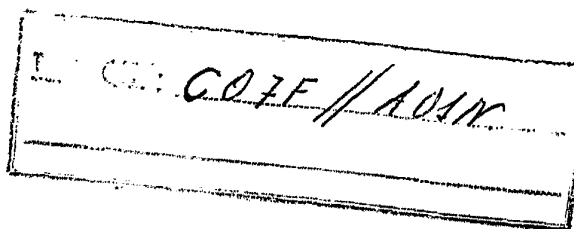




410771

Cas 5-7981/+



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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE FOSFORIL-ACILAMINAS"
a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG, residente en BASI -
LEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

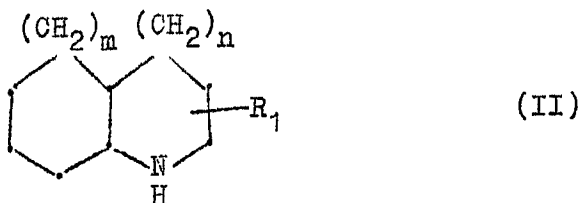
Este invento se refiere a fosforil-acilaminas, al
procedimiento para prepararlas, a los agentes que contienen
estos nuevos compuestos como materias activas fitoinfluen -
tes y fungicidas, lo mismo que al procedimiento para comba-
5. tir las malas hierbas y los hongos fitopatógenos y al proce-
dimiento para regular el crecimiento de las plantas útiles
con empleo de las nuevas materias activas o de los agentes
que las contienen.

Las nuevas fosforil-acilaminas corresponden a la
10. fórmula I :

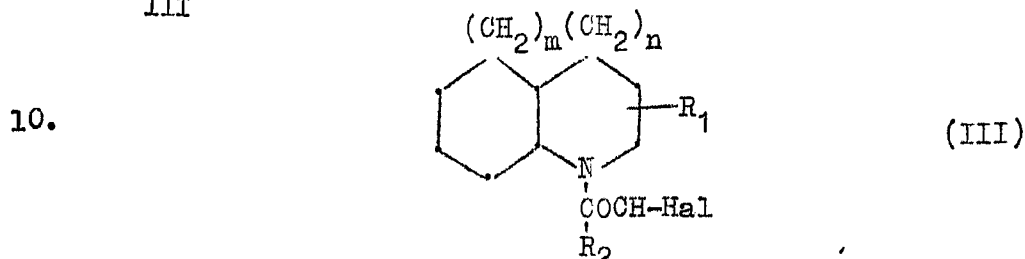


410771

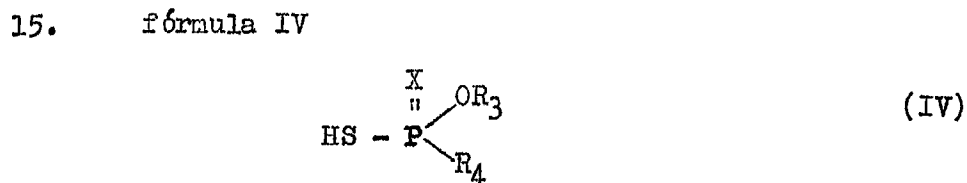
rociclo de la fórmula II



con un agente de haloacilación, en compuestos de la fórmula III



y haciendo reaccionar éstos a continuación, ya sea en presencia de un aceptor de ácido con un éster fosfórico de la fórmula IV



ya sea con una sal alcalina o amónica de un éster fosfórico de esta índole.

20. En las fórmulas II a IV, los símbolos R_1 , R_2 , R_3 , R_4 , X , m y n tienen el mismo significado que se les atribuye en la fórmula I, mientras que Hal representa en la fórmula III un átomo de halógeno (de preferencia, cloro o bromo).

25. Las reacciones se realizan en presencia de disolventes o diluentes inertes para los participantes de la reacción. Pueden emplearse, por ejemplo, los siguientes: hidrocarburos alifáticos, aromáticos o halogenados, como benceno, tolueno, xilenos, clorobenceno, cloruro de metileno y



5. cloroformo; éteres y compuestos etéreos, como éter dialquí-
lico, dioxano y tetrahidrofurano; cetonas, como acetona y
motiletilcetona; nitrilos, como acetonitrilo; amidas N,N-
dialquiladas, como dimetilformamida; y asimismo el sulfóxi-
do de dimetilo y las mezclas de estos disolventes entre sí.

10. En concepto de agentes de haloacilación se emplean
preferentemente haluros de ácido haloalcancarboxílico, como
el cloruro de cloroacetilo o el cloruro de alfa-cloropropio-
nilo. Sin embargo, la reacción puede efectuarse también con
anhídridos haloalcancarboxílicos, como, por ejemplo, el an-
hídrido cloroacético. Cuando se emplean haluros de ácido
15. haloalcancarboxílico, la haloacilación se realiza en pre-
sencia de un aceptor de ácido. Como tales entran en cuenta
las aminas terciarias, como la dialquilaminas (por ejemplo,
la trietilamina, la piridina y las bases piridínicas) o las
bases inorgánicas, como los óxidos, los hidróxidos, los hi-
drocarbonatos y los carbonatos de metales alcalinos y alcal-
20. linotérreos. En concepto de aceptor de ácido puede servir
además el respectivo reactivo de la fórmula II, el cual en
este caso debe emplearse en exceso. Los compuestos de la
fórmula III obtenidos mediante estas reacciones no habían
sido descritos hasta ahora.

