido N-( $\beta$ -dimetilaminoetilo)- carbámico	50 mg	19	1	20 g
		100 mg	20	3	20 g
		200 mg	24	4	22 g
15.	Ester alílico del ácido N-( $\gamma$ -dimetilaminopropilo) carbámico	50 mg	16	3	20 g
		100 mg	21	4	25 g
		200 mg	20	4	22 g
20.	Ester isobutílico del ácido N-( $\gamma$ -dimetilaminopropilo)- carbámico	50 mg	18	1	19 g
		100 mg	15	2	20 g
		200 mg	22	2	24 g
CAPTAN		50 mg	9	1	4 g
		100 mg	12	1	6 g
		200 mg	20	2	17 g
25.	Suelo desecado (3 ensayos de control)	A	21	4	16 g
		B	24	4	16 g
		C	24	4	17 g
	Suelo sin tratar (3 ensayos de control)	A	0	-	-
		B	2	1	-
		C	1	1	-
30	<u>Apreciación de la raíz:</u>				
			4 = raíces blancas sin miconecrosis		
			3 = raíces blancas, escasa miconecrosis		
			2 = raíces pardas, ya fuerte miconecrosis		
		1 = fuerte miconecrosis, raíces quemadas			



EJEMPLO 2

Procedimiento de siembra en hileras de algodón.

5. Unas cubetas de arcilla con capacidad para 2 litros de tierra se llenaron de tierra estercolada sin desecar. Cada 20 cm de surco se esparcieron los productos en forma de polvo con 20 por ciento en peso de sustancia activa y luego se procedió, según la concentración, a sembrar 25 granos de algodón despojado de los linters. En el cuadro se indica el número de simientes de algodón que brotaron sanas y el peso de las plantas en fresco después de un período de cultivo de 20 días a 22 hasta 24°C. Como agente de comparación se empleó MANEB (mangan-etileno-bis-ditio-carbamato).
- 10.

../. .



24 No

PREPARADO	MG SUSTAN CIA ACTIVA POR 20 CM DE SURCO.	NUMERO DE PLANTAS SANAS.	PESO DE PLANTA EN FRESCO.	
5.	Ester butílico del ácido N-	10 mg	21	38 g
	( $\beta$ -dimetilaminoetilo)-carbá-	20 mg	19	40 g
	mico	40 mg	21	42 g
		80 mg	18	40 g
10.	Ester alílico del ácido	10 mg	22	40 g
	N-( $\gamma$ -dimetilaminopropilo)-	20 mg	20	40 g
	carbámico	40 mg	25	50 g
		80 mg	21	40 g
15.	Ester isobutílico del ácido	10 mg	12	28 g
	N-( $\gamma$ -dimetilaminopropilo)-	20 mg	18	38 g
	carbámico	40 mg	24	45 g
		80 mg	23	45 g
M A N E B		10 mg	12	24 g
		20 mg	9	22 g
		40 mg	11	30 g
		80 mg	18	30 g
20.	Suelo desecado	A	21	50 g
	(2 ensayos de control)	B	17	54 g
	Suelo sin tratar	A	9	22 g
	(2 ensayos de control)	B	10	23 g

**EJEMPLO 3**

25. Procedimiento de siembra en hilera de algodón para combatir el *Pythium ultimum*

Una tierra estercolada desecada fué inoculada con micelio de *Pythium ultimum*, unas cubetas de arcilla de 2 litros de capacidad se llenaron con esta tierra y cada 20 cm de surco se esparció la mencionada cantidad de sustancia activa en forma de polvo al 20 %. Después se procedió, según la concentración, a la siembra de 25 granos de algodón despojados de los linteros. En el cuadro se indica el número de simientes de algodón que brotaron sanas y el peso de planta en fresco después de un período de cultivo de 25 días a 22 hasta 24°C. Como agente de comparación se

30.

35.



empleó CAPTAN (N-triclorometiltio-tetrahidroftalimida).

P R E P A R A D O	SUSTANCIA ACTIVA POR 20 CM DE SURCO.	NUMERO DE PLANTAS SANAS	PESO DE PLANTA EN FRESCO	
5.	Ester butílico del ácido N-(β-dimetilaminoetilo)-carbámico	10 mg 20 mg 40 mg 80 mg	16 23 22 23	34 g 50 g 45 g 49 g
10.	Ester propílico del ácido N-(γ-dimetilaminopropilo)-carbámico	10 mg 20 mg 40 mg 80 mg	16 17 21 24	34 g 33 g 43 g 47 g
	Ester etílico S. del ácido N-(γ-dimetilaminopropilo)-tiocarbámico	10 mg 20 mg 40 mg 80 mg	17 21 21 14	39 g 45 g 44 g 31 g
15.	C A P T A N	10 mg 20 mg 40 mg 80 mg	4 7 15 7	6 g 13 g 26 g 15 g
20.	Suelo desecado (3 ensayos de control)	A B C	18 20 18	37 g 35 g 34 g
	Suelo sin tratar (3 ensayos de control)	A B C	6 4 9	9 g 4 g 16 g

