

233 192

PATENTE DE INVENCION

I.C.I. Case No. G.12165

233 192

22E



MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"Perfeccionamientos en composiciones fungicidas".

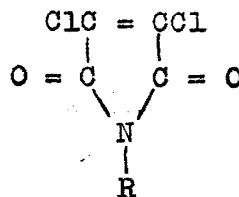
=====

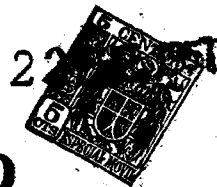
Solicitantes : IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED,
entidad inglesa, residente en
Imperial Chemical House, Millbank,
Londres, Inglaterra.

=====

Este invento se refiere a composiciones para la destrucción o el control de los hongos o mohos.

- Se ha comprobado que el control satisfactorio de los hongos o mohos puede obtenerse empleando composiciones que contengan como principio activo, compuestos de la fórmula general
- 5.





233 192

en la que R es un grupo carbocíclico, monocíclico, que puede estar sustituido, y que puede enlazarse al N por medio de un grupo metileno. Se ha comprobado que los compuestos H-(4-metil fenil) y N-ciclohexilo, resultan especialmente eficaces.

5.

Los compuestos pueden usarse en forma de composiciones que contengan el componente activo y un material diluyente, que puede ser sólido o líquido, según el modo en que haya de aplicarse la composición.

10.

Si ésta se necesita pulverulenta, el diluyente puede ser talco, tierra de diatomeas o infusorios u otro diluyente sólido e inerte. En cambio, si se precisa una forma líquida, la composición puede usarse en estado de solución del material activo en un disolvente apropiado, si se desea en presencia de un agente de dispersión, o puede adoptar la forma de emulsión o dispersión, en agua, del material activo o de una solución del mismo.

15.

20.

Se ha comprobado que estas composiciones fungicidas pueden usarse en aplicaciones tales como el tratamiento y conservación de la madera, de los productos de madera regenerada (tales como tableros), textiles y materiales análogos, susceptibles de estar expuestos a la infección por hongos o mohos. Su empleo para controlar el lodo en las fábricas de pasta de madera y en la evitación de los ataques de hongos y mohos a la misma, es también importante. Una ventaja de su aplicación en los campos industriales, es su estabilidad y su carencia de propiedades coloreantes.

25.

30.

Otra ventaja es la sencillez del método por medio del



233 192

22

5. cual pueden prepararse dichas composiciones, a saber por condensación de anhídrido dicloromaleico, con la amina primaria adecuada, que dá por resultado un coste de producción relativamente bajo. Un método de realizar esta condensación se describe en la solicitud pendiente nº 38.703/56.

10. En el tratamiento de las plantas para impedir o controlar el ataque por hongos o mohos, los compuestos a que este invento se refiere pueden usarse en forma de pulverizaciones de las hojas, polvos o similares. Se ha comprobado que el N-(4-metil fenil)-compuesto es generalmente eficaz en la mayoría de los casos donde es necesario emplear un fungicida para las hojas. Los ensayos realizados con composiciones que contienen
15. la N-ciclohexil-dicloromaleimida, demuestran que es de un valor especial como fungicida general para las hojas.

EJEMPLO 1.

20. Se cortaron piezas de madera de albura de pino de 178 x 51 x 13 mm. de un árbol recién derribado, y se partieron longitudinalmente para dar tiras apareadas de 178 x 51 x 6'5 mm; una tira o tablita de cada par servía para control o testigo para la otra tablita tratada. Después de separar los pares de tablita,
25. las piezas de ensayo se sumergieron durante 15 segundos en una solución de los compuestos a ensayar en cuanto a su actividad fungicida. Los compuestos se diluyeron en acetona para obtener soluciones de 0,25, 050 y 1%. Como fungicida patrón de referencia se utilizó el
30. pentaclorofenato de sodio en agua, por ser un preventivo



233 192

- bien conocido de las manchas de savia. Para cada dilución se utilizaron diez tiras "replegadas" y las tiras de control se sumergieron durante el mismo tiempo en acetona para que estuvieran en las mismas condiciones que las tiras tratadas. Se dejaron transcurrir por lo menos dos horas para que escurriera de las tiras el líquido en exceso, después de lo cual se colocaron en pilas de diez con varillas de vidrio de 3 mm. de diámetro para separarlas. Las pilas se colocaron sobre agua en bandejas de aluminio y se conservaron durante tres semanas en una cámara cerrada, a 25°C.
- 5.
- 10.

