

408747

Case 5-7852/1+2/=

18



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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE CARBONATOS Y
TIOLCARBONATOS DE ACTIVIDAD ANTIPARASITARIA", a favor de
la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASILEA (Suiza)

= . =

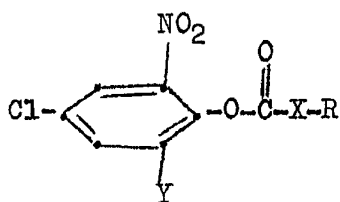
MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a carbonatos o bien tiolcarbonatos, al procedimiento para su preparación, a su utilización en la lucha antiparasitaria y a los agentes, que contienen tales compuestos en calidad de componentes activos.

5.

Los carbonatos o bien tiolcarbonatos tienen la fórmula

10.



(I)



en la que

- Y significa hidrógeno o cloro,
X significa oxígeno y
5. R significa metilo, alquilo de C_3 a C_8 , alqueno de C_3 a C_6 , alquino de C_3 a C_6 , cicloalquilo de C_5 a C_8 , alquilo de C_2 a C_4 sustituido mediante halógeno o ciano o
- X significa azufre y
- R significa alquilo de C_1 a C_6 , alqueno de C_3 a C_4 , alquino de C_3 a C_4 o cicloalquilo de C_5 a C_6 .
10. Los grupos de alquilo, alqueno y alquino que entran en consideración para R, pueden ser de cadena rectilínea o ramificada.
15. Ejemplos de tales grupos son:
- metilo,
etilo,
propilo,
isopropilo,
20. n-butilo,
i-butilo,
secubutilo,
tercibutilo,
l-metilbutilo,
25. l-pentilo,
l-etilpropilo,
l-etilbutilo,
n-hexilo,
l-metilpentilo,



5. 1-etilpentilo,
1-propilbutilo,
n-octilo,
1-metilheptilo,
1-etilhexilo,
alilo,
crotilo,
metalilo,
1-metil-2-propenilo,
10. 1-etil-2-propenilo,
1-etil-2-butenilo,
propargilo,
1-metil-2-propinilo,
1-propil-2-propinilo.
15. Bajo halógeno es de comprender fluor, cloro,
bromo o yodo.

Ejemplos de grupos de halógeno-alquilo de C_2 a C_4
o de ciano-alquilo de C_2 a C_4 para R son: 2-cloroetilo,
2-bromoetilo, 2-fluoroetilo, 2-cianoetilo.

20. Son radicales de cicloalquilo de C_5 a C_8 : ciclo-
pentilo, ciclohexilo, cicloheptilo, ciclooctilo.

A causa de su acción son ventajosos los compues-
tos de la fórmula I,

en la que

25. Y significa hidrógeno o cloro,
X significa oxígeno y
R significa metilo, alquilo de C_3 a C_8 , alilo,
propargilo, ciclohexilo, etilo substituido
mediante fluor, cloro, bromo o ciano o

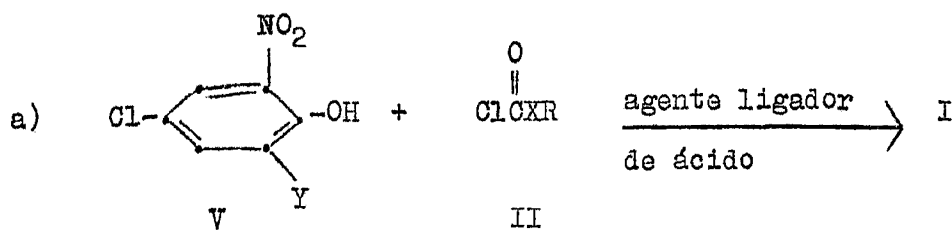


X significa azufre y

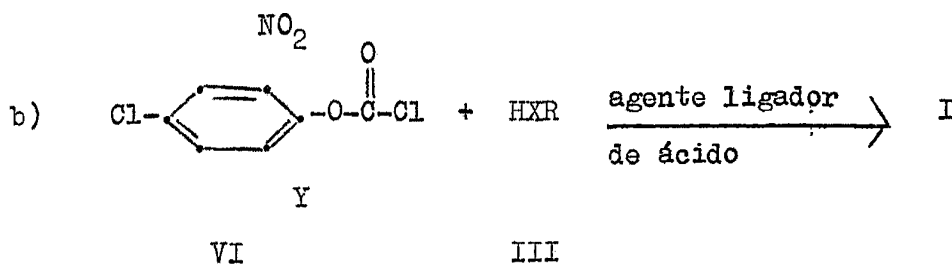
R significa alquilo de C₁ a C₆, alilo, propargilo o ciclohexilo.