EJEMPLO 4

METODO DE DESINFECCION

25. Una tierra estercolada no desecada fué inoculada adicionalmente con el micelio de *Pythium ultimum*. Unos guisantes de la clase "Wunder von Kelvedon" desinfectados con la fórmula del preparado al 50%. se sembraron a 2 hasta 3 cm de profundidad en cubetas de arcilla con capacidad para 0,5 litros de tierra;



25 gramos según la concentración. Después de un período de cultivo de 14 días a 22 hasta 24°C se anotó la cantidad de guisantes que habían brotado sanos. Para comparación se empleó MANEB (mangan-etileno-bis-ditiocarbamato) y TMTD (tetrametil-tiuram-disulfuro).

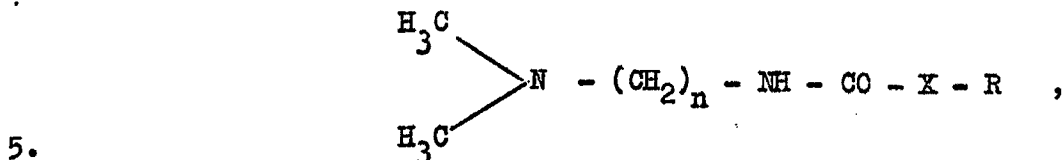
PREPARADO	Número de guisantes brotados sanos	
	0,5 g sustancia activa/kg simiente.	1,0 g sustancia activa/kg simiente.
10. Ester propílico del ácido N-(γ-dimetilaminopropilo) carbámico	25	21
15. Ester etílico del ácido N-(4-dimetilaminobutilo)-carbámico	22	22
Ester alílico del ácido N-(γ-dimetilaminopropilo)-carbámico	14	22
20. Ester butin-(1)-il-(3) del ácido N-(γ-dimetilaminopropilo)-carbámico	14	21
Ester butílico del ácido N-(β-dimetilaminoetilo)-carbámico	16	17
25. M A N E B	10	11
T M T D	13	10
Suelo desecado, simiente sin desinfectar (4 ensayos de control)	A	22
	B	20
	C	22
	D	20
30. Suelo sin tratar simiente sin desinfectar (4 ensayos de control)	A	1
	B	2
	C	0
	D	3



N O T A

Se reivindica como nuevo y de propia invención.

1.- Procedimiento de preparación de agentes fungicidas y fungistáticos de la fórmula general



en la que significan

R un resto alifático de hidrocarburo, de preferencia con 1 a 8 átomos de carbono,

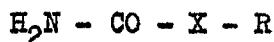
X oxígeno o azufre

10.

y

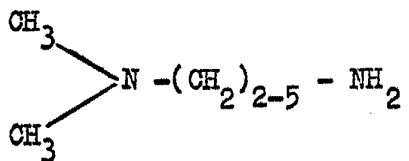
n un número entero de 1 a 5,

caracterizado porque - siempre que en la mencionada fórmula  $n = 1$ , se hacen reaccionar compuestos de la fórmula general



15.

con formaldehído y dimetilamina en agua o - si  $n = 2$  a 5 en la fórmula citada más arriba - compuestos de la fórmula general



son compuestos de la fórmula general

20.



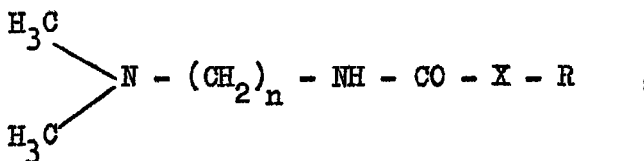
x

24 NOV 1967



en un disolvente, eventualmente en presencia de un aceptor de ácido, teniendo aquí los símbolos R y X y el significado señalado más arriba.

5. 2.- Procedimiento según reivindicación anterior, caracterizado porque por lo menos un compuesto de la fórmula general



en la que significan.

10. R un hidrocarburo alifático, de preferencia con 1 a 8 átomos de carbono,  
X oxígeno o azufre  
y  
n un número entero de 1 a 5,
15. se mezcla en cantidades de 1 hasta 80 por ciento en peso con sustancias de soporte líquidas o sólidas en cantidades del 99 al 20 por ciento en peso y, en caso dado, hasta con 20 por ciento en peso de sustancias surfactivas.

20. 3.- "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE AGENTES FUNGICIDAS Y FUNGISTATICOS".

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

Madrid, 24 NOV 1967

CARLOS REY RIVERA  
P.F.