- El crecimiento de hongos, se discriminó con ayuda de una placa medidora de perspex, dividida en rectángulos de 25,4 x 12,7 mm. El crecimiento o manchado en cada rectángulo se graduó dentro de una escala de 10 unidades, y el total de los 28 rectángulos se calculó por adición. El total de las tiras tratadas se transformó en porcentaje del de las tiras de control. No se hizo distinción alguna en la discriminación numérica, entre los distintos tipos de manchas de los diferentes mohos superficiales.
- 15.
- 20.

La tabla siguiente muestra los porcentajes de ataque por hongos, para cada compuesto en las tres concentraciones empleadas.

233 192



22 EN

TABLA 1.

Compuesto	Concentración	% de ataque por hongos
N-fenil dicloromaleimida	1%	nada
	$\frac{1}{2}$ %	nada
	$\frac{1}{4}$ %	nada
N-(4-metil fenil) dicloromaleimida	1%	nada
	$\frac{1}{2}$ %	2%
	$\frac{1}{4}$ %	2%
N-(2-clorofenil) dicloromaleimida	1%	4%
	$\frac{1}{2}$ %	16%
	$\frac{1}{4}$ %	11%
N-(3-clorofenil) dicloromaleimida	1%	2%
	$\frac{1}{2}$ %	3%
	$\frac{1}{4}$ %	19%
N-(4-nitrofenil) dicloromaleimida	1%	19%
	$\frac{1}{2}$ %	40%
	$\frac{1}{4}$ %	17%
Pentaclorofenato de sodio	1%	10%
	$\frac{1}{2}$ %	28%
	$\frac{1}{4}$ %	74%

EJEMPLO 2.

Se realizó otra serie de ensayos de modo análogo al indicado en el ejemplo 1. Las soluciones o dispersiones del compuesto activo empleado tenían 0,06%, 0,12%, 0,25% y 0,5% del ingrediente activo. El fungicida de referencia era el pentaclorofenato de sodio y las soluciones usadas contenían 0,25%, 0,5%, 1% y 2% de este cuerpo. Se usaron 10 tiras "replegadas" para cada dilución, como en el ejemplo 1, pero después de dejar escurrir el líquido en

233 192



exceso de las tiras, éstas se apilaron y se rociaron con una suspensión de esporas de Geratocystis pilifera. Los resultados de estos ensayos en cuanto al porcentaje de protección proporcionada por el líquido de inmersión, se indican en la Tabla II.

5.

TABLA II CONTROL DE LAS MANCHAS DE SAVIA Y MOHO SUPERFICIAL

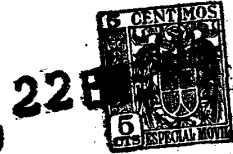
Producto químico	% de protección proporcionado por % de líquido de inmersión							
	Manchas de savia				Moho superficial			
	0.06	0.12	0.25	0.5	0.06	0.12	0.25	0.5
Dicloromaleimida	100	94	97	96	38	16	49	37
N-fenil "	75	82	89	97	100	91	100	100
N-(4-metil fenil) "	84	85	99	100	75	85	97	100
N-benzil	70	83	85	97	51	60	85	90
N-p-nitro Benzoil "	-	-	28	76	-	-	52	40
	0.25	0.5	1.0	2.0	0.25	0.5	1.0	2.0
Pentaclorofenato de sodio	76	83	93	98	98	93	100	100

EJEMPLO 3.

Se realizaron también ensayos en mayor escala, seguidos de una conservación durante un período mayor. Para estos ensayos, se sumergieron tablas de madera de albura, de pino de Escocia de 1,067 m. X 0,457 m. x 12,7 mm. en dispersiones de N-(4-metil fenil) dicloromaleimida, que contenían 0,1%, 0,25% y 0,5% del ingrediente activo.

10.