Los compuestos de la fórmula I pueden prepararse según métodos en sí conocidos como sigue:

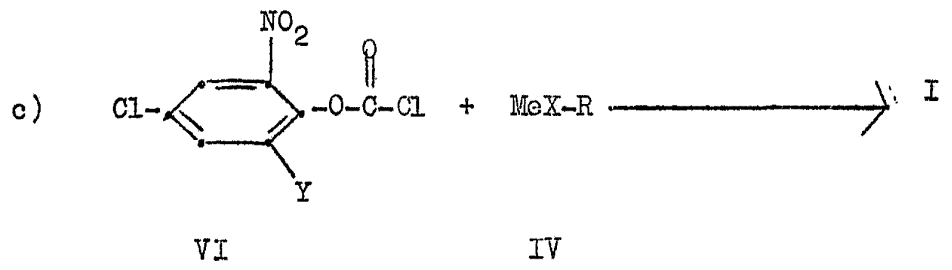
5.



10.



15.



20.

25. En las fórmulas II a IV, X, Y y R tienen la significación indicada para la fórmula I y Me representa un metal monovalente, en especial un metal alcalino.

En calidad de agentes ligadores de ácido pueden entrar en consideración por ejemplo las bases siguientes: las aminas terciarias, como la trietilamina, la dimetil-

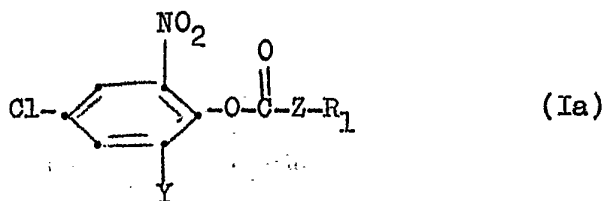


amina, las bases de piridina, las bases inorgánicas, como los hidróxidos y los carbonatos de metales alcalinos y alcalinotérreos, de preferencia el carbonato sódico y el carbonato potásico.

5. Las reacciones pueden realizarse de preferencia en disolventes y diluentes inertes frente a los participantes en la reacción. Para ello son apropiados por ejemplo los siguientes: los hidrocarburos aromáticos, como el benceno, el tolueno, las bencinas; los hidrocarburos halogenados, como el clorobenceno, los policlorobencenos, el bromobenceno; los alcanos clorados con de 1 a 3 átomos de carbono; los éteres, como el dioxano, el tetrahidrofurano; los ésteres, como el éster etílico del ácido acético; las cetonas, como la metiletilcetona, la dietilcetona, los nitrilos, etc....
- 10.
- 15.

La presente invención se refiere además a los agentes para la lucha antiparasitaria, que contienen en calidad de componente activo un compuesto de la fórmula

20.



en la que

25.

Y significa hidrógeno o cloro,

Z significa oxígeno y

R₁ significa alquilo de C₁ a C₈, alqueniilo de C₃ a C₆, alquinilo de C₃ a C₆, cicloalquilo de C₅ a C₈, alquilo de C₂ a C₄ sustituido



mediante halógeno o ciano o

Z significa azufre y

R₁ significa alquilo de C₁ a C₆, alqueno de C₃ a C₄, alquino de C₃ a C₄ o cicloalquilo de C₅ a C₆,

5.

junto con vehículos y/o aditivos apropiados.

Los grupos de alquilo, alqueno y alquino que entran en consideración para R₁ pueden ser de cadena rectilínea o ramificada.

10.

Ejemplo de tales grupos son:

metilo,

etilo,

propilo,

isopropilo,

15.

n-butilo,

i-butilo,

secubutilo,

tercibutilo,

1-metilbutilo,

20.

n-pentilo,

1-etilpropilo,

1-etil-butilo,

n-hexilo,

1-metilpentilo,

25.

