

310342

PATENTE DE INVENCION

Ref: Le A 8674-Sp.



Memoria Descriptiva

sobre

"Procedimiento para la preparación de medios fungitóxicos".

Solicitante: FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residente en Leverkusen-Bayerwek, Alemania.

La presente invención se refiere al empleo de los ácidos benzhidroxámicos como materiales activos para medios fungitóxicos.

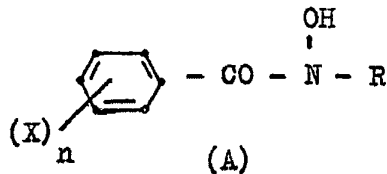
5. Ya es sabido que los compuestos de mercurio, por ej. el acetato de mercurio fenílico, se puede



5. emplear como medio fungitóxico. Tales compuestos mercuriales orgánicos son muy adecuados como medios desinfectantes de simientes. Tienen sin embargo, como desventaja principal, una toxicidad muy elevada para los animales de sangre caliente. Por esta razón existe la urgente necesidad de sustituir los compuestos orgánicos mercuriales por otros compuestos menos tóxicos con un efecto igual de bueno.

10. El empleo de los ácidos benzhidroxámicos y de los compuestos químicamente similares como material activo fungitóxico no era hasta ahora conocido.

Se ha descubierto que ácidos hidroxámicos, de fórmula



15. donde X significa hidrógeno o cloro, R hidrógeno o un resto benzóilico, en caso dado sustituido por uno o dos átomos de cloro y n es 1 ó 2, tienen fuertes propiedades fungitóxicas.

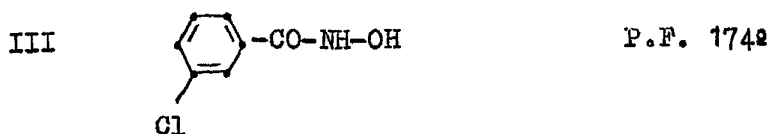
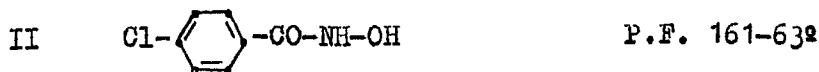
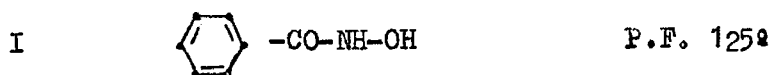
20. Es de considerar como extraordinariamente sorprendente que los ácidos benzhidroxámicos se pueden emplear para combatir el crecimiento indeseado de los hongos, ya que hasta ahora no se conocen para esta finalidad compuestos químicamente similares. Además, los ácidos benzhidroxámicos tienen una toxicidad relativamente reducida para los animales de sangre caliente,