233 192



- Como patrón de referencia se sumergieron tablas análogas en soluciones que contenían 1% y 2% de o-fenil fenato de sodio. Se trataron 40 tablas en cada dilución. 20 tablas de cada tratamiento se conservaron resguardadas por una cubierta plástica, en un cobertizo a la temperatura exterior de verano (15-25°C). Las otras 20 tablas se conservaron en condiciones tropicales en una cámara a 29°C. y a una humedad relativa del 95%. Las tablas se amontonaron en pilas separadas y durante el primer mes se conservaron distanciadas con listones de madera, y luego se apilaron unas junto a otras durante otros dos meses. La protección se calculó como porcentaje de la superficie total de madera, después de 1, 2 y 3 meses. Los resultados de los ensayos se indican en la Tabla III.

TABLA III CONTROL DE LAS MANCHAS DE SAVIA Y MOHO SUPERFICIAL

Tratamiento	Cámara tropical			Bajo cubierta		
	1 mes	2 meses	3 meses	1 mes	2 meses	3 meses
-	8	8		9	9	
o-fenil fenato de sodio al 1%	82	15		95	7	-
o-fenil fenato de sodio al 2%	74	24		98	21	
N-(4-metil fenil) dicloro- maleimida al 0,1%	96	79	18	98	91	61
N-(4-metil-fenil) dicloro- maleimida al 0,25%	99	86	27	99	96	92
N-(4-metil fenil) dicloro- maleimida al 0,5%	100	97	22	100	99	95



233 192

EJEMPLO 4.

- Se hicieron también ensayos del efecto de la N-(4-metilfenil) dicloromaleimida sobre la putrefacción de la madera. Se impregnaron "in vacuo" bloques curados
5. de albura de pino y de haya de 51 x 25,4 x 12,7 mm. con soluciones acetónicas de 0,25 y 0,5% de N-(4-metil fenil) dicloromaleimida y se ensayaron para la resistencia a la putrefacción de acuerdo con el método establecido en la especificación 838 de la oficina de Normas Británicas. Para
10. ello, los bloques preparados y pesados se colocan en capas de micelios de cultivos puros, de cuatro hongos de putrefacción de la madera y se conservan durante tres meses de 20 a 22°C. La putrefacción resultante se mide en pérdida de peso de los bloques secados en estufa. A condición de que
15. los bloques no se calentaran después de la impregnación, se conservaron satisfactoriamente durante el período del ensayo.

EJEMPLO 5.

- Se realizaron ensayos para determinar la efectividad de las N-fenil- y N-(4-metil fenil) dicloromaleimidias para la protección de tejidos de algodón. La N-(4-metil fenil) dicloromaleimida se examinó más completamente por ensayos de laboratorio y entierro en el suelo con telas lixiviadas y/o aireadas. Ninguno de los compuestos resultó eficaz para impedir la putrefacción del algodón por el Chaetomium
20. globosum en un ensayo de laboratorio, pero la putrefacción en el suelo se impidió por completo utilizando 0,4% de N-(4-metil- fenil)dicloromaleimida y 0,8% cuando la tela se sometía a lixiviación y a los agentes atmosféricos sin protección. El "Mildew" se controló bastante bien
25. con un 0,4% de N-(4-metil fenil) dicloromaleimida, y
- 30.

233 192



solo se consiguió un control parcial por la misma concentración de N-fenil dicloromaleimida.

- Los ensayos para la resistencia al "mildew" se realizaron en tiras triplicadas de 76 x 25 mm. de un tejido de poco peso que se impregnaron con una solución en acetona del producto químico ensayado.
5. Estas tiras se conservaron en capas de micelios durante tres semanas a 25°C. y se discriminó el crecimiento de los mohos por observación periódica de la superficie aproximada de infección. Las capas de micelios se prepararon inoculando "películas" de malta-agar al 2% en botellas con una suspensión de esporas de "Aspergillus niger", "Cladosporium herbarum" y "Penicillium italicum" y conservando las botellas cerradas flojamente, a 25°C
10. durante dos días.
- 15.