1-etilpentilo,

1-propilbutilo,

n-octilo,

1-metilheptilo,

1-etilhexilo,



- alilo,
crotilo,
metalilo,
1-metil-2-propenilo,
5. 1-etil-2-propenilo,
1-etil-2-butenilo,
propargilo,
1-metil-2-propinilo,
1-propil-2-propinilo.
10. Bajo halógeno es de comprender fluor, cloro o bromo o yodo.
- Ejemplos de grupos de halógeno-alquilo de C_2 a C_4 o de ciano-alquilo de C_2 a C_4 para R son: 2-cloroetilo, 2-bromoetilo, 2-fluoroetilo, 2-cianoetilo.
15. Radicales de cicloalquilo de C_5 a C_8 son; ciclo-pentilo, ciclohexilo, cicloheptilo, ciclooctilo.
- A causa de su acción son ventajosos los compuestos de la fórmula Ia, en la que
- Y significa hidrógeno o cloro,
20. Z significa oxígeno y
 R_1 significa alquilo de C_1 a C_8 , alilo, propargilo, ciclohexilo, etilo substituido mediante fluor, cloro, bromo o ciano, o
Z significa azufre y
25. R_1 significa alquilo de C_1 a C_6 , alilo, propargilo o ciclohexilo.

Los compuestos de la fórmula I o bien Ia pueden utilizarse para combatir parásitos vegetales y animales de clases diferentes.



En primer término se encuentra la lucha de representantes de la división Tallophyta, por ejemplo hongos de los órdenes Oomycetes, Moniliales, Ustilaginales, etc.

5. Con estos compuestos pueden también tratarse toda clase de semillas y protegerlas en forma activa frente al ataque de hongos, por ejemplo, semillas de trigo, centeno, cebada, avena, maíz, arroz, algodón, remolacha azucarera, verduras; además patata de siembra, retoños de caña de azúcar, cacahuets o flores, cebollas, por lo
10. cual es posible combatir prácticamente todos los hongos fitopatógenos y sus esporas, que dañan la semilla que se encuentra en la tierra y conducen a graves enfermedades parasitarias de las plantas.

15. Las materias activas pueden presentarse en las formulaciones en mezclas con otras materias activas conocidas, como insecticidas, acaricidas, nematocidas, bactericidas, sustancias de crecimiento, elementos nutritivos de las plantas y agentes para mejorar la estructura del terreno.

20. La preparación de los agentes según la invención se efectúa en forma de por sí conocida mediante mezcla y/o molienda íntima de las materias activas de la fórmula I a con los vehículos apropiados, eventualmente bajo adición de dispersantes o disolventes inertes frente a las
25. materias activas. Las materias activas pueden presentarse y utilizarse en las siguientes formas de elaboración:

Preparaciones sólidas:	Agentes de espolvoreo, agentes de esparcimiento, granulados, granulados de envol-
------------------------	---



tura, granulados de impregnación, y granulados homogéneos;

Preparaciones líquidas:

5. a) concentrados de materia activa dispersables en agua:

Polvos para aspersiones (polvos humectables), pastas y emulsiones;

10. b) soluciones

Para la composición de preparaciones sólidas (agentes de espolvoreo, agentes de esparcimiento) se mezclan las materias activas con materias de vehículo inertes.

- En calidad de materias de vehículo entran en consideración, por ejemplo, el caolín, el talco, el Bolus, el loes, la creta, la piedra caliza, la calcita, el ataclay, la dolomita, la tierra de diatomeas, el ácido silícico precipitado, los silicatos alcalinotérreos, los silicatos de aluminio sódicos y potásicos (feldespatos y mica), los sulfatos de calcio y de magnesio, el óxido de magnesio, las materias sintéticas molidas, los bonos (como el sulfato amónico, el fosfato amónico, el nitrato amónico, la urea), los productos vegetales molidos, (como harina de cereales, harina de corteza de árbol, aserrín de madera, harina de cáscara de nuez), polvo de celulosa, residuos de las extracciones vegetales, carbón activo, etc, separadamente o en mezcla entre sí.

Los granulados pueden prepararse muy sencillamente, disolviendo una materia activa de la fórmula I en



un disolvente orgánico, aplicando la solución así obtenida a un mineral granulado (por ejemplo, atapulgita, SiO_2 , granicalcio, bentonita, etc.) y evaporando luego el disolvente orgánico.

5. También pueden prepararse los granulados de polímeros para lo cual se mezclan las materias activas de la fórmula I con compuestos polimerizables (urea/formaldehído; dicianidamida/formaldehído; molamina/formaldehído u otros), y a continuación se efectúa una polimerización conservadora, que deja intactas las substancias activas y en la que, todavía durante la formación del gel, se realiza la granulación. Más favorable es impregnar con las materias activas, en forma, por ejemplo, de sus soluciones (en un disolvente de punto de ebullición bajo,
10. granulados listos de polímeros porosos (urea/formaldehído, poliacrilonitrilo, poliéster u otros) de superficie determinada y relación favorable y previamente determinable de absorción/desorción, y expulsar luego el disolvente.
15. Tales granulados de polímeros pueden también esparcirse en forma de microgranulados (preferentemente compuesto específico aparente de 300 a 600 g por litro) por medio de espolvoreadores. El espolvoreo sobre zonas extensas de cultivos de plantas útiles puede realizarse con ayuda de aviones.
- 20.
25. Los granulados pueden obtenerse también por compactación del material de vehículo con las materias activas y las suplementarias y desmenuzación consecutiva.
- A estas mezclas pueden agregarse además suplementos estabilizadores de la materia activa y/o materias