Las temperaturas para la reacción se hallan entre
0° y 100°, y preferentemente entre 0° y 60°C.

25. Los compuestos abarcados por la fórmula I pueden
hallarse en dos formas isómeras, y más precisamente en la
configuración cis y la configuración trans. En este aspecto
se dan las circunstancias siguientes :

a) El octahidropirindeno se presenta, a causa de su



- síntesis cíclica, en la forma cis. En consecuencia, los compuestos de la fórmula I derivados de él se presentan igualmente en la forma cis.
5. b) Los derivados de octahidroindol de la fórmula I constituyen mezclas de la forma cis y la forma trans.
- c) La decahidroquinolina permite que se la sintetice como forma cis o forma trans puras. En consecuencia, los compuestos de la fórmula I derivados de ella se presentan igualmente en forma cis o en forma trans. En la técnica, sin embargo, la decahidroquinolina estereoespecífica utilizada como producto de partida contendrá también una pequeña cantidad del otro isómero. No obstante, esto no suele menoscabar el espectro de acción del isómero deseado.
10. d) Los derivados de decahidroquinaaldina de la fórmula I constituyen mezclas de la forma cis y la forma trans.
15. El ejemplo que sigue sirve para la ilustración del procedimiento de este invento. En las tablas a), b), y c) puestas a continuación del ejemplo, se compendian otros compuestos de la fórmula I que se han obtenido por el procedimiento descrito en el ejemplo o por una de las variantes de él citadas antes; y en la tabla d) se reseñan nuevos productos intermediarios de la fórmula III. Las temperaturas están expresadas en grados centígrados.
20. 25.

Ejemplo

- a) Se trata con una solución de 5,75 g de hidró

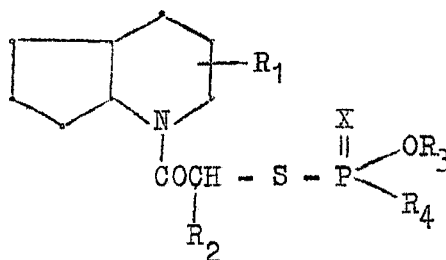


- xido sódico en 150 cc de agua una solución de 20 g de trans-decahidroquinolina en 150 cc de éter dietílico. Con agitación enérgica y a temperatura de 0 a 10°, se instilan 16,3 g de cloruro de cloroacetilo y se prosigue la agitación por 2 horas todavía, a la temperatura del ambiente. Luego se separa la fase orgánica, se la lava neutramente con agua, se la seca y se evapora en vacío el disolvente. El aceite que queda se destila en alto vacío. Se obtienen 26 g de 1-cloroacetil-trans-decahidroquinolina, en forma de un aceite incoloro, con punto de ebullición de 104-108°/0,05 Torr.
5. b) A una solución de 11 g de 1-cloroacetil-trans-decahidroquinolina en 100 cc de acetona se añade una solución de 10 de sal potásica del ácido O,O-dimetil-ditiofosfórico en 100 cc de acetona y se deja reposar la mezcla a 25° durante 24 horas. Se separa por filtración el cloruro potásico precipitado y se evapora el disolvente en vacío. Quedan 15 g de 1-(O,O-dimetil-tiofosforil-tio-acetil)-trans-decahidroquinolina, en forma de un aceite amarillento; $n_D^{20} = 1,5515$. (Compuesto 45).
10. De la manera que se ha descrito en este ejemplo se obtuvieron los ésteres fosfóricos siguientes, abarcados por la fórmula I :

Tabla a)

Derivados de octahidropirindina

25.



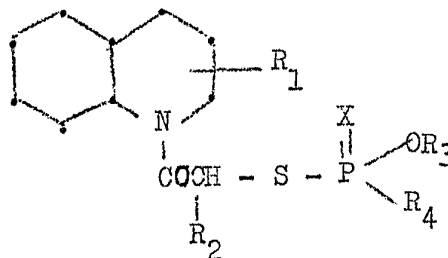


Comp. nº	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	X	n _D ²⁰	
5.	1	H	H	CH ₃	OCH ₃	S	1.5502
	2	H	H	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	S	1.5465
	3	H	H	C ₃ H ₇ (iso)	OC ₃ H ₇ (iso)	S	1.5340
	4	H	H	C ₃ H ₇ (n)	OC ₃ H ₇ (n)	S	1.5375
	5	H	CH ₃	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	S	n _D ²⁴ = 1.5366
10.	6	H	H	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	O	n _D ²⁴ = 1.5175
	7	H	H	C ₂ H ₅	SC ₃ H ₇ (n)	O	viscoso
	8	H	H	CH ₃	OCH ₃	O	viscoso
	9	H	CH ₃	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	O	aceite
	10	H	H	C ₂ H ₅	CH ₃	S	aceite
15.	11	3-CH ₃	H	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	S	1.5372
	12	3-CH ₃	H	C ₃ H ₇ (n)	OC ₃ H ₇ (n)	S	1.5318
	13	4-CH ₃	H	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	S	1.5416
	14	4-CH ₃	H	C ₃ H ₇ (n)	OC ₃ H ₇ (n)	S	1.5354
	15	4-CH ₃	H	C ₃ H ₇ (iso)	OC ₃ H ₇ (iso)	S	1.5299

Tabla b)

Derivados de decahidroquinolina

25.