- Para los ensayos de resistencia a la putrefacción, se conservaron en capas de micelios de "Chaetomiun globosum", durante tres semanas a 25°, tiras triplicadas de tejido impregnado, deshilachado en los bordes. La putrefacción se discriminó por observación visual y por medición de la resistencia de la tela a la rotura, antes y después del tratamiento. Las capas de micelios se prepararon inoculando "películas" de sales minerales de agar con una suspensión de esporas de "Chaetomiun globosum" y conservando las botellas cerradas a 25°
20. durante tres días.
- 25.

- Los ensayos de entierro en el suelo se realizaron enterrando tiras triplicadas de tejido impregnado, en dirección horizontal en una mezcla madurada de una parte de estiércol de caballería y tres partes de
- 30.

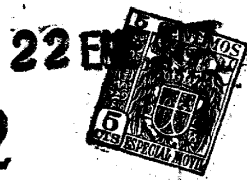
22 E



233 192

- tierra de jardín. Tiras análogas previamente sometidas a los agentes atmosféricos suspendiéndolas durante tres semanas en armazones a la intemperie, tiras lixiviadas durante 4 horas en el chorro de un grifo, y tiras que se habían sometido a la lixiviación y a la intemperie, se entierran del mismo modo. La tierra que contiene las tiras se conserva a 29°C durante 17 días, en una habitación saturada de humedad. La resistencia de las telas a la putrefacción se mide por determinaciones de la resistencia de las muestras enterradas y no tratadas a la tensión. Después de enterrarse de este modo, las tiras de tejido sin tratar se desintegran por completo.

- La tabla cuarta siguiente indica los resultados de estos ensayos para composiciones que contenían N-(4-metil fenil) dicloromaleimida; no se facilitan resultados para la N-fenil dicloromaleimida, que aunque activa, no es tan eficaz como la N-(4-metil fenil) dicloromaleimida.



233 192

TABLA IV PRESERVACION DE LA TELA DE ALGODON CONTRA EL MILDEW Y LA PUTREFACCION, MEDIANTE N-(4-METIL FENIL) DICLOROMALEIMIDA.

Tipo de ensayo	% de concentración	Mildew		Putrefacción	
		Días antes de desarrollo	% de superficie libre de desarrollo	Días antes de desarrollo	Porcentaje de resistencia a la tensión, residual
Laboratorio	0.2%	5	37	7	42
	" lixiviado	5	57	7	25
	0.4%	19	95	10	26
	" lixiviado	7	77	10	19
	0.4%				82
	" lixiviado				66
	" aireado				72
Entierro en el suelo.	" lixiviado y aireado				48
	0.8%				75
	" lixiviado				87
	" aireado				88
Entierro en el suelo.	" lixiviado y aireado				75
	Sin tratar				0 (Putrefacción completa)

EJEMPLO 6.

La efectividad de algunas dicloromaleimidias en el control del lodo en las fábricas de pulpa y papel, se discriminó por su capacidad de matar la bacteria

5. "Flavobacterium sp." y los hongos "Oospora lactis" del lodo, en suspensiones de pulpa de papel.

Los ensayos se realizaron empleando una suspensión corriente del producto químico preparado, bien moliendo en un molino de bolas durante una noche, o disolviendo el producto químico en acetona y dispersando con un agente de mojadura. La preparación de

- 10.



233 192

- la dispersión moliendo en molino de bolas se llevó a cabo de modo análogo al método (a) que figura en el ejemplo 7 siguiente. La suspensión se diluyó en series desde 256 a 16 p.p.m. con agua estéril y se inoculó
5. con un cultivo puro del organismo sometido a ensayo. Después de períodos de contacto de 3 y 24 horas con sacudimiento, los líquidos se subcultivaron en agar nutritivo y se trataron durante 48 horas para determinar en que diluciones se había realizado la esterilización.
 10. Los resultados de estos ensayos figuran en la Tabla 5 siguiente.