no iónicas, anionactivas y cationactivas que mejoren, por ejemplo, la adherencia de las materias activas a las plantas y a las partes de vegetales (fijadores y adhesivos) y/o aseguren mejor humectabilidad (humectantes) y mejor dispersabilidad (dispersantes).

5.

Entran en cuenta, por ejemplo, las materias siguientes: mezcla de oleína y cal; derivados de celulosa (metilcelulosa, carboximetilcelulosa, etc.); ésteres hidroxietilenglicólicos de monoalquilfenoles y dialquilfenoles

10.

con 5 a 15 radicales de óxido de etileno por molécula y 8 a 9 átomos de carbono en el radical alquílico; ácido

ligninsulfónico y sus sales alcalinas y alcalinotérreas;

éteres polietilenglicólicos ("carbowaxes"); éteres poliglicólicos de alcohol graso con de 5 a 20 radicales de

15.

óxido de etileno por molécula y 8 a 18 átomos de carbono en la parte de alcohol graso; productos de condensación de óxido de etileno, óxido de propileno; polivinilpirrolidonas; alcoholes polivinilicos; productos de condensación de urea/formaldehido; así como productos de latex.

20.

Los concentrados de materia activa dispersables en agua, o sea los polvos para aspersiones (povos humectables), las pastas y los concentrados de emulsión, constituyen agentes que pueden diluirse con agua hasta cualquier concentración que se desee. Constan de materia

25.

activa, materia de vehículo, eventuales aditivos que estabilicen la materia activa, substancias tensioactivas y agentes antiespumantes y eventualmente disolventes.

Los polvos para aspersiones (povos humectables) y las pastas se obtienen mezclando / moliendo hasta ho-



- homogeneidad las materias activas con agentes dispersantes y materias de vehículo pulverulentas, en dispositivos apropiados. En calidad de materias de vehículo entra en cuenta, por ejemplo, las que se han mencionado antes para las preparaciones sólidas. En muchos casos es ventajoso emplear mezclas de diversas materias de vehículo. En calidad de dispersiones pueden emplearse, por ejemplo, productos de condensación de naftalina sulfonada y derivados de naftalina sulfonada con formaldehído; productos de condensación de la naftalina o de los ácidos naftalín-sulfónicos con fenol y formaldehído así como sales alcalinas, amónicas y alcalinotérreas del ácido ligninsulfónico; sulfonatos de alquilarilo, sales alcalinas y alcalinotérreas del ácido dibutilnaftalinsulfónico; sulfato de alcohol graso, como las sales de hexadecanoles, heptadecanoles y octadecanoles sulfatados y las sales de éteres glicólicos sulfatados de alcohol graso, la sal sódica del taururo oleilmetílico; los etilenglicoles terciarios, el cloruro de dialquildilaurilamonio y las sales alcalinas y alcalinotérreas del ácido graso.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

En calidad de agentes antiespumantes pueden entrar en consideración, por ejemplo, las siliconas.

- Las materias activas se mezclan, muelen, criban y homogeneizan con los suplementos que se han reseñado antes de manera que en los polvos para aspersiones la porción sólida no rebase un tamaño granular de 0,02 a 0,04 mm y, en las pastas, de 0,03 mm.
- 25.

Para preparar concentrados de emulsión y pastas se emplean agentes dispersantes como los que se han seña-



lado en los párrafos anteriores, disolventes orgánicos y agua. En calidad de disolventes están indicados, por ejemplo, los alcoholes, el benceno, los xilenos, el tolueno, el sulfóxido de dimetilo y las fracciones de aceite mineral que hiervan en el intervalo de 120 a 350°C. Los disolventes deben ser prácticamente inodoros, no fitotóxicos e inertes respecto a las materias activas.

Los agentes conforme a esta invención pueden aplicarse además en forma de soluciones. Para ello se disuelve la materia activa, o bien varias de las materias activas, de la fórmula general I en disolventes orgánicos apropiados, mezclas de disolventes o agua. En concepto de disolventes orgánicos pueden emplearse, solos o en mezcla entre sí, hidrocarburos alifáticos y aromáticos, sus derivados clorados, alquilnaftalinas o aceites minerales.