410771



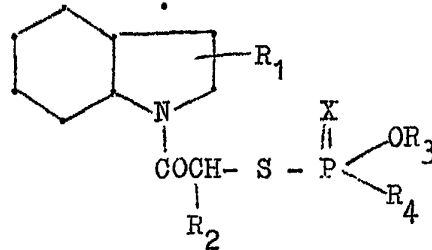
Comp. nº	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	X	Configuración	n _D ²⁰	
5.	16	H	H	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	S	trans	1.5435
	17	H	H	C ₃ H ₇ (iso)	OC ₃ H ₇ (iso)	S	trans	1.5289
	18	H	H	C ₃ H ₇ (n)	OC ₃ H ₇ (n)	S	trans	1.5354 n _D ²⁴ =
10.	19	H	H	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	O	trans	1.5685
	20	H	H	CH ₂ CH ₂ Cl	OCH ₂ CH ₂ Cl	O	trans	aceite
	21	H	H	C ₂ H ₅	OC ₄ H ₉ (sec)	O	trans	aceite
	22	H	H	CH ₃	OCH ₃	S	cis	1.5530
	23	H	H	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	S	cis	1.5454
	24	H	H	C ₃ H ₇ (iso)	OC ₃ H ₇ (iso)	S	cis	1.5332
	25	H	H	C ₃ H ₇ (n)	OC ₃ H ₇ (n)	S	cis	1.5300 n _D ²⁴ =
15.	26	H	CH ₃	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	S	cis	1.5349 n _D ²⁴ =
	27	H	H	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	O	cis	1.5175
20.	28	H	H	C ₂ H ₅	SC ₃ H ₇ (n)	O	cis	aceite
	29	H	H	C ₂ H ₅	NH ₂	O	cis	viscoso
	30	H	H	CH ₃	OCH ₃	O	trans	aceite
	31	H	H	CH ₃	OCH ₃	O	cis	aceite
	32	H	H	CH ₃	OC ₄ H ₉ (n)	O	cis	aceite
	33	2-CH ₃	H	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	S	cis/ trans	1.5436
25.	34	2-CH ₃	H	C ₃ H ₇ (n)	OC ₃ H ₇ (n)	S	cis/ trans	1.5339
	35	2-CH ₃	H	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	O	cis/ trans	aceite



Tabla c)

Derivados de octahidroindol

5.



10.

Comp. nº	R ₁	R ₂	R ₃	R ₄	X	n _D ²⁰
36	H	H	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	S	1.5458
37	H	H	C ₃ H ₇ (n)	OC ₃ H ₇ (n)	S	1.5365
38	H	H	C ₃ H ₇ (iso)	OC ₃ H ₇ (iso)	S	1.5318
39	H	H	CH ₃	OCH ₃	O	aceite
40	2-CH ₃	H	CH ₃	OCH ₃	S	1.5483
41	2-CH ₃	H	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	S	1.5380
42	2-CH ₃	H	C ₃ H ₇ (n)	OC ₃ H ₇ (n)	S	1.5368
43	2-CH ₃	H	C ₃ H ₇ (iso)	OC ₃ H ₇ (iso)	S	1.5267
44	2-CH ₃	H	C ₂ H ₅	OC ₂ H ₅	O	cera

15.

20.

Tabla d)

Productos intermediarios de la fórmula III

25.

Compuesto	Datos físicos
1-cloroacetil-cis-decahidroquinolina	p.f. 88º - 90º
1-cloroacetil-2-metil-decahidroquinolina	n _D ²⁰ = 1,5175
1-cloroacetil-octahidro-1H-indol	p.f. 112º-118º/ 0,03 Torr
1-cloroacetil-2-metil-octahidro-1H-indol	p.f. 106º-110º/ 0,04 Torr

410771



Compuesto	Datos físicos
1-cloroacetil-octahidro-1H-1-pirindina	p.e. 104 ^a - 107 ^a / 0,1 Torr
1-cloroacetil-3-metil-octahidro-1H-1-pirindina	p.e. 115 ^a /0,17 Torr
5. 1-cloroacetil-4-metil-octahidro-1H-1-pirindina	n _D ²⁰ = 1,5180
1-alfa-cloropropionil-cis-decahidroquinolina	n _D ²⁰ = 1,5154
1-alfa-cloropropionil-octahidro-1H-1-pirindina	n _D ²⁰ = 1,5165

10:

Las materias activas conformes a este invento manifiestan propiedades muy buenas para influir en las plantas. En calidad de herbicidas, tienen muy buena eficacia contra las plantas miliares, como Setaria sp. y Digitaria sp., y contra las gramíneas, como Lolium sp., Alopecurus sp. y Poa sp., sin perjudicar las plantas de cultivo, como, por ejemplo, la soja, el algodón, la remolacha azucarera, el maíz o los cereales.