TABLA V INNIBICION "IN VITRO" DE MICROORGANISMOS DEL LODO

Producto químico	O. Lactis		Flavobacterium	
	3 horas	24 horas	3 horas	24 horas
N-fenil dicloromaleimida	64	32	256	256
N-(4-metil fenil) dicloromaleimida	64	16	64	64
N-2-clorofenil dicloromaleimida	256	64	256	128
N-p-nitrofenil dicloromaleimida	256	256	256	256
N-3-clorofenil dicloromaleimida	256	128	256	256
N-p-nitrobenzoil dicloromaleimida	512	256	256	128
N-benzil dicloromaleimida	512	31	512	128
p-bromofenil dicloromaleimida	512	256	512	256

233 192



- En el ensayo anterior, el producto químico más activo, N-(4-metil fenil) dicloromaleimida, se añadió a un sistema de circulación de laboratorio que contenía 0,125% de pulpa, 0,25% de peptona y 1,0% de sucrosa, a concentraciones tales que proporcionan 8 y 16 partes por millón en el sistema. En cada una de las concentraciones, el líquido se hizo circular durante una semana a la temperatura ambiente y las proporciones de filtración y recuentos bacterianos se determinaron como una medida de formación de lodo. No se apreciaron señales visibles de lodo, y los recuentos se utilizaron como sistemas de control siendo muy inferiores a las de los controles las proporciones de filtración. Sistemas análogos tratados en dos partes por millón de mercurio, aunque al principio tenían recuentos muy disminuidos, habían producido considerablemente más bacterias y tanto lodo como el sistema de control dentro de la semana del ensayo:

EJEMPLO 7.

20. Se realizaron ensayos para determinar la efectividad de algunos de los compuestos de las mezclas fungicidas para utilizarse como fungicidas foliares. Los ensayos se realizaron en un invernáculo, y para una de las composiciones se llevó a cabo un ensayo en el campo.

A. Ensayos en invernáculo

30. En los ensayos en invernáculo, se utilizaron cuatro enfermedades para los fungicidas foliares. Las enfermedades fueron "Alternaria solani" en los tomates, "Erysiphe" en la avena, "Puccinia triticina" en el trigo

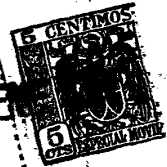
233 19222E



y "Phylophthora infestans" en los tomates. El método de ensayo de los compuestos variaba ligeramente y para cada enfermedad, pero la sucesión de operaciones fué la misma para todas las enfermedades.

5. Las plantas primero se rociaron con una dispersión del compuesto en ensayo. Se utilizaron hasta cuatro concentraciones distintas de cada producto 5, y para cada concentración se usaron muestras. Un grupo de plantas de control se roció con agua destilada,
10. y otro grupo con un fungicida patrón de referencia. Después de rociarlas, las plantas se dejaron secar durante la noche. Luego se inocularon con esporas del patógeno adecuado y se colocaron en un ambiente apropiado para la germinación de las esporas y la infección. A continuación las plantas se colocaron en un invernáculo
15. durante un período para permitir el desarrollo de los síntomas. Se realizó después la discriminación, y la proporción de enfermedad en las plantas tratadas se expresó como porcentaje de la comprobada en las plantas de control. El valor ED 95, o sea la concentración
20. precisa para obtener el control del 95% de la enfermedad, se obtuvo representando las cifras de porcentaje de la enfermedad para las distintas concentraciones de rociado, en una escala logarítmica y tomando el valor
25. de la curva de regresión obtenida. Se hicieron observaciones completas del daño debido a la fitotoxicidad del compuesto ensayado, y los daños se graduaron como sigue:

233 192 22 E



- | | |
|---------------------|---------------------|
| 0 - sin daño | 3 - daño moderado |
| 1 - daño muy ligero | 4 - daño severo |
| 2 - daño ligero | 5 - daño muy severo |

5. La tabla VI indica las ligeras variaciones en el método, necesarias cuando se emplean las distintas enfermedades.

10. Las dispersiones del compuesto en agua, se obtuvieron moliendo juntos en agua, en un molino de bolas, una cantidad adecuada del compuesto ensayado, con (a) una cantidad equivalente de agente de superficie activa conocido con el nombre comercial de "Dispersol T", o bien con (b) una parte de un agente de superficie activa conocido en el comercio con el nombre de "Wafex goulac", con 25 partes del compuesto a ensayar.
15. El segundo método, (b) de dispersión se utilizó solamente con N-(4-metil fenil) dioloromaleimida. En todos los ensayos contra "erysiphe graminis" en avena, se añadió un agente de mojadura a la dispersión acuosa del compuesto, antes de aplicarlo a las plantas. Los agentes de mojadura, y sus concentraciones finales en las dispersiones acuosas aplicadas a las plantas, fueron: "Lubrol E" al 0,015%, "Twees 20" al 0,1% y 1,0%, y "agral LN al 0,1 y 1,0%.
- 20.