El contenido de materia activa en los agentes que se han descrito antes se halla entre 0,1 y 95%; pero cabe señalar que en la aplicación desde aviones o por medio de otros dispositivos de aplicación adecuados pueden utilizarse concentraciones hasta del 99,5% o incluso la materia activa pura.

Las materias activas de la fórmula I pueden formularse, por ejemplo de la manera siguiente:

Agentes de espolvoreo: Para preparar un agente de espolvoreo a) al 5% y b) al 2%, se emplean las materias siguientes:

- a) 5 partes de materia activa
- 95 partes de talco;



- b) 2 partes de materia activa
1 parte de ácido silícico altamente disperso,
97 partes de talco.

5. Se mezclan las materias activas con las materias de vehículo y se muele.

Granulados: Para preparar un granulado al 5% se emplean las materias siguientes:

10. 5 partes de materia activa
0,25 partes de epíclorhidrina,
0,25 partes de éter cetilpoliglicólico,
3,50 partes de polietilenglicol
91 partes de caolín (de tamaño granular 0,3 a 0,8 mm).

15. Se mezcla la substancia activa con la epíclorhidrina, se disuelve la mezcla con 6 partes de acetona y luego se añaden el polietilenglicol y el éter cetilpoliglicólico. La solución así obtenida se rocía sobre caolín y a continuación se evapora la acetona en vacío.

20. Polvo para aspersiones: Para la preparación de un polvo de aspersión a) al 40%, b) y c) al 25%, d) al 10% se emplean los ingredientes siguientes:

25. a) 40 partes de materia activa,
5 partes de sal sódica de ácido lignisulfónico,
1 parte de la sal sódica del ácido dibutilnaftalinsulfónico,
54 partes de ácido silícico;
b) 25 partes de materia activa,
4,5 partes de ligninsulfonato de calcio,
1,9 partes de una mezcla 1:1 de creta de champagne e



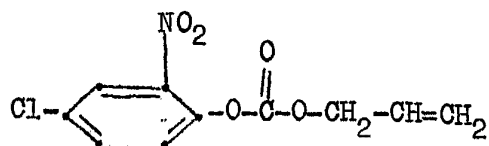
- hidroxietilcelulosa,
1,5 partes de dibutil-naftalinsulfonato sódico,
19,5 partes de ácido silícico,
19,5 partes de creta de champagno, y
5. 28,1 partes de caolín;
c) 25 partes de materia activa,
2,5 partes de isooctilfenoxi-polioxietilen-etanol,
1,7 partes de una mezcla 1:1 de creta de champagne e
hidroxietilcelulosa,
10. 8,3 partes de silicato sódico de aluminio,
16,5 partes de kieselgurí,
46 partes de caolín;
d) 10 partes de materia activa,
3 partes de una mezcla de sales sódicas de sulfatos de
15. alcohol graso saturado,
5 partes de condensado de ácido naftalinsulfónico y for-
maldehído y
82 partes de caolín.

20. Las materias activas se mezclan íntimamente con las
materias suplementarias en mezcladores apropiados y se muelen
en molinos y laminadoras a propósito. Se obtienen así polvos
para aspersiones que pueden diluirse con agua para formar
suspensiones de cualquier concentración que se desee.

- Concentraciones emulgibles: Para preparar un concentrado emulgi-
25. ble a) al 10% y b) al 25%, se emplean las materias siguientes:
a) 10 partes de materia activa,
3,4 partes de aceite vegetal epoxidado,
13,4 partes de un emulgente de combinación, constituido por
éster poliglicólico de alcohol graso y sal cálcica de