15:

Por otra parte, estas materias activas atacan en los cultivos arroceros (cultivos de arroz de secano y arroz acuático) especies de plantas adventicias difíciles de combatir, como Echinochloa sp. Dado que estas materias activas no son tóxicas en las concentraciones de empleo usuales y no afectan al equilibrio biológico, resultan muy apropiadas para el uso en los cultivos de arroz acuático. Se las puede utilizar también para la importante lucha contra las malas hierbas en los alrededores de los cultivos de arroz, como zanjas, lechos de canales, diques, etc.

25:

La aplicación de las materias activas se efectúa



410771

antes de la brotación de las plantas (preemergencia) y después de ella (postemergencia).

- La influencia que ejercen los compuestos de la fórmula I sobre las plantas útiles se manifiesta en primer término como inhibición uniforme o parcial del crecimiento. La soja o los cereales se desarrollan como plantas de menor tamaño y distancias internodiales más cortas, sin que se produzca merma de la cosecha. Las plantas adquieren mejor firmeza y decrece notablemente la tendencia al abatimiento ("encamado"), como ocasionan, por ejemplo, los huracanes, las tormentas o el granizo. La inhibición parcial del crecimiento debe entenderse tanto en el aspecto temporal como local. Es posible evitar en las plantas el brote de serpollos indeseados; así, por ejemplo, en las plantas de tabaco o en las plantas ornamentales. En las gramíneas aparece una reducción del crecimiento.
- 5.
- 10.
- 15.

Al mismo tiempo, los compuestos de la fórmula I muestran también efectos que inciden directamente en el proceso de mejora del rendimiento de la cosecha,

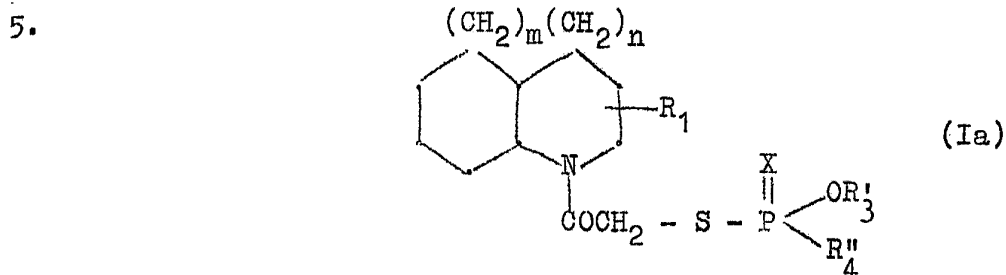
- Los compuestos de la fórmula I tienen además excelentes propiedades fungicidas contra los hongos fitopatógenos. Con las nuevas materias activas es posible reprimir o aniquilar las infecciones micóticas que aparecen en los frutos, las flores, las hojas, los tallos y las raíces, con lo cual quedan también protegidas de tales infecciones las partes de los vegetales que crecen más tarde. Las nuevas materias activas tienen eficacia extraordinariamente buena particularmente contra las especies de Piricularia, como Piricularia oryzae, y las especies de tizón genuino, como
- 20.
- 25.

410771



Erysipthe zuccetti.

En virtud de sus buenas propiedades herbicidas y fungicidas, presentan interés los ésteres fosfóricos de la fórmula Ia:



10. en la que

R_1 , X , m y n tienen el mismo significado que en la fórmula I;

R'_3 representa un radical alquílico con 1 a 3 átomos de carbono; y

15. R''_4 representa un radical alcoxílico con 1 a 3 átomos de carbono.

Los productos intermediarios de la fórmula III tienen buenas propiedades herbicidas.

20. La acción herbicida de los compuestos de este invento se estableció valiéndose de los ensayos siguientes :

1. Acción herbicida con aplicación de las materias activas antes de la brotadura de las plantas (aplicación de preemergencia).

25. Inmediatamente después de la siembra de las plantas de experimentación, se aplicaron a la superficie de la tierra las materias activas en forma de dispersión acuosa (obtenida a partir de un polvo para aspersiones al 25%). Luego se mantienen a 22° - 25° y 50-70% de humedad relativa del aire las cubetas de siembra. Al cabo de 28 días se eva-



lúa el ensayo.

Como plantas de ensayo se emplearon :

- Plantas de cultivo : Soja (Glycine hyspida)
 Algodón (Gossypium herbaccara)
 5. Remolacha azucarera (Beta vulgaris)
Malas hierbas : Digitaria sanguinale
Setaria italica
Alopecuros myosuroides
Lolium multiflorum
 10. Poa trivialis.