-16- 125

22 E



INVERNACULO DE COMPUESTOS, PARA FUNGICIDAS FOLIARES

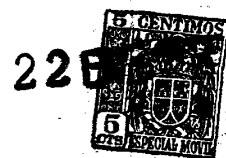
233 192

Incubación	Período de desarrollo	Valoración
100% R.H. durante 24 horas.	3 a 4 dias	Recuento de lesiones
Invernáculo	7 a 8 dias	Clasificación a ojo
100% R.H. durante 24 horas	7 a 12 dias	Clasificación empleando la escala descrita en el Canadian Journal of Research Sección C, 1948, Vol. 25, pág. 496 para <u>P. graminis tritici</u>
100% R.H. durante 4 horas	2 a 3 dias	Recuento de lesiones

TABLA VI VARIACIONES EN EL METODO PARA LOS ENSAYOS EN

Enfermedad	Planta	Inoculación	
<u>Alternaria solani</u>	Tomate, 152 a 177 mm. de alto.	Rociado con una suspensión acuosa de esporas	
<u>Erysiphe graminis</u>	Avena, 76 a 101 mm. alto.	Esporas sacudidas de plantas infectadas, sobre plantas a ensayar	
<u>Puccinia triticina</u>	Trigo, 76 a 101 mm. de alto.	Esporas sacudidas de plantas infectadas sobre las plantas en ensayo, remojadas, o rociadas con una suspensión acuosa de esporas	1 d 2
<u>Phytophthora infestans</u>	Tomate, 152 a 177 mm. alto.	Rociado con una suspensión acuosa de esporas	1 d 2





233 192

TABLA VII RESULTADOS DE LOS ENSAYOS EN INVERNACULO, CON DICLOROMALEIMIDAS COMO FUNGICIDAS FOLIARES

$\begin{matrix} \text{ClC} - \text{CO} \\ \text{NR} \\ \text{ClC} - \text{CO} \end{matrix}$	ED 95 (de ensayos con <i>A. solani</i>)	Porcentaje de enfermedad a 0,05% a.i. con				Clasificación o discriminación de la fitotoxicidad a 0,05% a.i. en tomates, avena o trigo
		A	B	C	D	
R =						
Ph	0.017	2	80	1 (100)		0
4MePh	0.0055	0.4	1	0 (60)	0	0
2ClPh	0.015	0.6	50	1 (40)	-	0
4NO ₂ Ph	0.14	15	100	10 (40)	-	0
3ClPh	0.025	3	100	5 (40)		0
4ClPh	-	0.3	30	0 (10)	-	0
4BrPh	-	6	80	0-1 (10)	-	0
3MePh	-	0.1	5	-	2	0
2MePh	-	4	5	0 (5)	5	0
Ciclo C ₆ H _n	-	0.4	100	0	6	0 (1, en avena solamente).
"Thiram", disulfuro de tetrametilthiuram. Fungicida patrón de referencia para " <i>Alternaria solani</i> " y " <i>Phytophthora infestans</i> "	0.047	5	-	-	20	0

233 192²²



<p>"Karathane", crotonato de dinitro (1-metil heptil) fenilo, y otros nitrofenoles y derivados. Fungicida patrón de referencia para "Erysiphe graminis"</p>	-	-	0-1	-	-	0-1 (en avena solamente)
<p>"Dithane Z-78", bis-ditiocarbamato de zinc etileno. Fungicida patrón de referencia para "Puccinia triticina"</p>	-	-	-	1-10 (40-100)	-	0

A = Alternaria solani
en tomate
B = Erysiphe graminis
en avena

C = Puccinia triticina
en trigo
D = Phytophthora infestans
en tomate

Nota: El porcentaje de enfermedad en las plantas de control puede tomarse como 100 con excepción de los ensayos con "Puccinia triticina". En estos ensayos, el porcentaje de enfermedad en las plantas de control se indica entre paréntesis en la tabla.