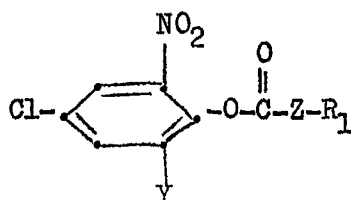
- sulfonato de alquilarilo,
40 partes de dimetilformamida y
43,2 partes de xileno;
5. b) 25 partes de materia activa
2,5 partes de acei. e vegetal epoxidado,
10 partes de una mezcla de sulfonato de alquil-
arilo y éter poliglicólico de alcohol graso,
5 partes de dimetilformamida y
57,5 partes de xileno.
10. De estos concentrados pueden prepararse, por dilu-
ción con agua, emulsiones de cualquier concentración que se
desea.
- Agente para rociadura: Para preparar un agente para rociadura
al 5% se emplean los ingredientes siguientes:
15. 5 partes de materia activa,
1 parte de epíclorhidrina,
94 partes de bencina (de límites de ebullición 160-
190°C).
- EJEMPLO 1
20. 0-2-nitro-4-clorofenil-O-alilcarbonato
25. A 26 g de 4-cloro-2-nitrofenol en 200 cc de tolueno
se adiciona a gotas bajo buena agitación y a temperatura
ambiente en el término de media hora, simultáneamente, 21 g
de éster alílico de ácido clorofórmico en 50 cc de tolueno y
17 g de trietilamina en 50 cc de tolueno. Tras agitar duran-
te 10 horas a temperatura ambiente se lava la mezcla de reac-
ción tres veces con agua, y luego se seca sobre sulfato só-
dico. Tras el evaporado del disolvente se obtiene el com-
puesto de la fórmula



con un punto de ebullición de 125-126°C/0,02 mm de Hg.

5. En forma análoga se preparan asimismo los compuestos siguientes; (cuando en las fórmulas de estos compuestos X significa azufre, se utiliza en lugar de un éster de ácido clorofórmico un tioéster de ácido clorofórmico).

10.



15.

Z	Y	R ₁	datos físicos
O	H	-CH ₃	p. de f.: 60-61°C
S	H	-CH ₃	p. de f.: 84-86°C
O	Cl	-CH ₃	p. de f.: 50-54°C
S	Cl	-CH ₃	
O	H	-C ₂ H ₅	p. de f.: 59-61°C
S	H	-C ₂ H ₅	p. de f.: 68-70°C
O	Cl	-C ₂ H ₅	p. de f.: 38-40°C
S	Cl	-C ₂ H ₅	aceite; n _D 20 = 1,5740
O	H	-C ₃ H ₇ (n)	

20.

25.



5.

10.

15.

20.

Z	Y	R ₁	datos físicos
S	H	-C ₃ H ₇ (n)	
O	Cl	-C ₃ H ₇ (n)	
S	Cl	-C ₃ H ₇ (n)	
O	H	-C ₃ H ₇ (i)	p. de f.: 43-44°C
S	H	-C ₃ H ₇ (i)	
O	Cl	-C ₃ H ₇ (i)	
S	Cl	-C ₃ H ₇ (i)	
O	H	-CH ₂ -CH=CH ₂	p. de eb. 125-126°C/0,02 Torr
S	H	-CH ₂ -CH=CH ₂	
O	Cl	-CH ₂ -CH=CH ₂	aceite; n _D ²⁰ = 1,5447
S	Cl	-CH ₂ -CH=CH ₂	aceite; n _D ²⁰ = 1,5774
O	H	-CH ₂ -C≡CH	p. de f.: 48-49°C
S	H	-CH ₂ -C≡CH	
O	Cl	-CH ₂ -C≡CH	
O	H	-(CH ₂) ₃ CH ₃	aceite; n _D ²⁶ = 1,5106
O	H	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}_2-\text{C}=\text{CH}_2 \end{array}$	aceite; n _D ²⁰ = 1,5106
O	Cl	-(CH ₂) ₃ CH ₃	aceite; n _D ²⁰ = 1,5294



1972

5.

10.

15.

20.

Z	Y	R ₁	datos físicos
S	Cl	$-(CH_2)_3CH_3$	aceite; n _D ²⁰ = 1,5565
O	H	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -CHCH_2CH_3 \end{array}$	
O	Cl	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -CHCH_2CH_3 \end{array}$	aceite; n _D ²⁰ = 1,5231
O	H	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -C-CH_3 \\ \\ CH_3 \end{array}$	
O	H	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -CH_2CH-CH_3 \end{array}$	aceite; n _D ²⁰ = 1,5170
S	H	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -C-CH_3 \\ \\ CH_3 \end{array}$	
O	H	$-CH_2CH_2F$	p. de f.: 47-48°C
O	H	$-CH_2CH_2Br$	aceite; n _D ²⁰ = 1,5580
O	Cl	$-CH_2CH_2F$	
O	Cl	$-CH_2CH_2Br$! aceite; n _D ²⁰ = 1,5670
O	H	$-CH_2CH_2Cl$	
O	H	$-CH_2CH_2CN$	aceite; n _D ²² = 1,5438
O	H	$-(CH_2)_4CH_3$	



5.

10.

15.

20.