Las cantidades respectivas de aplicación en este ensayo figuran en la tabla que sigue. La calificación se efectuó según el índice siguiente :

- 9 = plantas indemnes (controles)
 15. 1 = plantas extintas
 2-8 = grados intermedios de afectación

Comp. nº	Cantidad de aplicación en kg/ha.	Digitaria sanguinale	Setaria italica	Alopecurus myosuroides	Lolium multiflorum	Poa trivialis
20.	16	4	1	1	1	1
		2	1	2	2	1
		1	3	3	3	1
25.	2	4	1	1	1	
		2	1	2	3	
		1	3	3	4	
25.	23	4	1	2	1	
		2	2	2	2	
		1	2	4	3	
25.	1	4	1	1	2	1
		2	1	1	3	1
		1	-	3	1	1
25.	22	4	2	1		
		2	2	1		
		1	3	3		



Las plantas de cultivo citadas, soja, algodón y remolacha azucarera, lo mismo que los cereales (trigo y avena), no experimentan daños ni impedimento en el desarrollo a causa de las materias activas reseñadas.

5. 2. Ensayo de preemergencia en el arroz con malas hierbas sembradas.

a) Ensayo en seco.-

10. En macotas con tierra de jardín, se siembran como plantas de experimentación arroz (Oryza oryzoides) y como planta adventicia Echinochloa crus galli. Se elabora con la materia activa un polvo para aspersiones al 25% y se aplica éste, en forma de dispersión acuosa, a la superficie de la tierra inmediatamente después de la siembra. (Cantidad de caldo: 100 cc/m²).

15. b) Ensayo en húmedo.-

20. Se aplica la dispersión acuosa de la materia activa a la superficie de la tierra de los recipientes de experimentación y se la reparte hasta 1 cm de profundidad. Luego se siembran las plantas de experimentación arroz y Echinochloa crus galli y se satura el terreno completamente con agua. Después de la brotación de la semilla, se completa el nivel de agua en los recipientes hasta unos 2 a 3 cm por encima de la superficie de la tierra.

25. Ambos ensayos se efectúan en el invernadero a 24-27° y 70% de humedad relativa del aire. La evaluación se efectúa al cabo de 28 días, y la escala de calificación es la misma que la del ensayo 1.



Comp. nº	Cantidad de aplicación en kg/ha.	Ensayo en seco		Ensayo en húmedo	
		Echinochloa crus galli	Arroz	Echinochloa crus galli	Arroz
22	4	1	8	2	8
	2	1	8	2	8
16	4	1	9	2	8
	2	1	9	2	9
23	4	2	8	2	8
	2	2	8	2	8
1	4	2	8	-	-
	2	2	9	-	-

5.

10.

3. Inhibición de la formación de serpollos en el tabaco.

Se cultivan en campo abierto plantas de tabaco de la especie "Sota 27" de manera igual a la de la práctica. Un mes después de la cosecha (22 de agosto) se cortan las inflorescencias. Por cada 5 m² de superficie, se rocian luego todas las plantas, hasta chorrear, con una determinada concentración de materia activa.

15.

Al realizar la cosecha el 20 de septiembre, se pone en relación con el número de plantas el peso de serpollos de todas las plantas comprobado en cada parcela. De ello se obtiene el peso medio de serpollos por planta.

20.

De la misma manera se determina el número medio de serpollos por planta.

Se obtuvieron los resultados siguientes :

25.

Comp. nº	Cantidad de aplicación de sustancia activa	Peso de serpollos por planta	Número de serpollos por planta
25	10 kg/ha	30 g	1,7
	5 kg/ha	70 g	4,9
4	10 kg/ha	55 g	2,5
	5 kg/ha	55 g	2,4
Controles no tratados	-	225 g	7,0



4. Inhibición del crecimiento longitudinal en los cereales

- Al final del período de macollamiento, el 10 de mayo, se roció con una solución de materia activa cebada de verano de la Especie "Unión", sembrada muy espesamente. Para cada concentración de materia activa se destinó una parcela de 3 m² de superficie. La evaluación se efectuó el 17 de julio, poco antes de la cosecha, y abarcó la altura de las plantas y la medida del abatimiento (= encamadura de los tallos), favorecido por lo espeso de la siembra.

Comp. nº	Cantidad de aplicación de materia activa	Altura de las plantas (valor medio)	Medida del abatimiento	
15.	25	4 kg/ha	85 cm	-
		2 kg/ha	105 cm	+
	4	4 kg/ha	75 cm	-
		2 kg/ha	100 cm	-
Controles	-	115 cm	++	

20. Significación de los signos : ++ = abatimiento muy fuerte
 + = abatimiento
 - = las plantas están erguidas.

Por medio del ensayo que sigue se determinó la acción fungicida de los compuestos de este invento.