B. Ensayos en el campo

Se realizó un ensayo en el campo contra la Phytophthora infestans en plantas de patata. El ensayo en forma de bloques al azar. Para cada tratamiento

5. se dispusieron cuatro parcelas repetidas, de tres filas de ancho y 4,55 m. de largo.

Se aplicaron a intervalos de 15 días aproximadamente, cuatro rociados de N-(4-metil fenil) dicloromaleimida al 0,1%, dispersada en agua con "Wafex goulac",

10. y de "Perenox" (óxido cuproso al 50%) al 0,2% Cu. El recuento se realizó empleando la clave de recuento para roya de la patata, descrita en Plant Pathology 1.952, I, 109.

22 EN

233 192



5. La Tabla VIII indica los resultados obtenidos del ensayo en el campo con N-(4-metil fenil) dicloromaleimida y la preparación que contiene óxido cuproso y se encuentra en el comercio con la marca registrada de "Perenox".

TABLA VIII RESULTADOS DE UN ENSAYO EN EL CAMPO CONTRA "PHITOPHTHORA INFESTANS" EN PLANTAS DE PATATA CON UNA DICLOROMALEIMIDA.

10.	Nombre	% de ingrediente activo	Porcentaje de enfermedad en las hojas
	N-(4-metil fenil) dicloromaleimida	0.1	0.1 a 5
15.	Entre "Perenox", 50% de óxido cuproso, polvo dispersable.	0.2	5 a 50
	Control		50 a 95

20. Nota: Las cifras de porcentaje de enfermedad, son los límites superior e inferior observados en las cuatro parcelas duplicadas para cada tratamiento. Estas cifras se obtuvieron 30 días después de la aplicación del último rociado. La enfermedad no apareció hasta entre 2 y 3 semanas después de la aplicación del último rociado.

EJEMPLO 8.

25. Se realizaron ensayos de fungicida foliar, empleando los mismos compuestos del ejemplo 1, excepto que para fungicida patrón de referencia, se utilizó disulfuro de tetrametil-tiuram, en lugar de pentaclorofenato de sodio.

30. Los ensayos se realizaron en plantas de tomate, que primero se rociaron con una dispersión del



233 192

- compuesto en ensayo. El material se dejó escurrir, y la planta se inoculó con "Alternariasolani". Esto se llevó a cabo rociando con una suspensión acuosa de las esporas del moho. Las plantas se dejaron luego durante 24 horas
5. en recintos húmedos, como período de incubación. Luego se colocaron en un invernáculo hasta la aparición de las lesiones. En cada ensayo, se trataron tres plantas, junto con tres plantas de control, cuyo tratamiento se diferenció solamente porque en lugar de rociar con el
 10. compuesto sometido a ensayo, se rociaron con agua destilada. Tres días después de la inoculación, se contaron las lesiones en las cinco hojuelas principales de cinco hojas por planta. El recuento de las lesiones de las plantas tratadas se transforma en porcentaje de las comprobadas en
 15. las plantas de control. Los valores ED 95 y ED 50, o sea la concentración de fungicida para obtener un control de 95% y 50%, respectivamente de la enfermedad, se obtienen representando las cifras del porcentaje de enfermedad en las distintas concentraciones de rociado en una escala
 20. logarítmica, y tomando el valor de las curvas de regresión obtenidas.

Se hicieron observaciones completas del daño debido a la fitotoxicidad del compuesto ensayado, y el daño se gradua como sigue:

- | | | |
|-----|---------------------|---------------------|
| 25. | 0 - sin daño | 3 - daño moderado |
| | 1 - daño muy ligero | 4 - daño severo |
| | 2 - daño ligero | 5 - daño muy severo |



233 192

La tabla siguiente muestra los resultados obtenidos con cuatro concentraciones distintas de rociado, a saber, 0,05, 0,01, 0,002 y 0,0004%. Las dispersiones de los compuestos en agua se obtuvieron moliendo juntos

5. en agua, en un molino de bolas, una cantidad adecuada del compuesto ensayado, con una cantidad equivalente de agente de superficie activa ofrecida por el comercio con el nombre de "Dispersol T".