Z	Y	R ₁	datos físicos
S	H	$-(CH_2)_4CH_3$	
O	Cl	$-(CH_2)_4CH_3$	
O	H	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -CH-CH=CH_2 \end{array}$	aceite; n _D ²⁰ = 1,5240
O	H	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -CHCH_2CH_2CH_3 \end{array}$	aceite; n _D ²² = 1,5094
O	H	$-CH(C_2H_5)_2$	
O	Cl	$-CH(C_2H_5)_2$	
O	H	$-(CH_2)_5CH_3$	p. de eb.: 125-127°C/0,02 Torr
S	H	$-(CH_2)_5CH_3$	
O	Cl	$-(CH_2)_5CH_3$	aceite; n _D ²⁰ = 1,5171
O	H	$\begin{array}{c} C_2H_5 \\ \\ -CH-(CH_2)_2CH_3 \end{array}$	
O	H	$-CH_2-CH=CH-CH_3$	p. de eb.: 56-58°C
O	H	$\begin{array}{c} CH_3 \\ \\ -CH-C\equiv CH \end{array}$	
O	H	$-(CH_2)_6CH_3$	
S	H	$-(CH_2)_6CH_3$	



5.

10.

15.

20.

25.

Z	Y	R ₁	datos físicos
0	Cl	$-(CH_2)_6CH_3$	
0	H	$(CH_2)_2CH_3$ $-CH-(CH_2)_2CH_3$	aceite; n _D ²² = 1,5053
0	H	C_2H_5 $-CH(CH_2)_3CH_3$	aceite; n _D ²² = 1,5040
0	H	$-(CH_2)_7CH_3$	p. de eb: 150-153°C/0,02 Torr
0	H	CH_3 $-CH-(CH_2)_5CH_3$	
0	H	C_2H_5 $-CH(CH_2)_4CH_3$	
0	H	$-CH (CH_2)_4$	
0	Cl	$-CH (CH_2)_5$	aceite; n _D ²⁰ = 1,5451
0	H	$-CH (CH_2)_5$	p. de f.: 67-68°C
0	H	$-CH (CH_2)_6$	
0	H	$-CH (CH_2)_7$	
0	H	C_2H_5 $-CH-CH=CH_2$ $CH=CH-CH_3$	
0	H	$-CH-C_2H_5$	
0	H	$CH_2CH_2CH_3$ $-CH-C\equiv CH$	



EJEMPLO 2

a) Acción contra Botrytis cinerea

5. En cajas de Petri, que se realizaron con papel de filtro húmedo, se dispusieron en cada una tres plantas de Vicia fava desarrolladas totalmente, de igual tamaño, que se rociaron hasta goteo de humedad con un aparato rociador mediante un caldo preparado a partir de la substancia de ensayo formulada como polvo para rociado al 10% (0,05% de contenido de substancia activa), cuando las hojas estuvieron
10. nuevamente secas, se infectó con una suspensión de esporas usual, recién elaborada de Botrytis cinerea (concentración: 100.000 esporas/cc) y se mantuvo 48 horas en una atmósfera húmeda a 20°C. Después de este tiempo, se muestran manchas oscuras, primeramente en forma de punto, que se extienden
15. rápidamente. El número y el grosor de los lugares de infección se utilizó como escala de evaluación para la actividad de la substancia de ensayo.

b) Acción contra hongos del suelo

20. Se dispusieron los siguientes hongos de ensayo sobre granos de avena esterilizados
- Fusarium oxysporum
- Pythium debaryanum
- Rhizoctonia solani
- Verticillium albo-atrum
25. Algunos granos de avena (aproximadamente 3 a 5), con hongos de ensayo desarrollados de cada tipo, se empujaron en la tierra con la ayuda de unas pinzas en el centro de una caja de Petri de plástico de 5 cm, llena con 30 g de tierra cribada, seca, de forma que se cubrieron. Por hon-