25. Acción contra Piricularia oryzae.

Se criaron en el invernadero unas plantas de arroz y en el estadio de 1 a 2 hojas se las regó con un caldo acuoso para aspersiones que contenía 0,05% cada vez

410771



de la materia activa respectiva. A los dos días se infectaron las plantas con una suspensión acuosa de conidios de Piricularia oryzae y se las incubó a 27° en una cámara de humedad. Al cabo de 6 días se procedió a la evaluación del ensayo.

5.

Las plantas tratadas con los compuestos

- nº 2 y 14 - tabla a)
- nº 17 - tabla b)
- nº 38, 41 y 42 - tabla c)

10. no mostraron ningún ataque micótico, mientras que las plantas no tratadas estaban atacadas en el 100%.

La preparación de los agentes de este invento se efectúa de manera conocida, por mezcla y molturación íntimas de materias activas de la fórmula general I con las

15. materias de vehículo apropiadas, eventualmente con adición de dispersantes o disolventes inertes para las materias activas. Las materias activas pueden presentarse y emplearse en las formas de elaboración siguientes :

20. - preparaciones sólidas : agentes de espolvoreo, agentes de esparcimiento, granulados, granulados de envoltura, granulados de impregnación y granulados homogéneos;

25. - concentrados de materia activa dispersable en agua : polvos para suspensiones (polveros humectables), pasta y emulsiones;

- preparaciones líquidas : soluciones .



10779

Para preparar las formas de elaboración sólidas

(agentes de espolvoreo, agentes de esparcimiento y granula-

dos), se mezclan las materias activas con materias de vehí-

5. cula sólidas. En calidad de materias de vehículo entran en

caliza, arenisca calcárea, ataclay, dolomita, tierra de dia-

tomos, ácido silícico precipitado, silicatos alcalinoté-

rricos, silicatos sódicos y potásicos (feldespatos y mica),

sulfatos de calcio y de magnesio, óxido de magnesio, plás-

10. ticos molidos, abonos (como sulfato amónico, fosfato amóni-

co, nitrato amónico y urea), productos vegetales molidos

(como harina de cereales, harina de corteza de árbol, ha-

rina de madera y harina de cáscaras de nuez), polvo de ce-

lulosa, residuos de extracciones vegetales, carbón activo,

15. etc. cada uno por sí solo o en forma de mezclas entre sí.

El tamaño granular de las materias de vehículo

es de conveniencia para los agentes de espolvoreo de 0,1

mm aproximadamente a lo sumo; para los agentes de esparci-

miento, de 0,075 mm a 0,2 mm aproximadamente; y para los

20. granulados, de 0,2 mm o más.

Las concentraciones de materia activa en las for-

mas de elaboración sólidas importan por lo general de 0,5

a 80%.

A estas mezclas pueden agregarse además aditivos

25. que estabilicen la materia activa y/o materias no iónicas,

anionactivas y cationactivas que, por ejemplo, mejoren la

capacidad de adhesión de las materias activas a las plan-

tas y a las partes vegetales (fijadores y adhesivos) y/o

aseguren mayor humectabilidad (humectantes) y dispersabili



- dad(dispersantes). En calidad de adhesivos están indicados, por ejemplo, los siguientes: la mezcla de olefina y cal, los derivados de celulosa (metilcelulosa y carboximetilcelulosa), los éteres hidroxietilenglicólicos de monoalquilfenoles y dialquilfenolos con 5 a 15 radicales de óxido de etileno por molécula y 8-9 átomos de carbono en el radical alquílico, los ácidos ligninsulfónicos, sus sales alcalinas y alcalinotérreas, los éteres polietilenglicólicos (carbowa-xos), los éteres poliglicólidos de alcohol graso con 5 a 20 radicales de óxido de etileno por molécula y 8 a 18 átomos de carbono en la porción de alcohol graso, los productos de condensación de óxido de etileno, el óxido de propileno, las polivinilpirrolidonas, los alcoholes polivinílicos, los productos de condensación de urca-formaldehido y los productos de látex.

- Los concentrados de materia activa dispersables en agua, o sea los polvos para aspersiones (polvos humectables), las pastas y los concentrados de emulsión, constituyen agentes que pueden diluirse con agua hasta cualquier concentración que se desee. Constan de materia activa, material de vehículo, eventualmente aditivos que estabilicen la materia activa, substancias tensioactivas, antiespumantes y eventualmente disolventes. La concentración de materia activa en estos agentes es de 5 a 80%.

- Los polvos para aspersiones (polvos humectables) y las pastas se obtienen mezclando y moliendo hasta homogeneidad las materias activas con agentes dispersantes y materias de vehículos pulverulentas, en dispositivos oportunos. En calidad de materias de vehículo entran en cuenta,



- por ejemplo, las que se han mencionado antes para las formas de elaboración sólidas. En muchos casos es ventajoso emplear mezclas de diversas materias de vehículo. En calidad de dispersantes 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 naftalinsulfónicos con fenol y formaldehído, sales alcalinas, amónicas y alcalinotérreas del ácido ligninsulfónico, sulfonatos de alquilarilo, sales alcalinas y alcalinotérreas del ácido dibutilnaftalinsulfónico, sulfatos de alcohol graso, como las sales de hexadecanoles, heptadecanoles y octadecanoles sulfatados y las sales de éter poliglicólico sulfatado de alcohol graso, la sal sódica de la oleilmetiltaurida, los acetilenglicoles diterciarios, el cloruro de dialquildilaurilamonio y las sales alcalinas y alcalinotérreas de ácido graso.