- Las cifras que se facilitan muestran el
10. porcentaje de enfermedad, el daño debido a la fitotoxicidad, y los valores ED 95 y ED 50, o sea la concentración de compuesto necesaria en cada caso para obtener un control de 95% y 50% de la enfermedad, respectivamente.



TABLA IX

Compuesto	% de enfermedad a			
	% de concentración	0.05	0.01	0.002
N-fenil dicloromaleimida	2	6	26	68
N-(4-metil fenil) dicloromaleimida	.4	2	12	43
N-(2-clorofenil) dicloromaleimida	.6	4	82	96
N-(3-clorofenil) dicloromaleimida	3	10	30	73
N-(4-nitrofenil) dicloromaleimida	15	30	63	88
Disulfuro de tetrametil-tiuram	5	15	36	65

-22- ni

22 E



233 192

Phytotoxicidad a				E.D.95	E.D.50
0.05	0.01	0.002	0.0004		
0	0	0	0	0.017	0.00072
0	0	0	0	0.0055	0.00025
0	0	0	0	0.015	0.0031
0	0	0	0	0.025	0.00092
0	0	0	0	0.14	0.0042
0	0	0	0	0.047	0.00096

22E



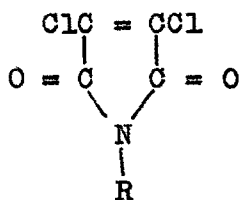
233 192

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente

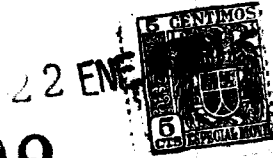
- 5. indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una patente presentada en Inglaterra con fecha 23 de enero de 1956, nº 2.146, acogiéndose por lo tanto, a los
- 10. beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "Perfeccionamientos en composiciones fungicidas"; caracterizándose por lo
- 15. siguiente:

1ª.- Perfeccionamientos en composiciones fungicidas, caracterizados por una composición fungicida que comprende como ingrediente activo un compuesto de la fórmula general



- 20. siendo el grupo R un grupo monocíclico carbocíclico que puede estar sustituido, y que puede acoplarse al N a través de un grupo metileno.

- 25. 2ª.- Perfeccionamientos, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizados porque el ingrediente activo es la N-(4-metil fenil) dicloro-



233 192

maleimida.

- 3^a.- Perfeccionamientos, según lo especificado en la reivindicación 1^a, caracterizados porque el ingrediente activo es la N-ciclohexil dicloromaleimida.
5. 4^a.- Perfeccionamientos, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizados porque la composición fungicida es pulverulenta y el compuesto activo está íntimamente asociado con un diluyente inerte, sólido.
10. 5^a.- Perfeccionamientos, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizados porque la composición fungicida es líquida y el compuesto activo está disuelto o dispersado en el líquido adecuado.
15. 6^a.- Perfeccionamientos, según lo especificado en la reivindicación 4^a o 5^a, caracterizados porque la composición contiene un agente de dispersión, soluble en agua, y, si se desea, un agente de mojadura.
20. 7^a.- Perfeccionamientos en composiciones fungicidas, caracterizados por permitir la protección de telas de algodón contra el ataque por hongos o mohos, mediante la aplicación a las telas de una composición según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 3^a.
25. 8^a.- Perfeccionamientos en composiciones fungicidas, caracterizados por permitir el control del desarrollo de lodos en las fábricas de pulpa y de papel por la incorporación, donde puede ocurrir el aumento de lodo, de una composición según lo especificado en
30. cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 3^a.

233 192

22



9^a.- Perfeccionamientos, en composiciones fungicidas, caracterizados por permitir la protección de la pulpa de madera contra el ataque de hongos o mohos, por incorporación en la misma de una composición fungicida según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 3^a.

10^a.- Perfeccionamientos en composiciones fungicidas, caracterizados por permitir la protección de madera, producto de madera regenerada, etc, contra el ataque de hongos o mohos, por tratamiento con una composición fungicida, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1^a a 3^a.

11^a.- Perfeccionamientos en composiciones fungicidas; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria, que consta de veinticinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

22 ENE. 1957

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODET
P. R.