5. go y substancia de ensayo se utilizó una caja. En cada caja de Petri se pipeteó sobre la tierra luego 8 cc de una suspensión preparada a partir de la solución nutritiva a base de peptona-extracto de malta y substancia de ensayo, correspondiente a 500 ppm de substancia activa, calculado sobre las dosis de tierra. Se evaluó 5 días después a continuación de la incubación a 20-22°C, con lo que se determinó el desarrollo de micelios de hongos en la tierra circundante a las semillas.
10. c) Acción contra el hongo Tilletia caries que ataca las semillas
- 5 cc de una suspensión preparada a partir de substancia de ensayo y agua, correspondiente a 500 ppm de substancia activa, calculada sobre la dosis de tierra, se pipetizaron sobre 30 g de tierra tamizada y seca dispuesta en cubetas Petri de plástico de 5 cm. Con ayuda de una aguja de vacunación ensanchada se dispusieron luego sobre la tierra esporas de Tilletia caries en el centro de las cajas Petri. Después de 7 días de incubación a 12°C se efectuó la valoración de la germinación de esporas.
15. 20. d) Determinación de la concentración mínima de inhibición (MIC) contra Aspergillus flavus
25. Con las sustancias de ensayo se prepararon soluciones de origen al 1,5% en metilcelosolve y éstas se diluyeron a continuación de forma que la incorporación de cada 0,3 cc de las soluciones de origen y sus diluciones en cada 15 cc de agar nutriente caliente dio un grado de concentración de 300, 100, 30, 10, 3, 1 etc., ppm de substancia activa en agar. Las mezclas todavía calientes se vertieron en



408747

placas y después del coagulado se inocula con *Aspergillus flavus*. Después de una incubación de 3 días a 28°C se determinó la concentración mínima límite (ppm) de la sustancia activa, en la cual se atajó el desarrollo del hongo.

5.

Los compuestos de la fórmula I o bien Ia actúan en los ensayos anteriores a) a d).

= . =

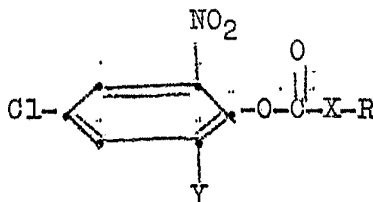
N O T A

10.

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suizas 16874/71 del 19.11.71 y 14483/72 del 4.10.72.

15.

1. Procedimiento para la preparación de carbonatos y tiolcarbonatos de actividad antiparasitaria, de la fórmula



20.

en la que

Y significa hidrógeno o cloro,

X significa oxígeno, y

25.

R significa metilo, alquilo de C₃ a C₈, alquonilo de C₃ a C₆, alquinilo de C₃ a C₆, cicloalquilo de C₅ a C₈, alquilo de C₂ a C₄ sustituido mediante halógeno o ciano, o

X significa azufre y

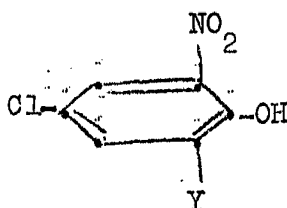


408747

R significa alquilo de C₁ a C₆, alqueniilo de C₃ a C₄, alquinilo de C₃ a C₄, o cicloalquilo de C₅ a C₆,

caracterizado porque un compuesto de la fórmula

5.



10.

se hace reaccionar en presencia de un agente ligador de ácido con un compuesto

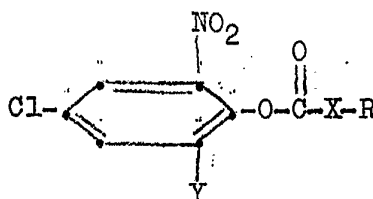


en la que X y R tienen la significación arriba indicada.

15.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, que en una variante del mismo, para la preparación de compuestos de la fórmula

20.



en la que

Y significa hidrógeno o cloro,

25.

X significa oxígeno y

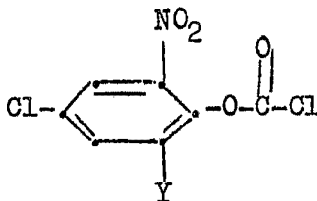
R significa, metilo, alquilo de C₃ a C₈, alqueniilo de C₃ a C₆, alquinilo de C₃ a C₆, cicloalquilo de C₅ a C₈, alquilo de C₂ a C₄ sustituido mediante halógeno o ciano, o



X significa azufre y

R significa alquilo de C₁ a C₆, alquenilo de C₃ a C₄, alquinilo de C₃ a C₄ o cicloalquilo de C₅ a C₆,

5. está caracterizado porque un compuesto de la fórmula



10.

se hace reaccionar o

a) en presencia de un agente ligador de ácido con un compuesto de la fórmula HXR, o

b) sin agente ligador de ácido con un compuesto de la fórmula MeXR

15.

en donde X y R tienen la significación arriba indicada y Me representa un metal monovalente.

3. Procedimiento para la preparación de carbonatos y tiolcarbonatos de actividad antiparasitaria.

20.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 26 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 18 Noviembre 1972

p.a.

JAIME ISERN
p. p.

Firmado: JOSE F. NIETO