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

- Las materias activas se mezclan, muelen, criban y homogeneizan con los aditivos reseñados antes de manera que en los polvos para aspersiones la porción sólida no rebase de un tamaño granular de 0,02 a 0,04 mm y, en las pastas, de 0,03 mm. Para preparar concentrados de emulsión y pastas se emplean agentes dispersantes como los que se han reseñado en los párrafos anteriores, disolventes orgánicos y agua. En calidad de disolventes están indicados, por ejemplo, los siguientes: alcoholes, benceno, xileno, tolueno, sulfóxido de dimetilo, amidas N,N-dialquiladas, N-óxidos de aminas



(on particular, de trialquilaminas) y las fracciones de aceite mineral que hierven en el intervalo de 120 a 350° C. Los disolventes deben ser prácticamente inodoros, no fitotóxicos, inertes respecto a las materias activas y difícilmente inflamables.

5.

Los agentes de este invento pueden aplicarse además en forma de soluciones. Para ello se disuelve la materia activa, o varias de las materias activas de la fórmula general I, en disolventes orgánicos apropiados, mezclas de disolventes, agua o mezclas de disolventes orgánicos con

10.

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. Las soluciones deben contener las materias activas en una escala de concentración de 1 a 20 %.

15.

Estas soluciones pueden aplicarse con ayuda de un gas propulsor (como spray) o con pulverizadores especiales (como aerosol).

20.

A los agentes de este invento que se han descrito pueden agregarse otras materias activas o agentes biocidas. Así, además de los compuestos citados de la fórmula general I, los nuevos agentes pueden contener, por ejemplo, insecticidas, fungicidas, bactericidas, fungistáticos, bacteriostáticos o nematocidas, para ensanchar el espectro de acción.

25.

Los agentes de este invento pueden además contener todavía abonos para los vegetales, oligoelementos, etc.

A continuación se describen formas de elaboración de las nuevas materias activas de la fórmula general I. Las partes significan aquí partes en peso.



4-3771

Granulado.-

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

5. 5 partes del compuesto nº 22, tabla b),
0,25 partes de epíclorohidrina,
0,25 partes de éter cetilpoliglicólico,
3,50 partes de polietilenglicol y
91 partes de caolín (de tamaño granular 0,3 a 0,8 mm).
10. Se mezcla la substancia activa con la epíclorohidrina, y se disuelve la mezcla en 6 partes de acetona; luego se añaden el polietilenglicol y el éter cetilpoliglicólico. La solución así obtenida se rocía sobre caolín y a continuación se evapora en vacío.

15. Polvos para aspersiones.-

Para preparar

- a) un polvo para aspersiones al 50%,
b) un polvo para aspersiones al 25% y
c) un polvo para aspersiones al 10%,
20. se emplean los ingredientes siguientes :
- a) 50 partes del compuesto nº 16, Tabla b),
5 partes de dibutilnaftilsulfonato sódico,
3 partes de condensado de ácidos naftalinsulfónicos/ácidos fenolsulfónicos/formaldehído 3:2:1,
25. 20 partes de caolín y
22 partes de creta de Champagne;
- b) 25 partes del compuesto nº 23, Tabla b),
5 partes de sal sódica de oleilmetiltaurida,



- 2,5 partes de condensado de ácido naftalinsulfónico/formaldehído,
0,5 partes de carboximetilcelulosa,
5 partes de silicato potásico de aluminio,
noutro, y
62 partes de caolín;
e) 10 partes del compuesto nº 41, Tabla c),
3 partes de mezcla de las sales sódicas de sulfatos de alcohol graso saturados,
10. 5 partes de condensado de ácido naftalinsulfónico/formaldehído y
82 partes de caolín.

Se aplica a las materias de soporte respectivas (caolín y creta) la materia activa y a continuación se mezcla y muele. Se obtienen polvos para aspersiones de excelente humectabilidad y capacidad de cernido. Con estos polvos puede obtenerse, por dilución con agua, suspensiones de cualquier concentración de materia activa que se desee.

Pasta.-

20. Para preparar una pasta al 45 % se emplean las materias siguientes :
- 45 partes del compuesto nº 17, Tabla b),
5 partes de silicato sódico de aluminio,
14 partes de éter cetilpoliglicólico con 8 moles de óxido de etileno,
25. 1 parte de éter oleilpoliglicólico con 5 moles de óxido de etileno,
2 partes de aceite para husillos,
10 partes de polietilenglicol y



23 partes de agua.

En aparatos apropiados para ello, se mezcla ínti -
mamente la materia activa con las materias suplementarias y
se muele. Se obtiene una pasta de la que, por dilución con
5. agua, pueden prepararse suspensiones de cualquier concentra -
ción que se desee.

Concentrado de emulsión.-

Para preparar un concentrado de emulsión al 25 %
se mezclan entre sí :

- 10. 25 partes del compuesto nº 2, tabla a),
5 partes de una mezcla de nonilfonolpolioxietileno
y dodecilbencensulfonato cálcico,
35 partes de 3,5,5-trimetil-2-ciclohexon-1-ona y
35 partes de dimetilformamida.

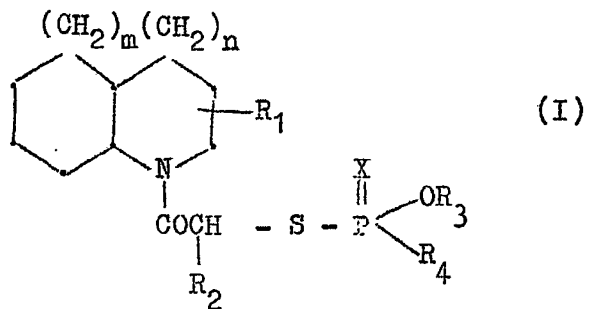
- 15. Este concentrado puede diluirse con agua para for -
mar emulsiones de concentración apropiada.

REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento se decla -
ran nuevas y de propia invención las siguientes reivindica -
ciones con prioridad de las patentes suizas números 910/72
20. del 20 de enero de 1972 y 19.004/72 del 28 de diciembre de
1972.

1.- Procedimiento para la preparación de fosfo -
ril-acilaminas, de la fórmula 1

25.



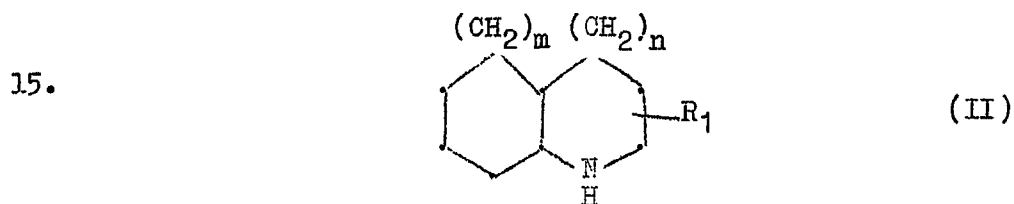
129



en la que

- R_1 y R_2 , independientemente uno de otro, significan cada uno hidrógeno o metilo;
- R_3 significa alquilo o haloalquilo;
- 5. R_4 significa alquilo, alcoxilo, haloalcoxilo, alquiltio o un radical amínico;
- X significa oxígeno o azufre;
- y de los índices m y n , uno significa el número 1 y el otro significa el número 0 o 1,
- 10.

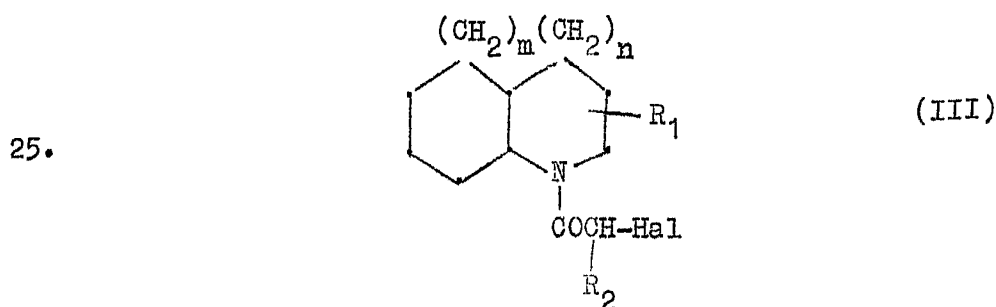
constituyentes de la materia activa en agentes para influir en las plantas y combatir hongos fitopatógenos, caracterizado por convertirse un heterociclo de la fórmula II



en la que

- 20. R_1 , m y n tienen el mismo significado que se les atribuye antes,

con un agente de haloacilación, en compuestos de la fórmula III



Handwritten signature or initials.

410771



en la que

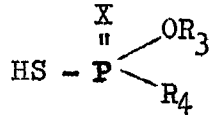
R₁, R₂, m y n tienen el mismo significado que se les atribuye antes,

mientras que

- 5. Hal representa un átomo de halógeno (de preferencia, cloro o bromo),

y a continuación hacerse reaccionar éste, o bien en presencia de un agente aceptor de ácido con un éster fosfórico de la fórmula IV

- 10.



on la que

R₃, R₄ y X tienen el mismo significado ya indicado, o bien con una sal alcalina o amónica de un éster fosfórico de esta índole.

- 15.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por emplearse, en calidad de agente de haloacilación, un haluro de ácido haloalcancarboxílico, en presencia de un agente aceptor de ácido, o un anhídrido haloalcancarboxílico.

- 20.

3.- Procedimiento para la preparación de fosforil-acilaminas.

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

- 25.

Madrid, a 19 Enero 1973

p.a. JAMME ISEEM

p. p.

Firmado: JOSE L. MORA