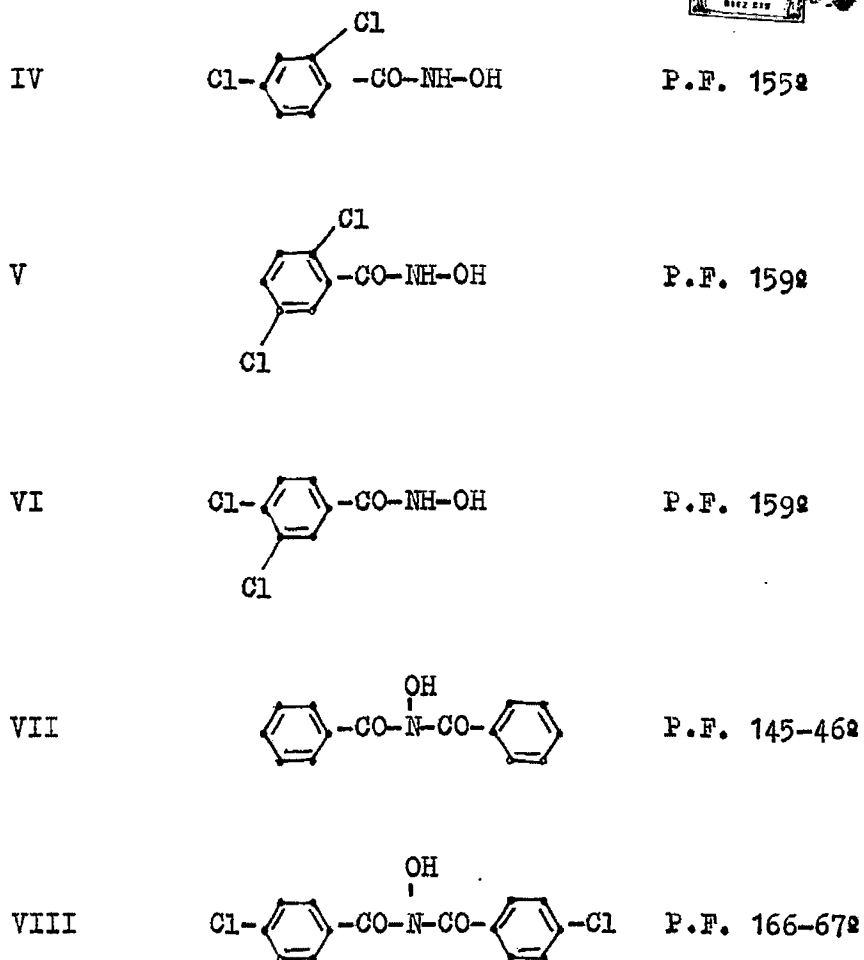
25. no tienen ningún olor desagradable, no irritan la piel



ni las mucosidades y son de buena compatibilidad con las plantas.

- Los ácidos benzhidroxámicos a emplear según la presente invención están claramente definidos por la fórmula A de arriba. Los ácidos benzhidroxámicos se obtienen reaccionando el éster del ácido benzoico con una amina hidroxílica, en caso dado en presencia de un disolvente, a temperaturas de por ej. 10 - 40°C (véase también Organic Syntesis, Vol-II, 67). Los ácidos bis-benzhidroxámicos se obtienen por reacción de los cloruros del ácido benzoico con amina hidroxílica, en caso dado en presencia de un disolvente a temperaturas de por ej. 10 - 40°C (véase también Annalen 161, 350).
5. Como ejemplos de los ácidos benzhidroxámicos a emplear según la presente invención sean mencionados en detalle:
- 10.
- 15.





5. Los ácidos benzhidroxámicos muestran un fuerte efecto fungitóxico. Por su reducida toxicidad para los animales de sangre caliente son adecuados para combatir el indeseado crecimiento de los hongos. Su buena compatibilidad con las plantas de grado más elevado permite su empleo como medio protector de las plantas contra las enfermedades fungosas. Especialmente buenos son como material activo para los medios desinfectantes de simientes. Se logran por ej. buenos efectos contra la clase de



funges fitopatógenos Ustilago.

- Los materiales según la presente invención se pueden transformar en las formulaciones usuales, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados. Estos se obtienen por ej. alargando los materiales activos con disolventes y/o materiales vehículo, en caso dado empleando medios de emulsión y/o emulsión, (véase Agricultural Chemicals, marzo 1960, pág. 35 - 38). Como materiales auxiliares entran para ello esencialmente en consideración: los disolventes, tales como los aromatos (por ej. xilol, benceno), los aromatos clorados (por ej. clorobencenos), las parafinas (por ej, fracciones de petróleo crudo), los alcoholes (por ej. metanol, butanol), las aminas (por ej. amina etanólica, formamida dimetilica) y el agua; los materiales vehículo, tales como las harinas de roca natural (por ej. caolinas, arcillas, talco, creta) y las harinas de roca sintética (por ej. ácido silícico altamente disperso, silicatos); medios de emulsión, tales como emulsionadores no ionógenos y aniónicos (por ej. éster del ácido graso polioxietilénico, éster del alcohol graso polioxietilénico, sulfatos alquílicos y arílicos) y los medios de dispersión, tales como lignina, deslixiviaciones sulfúricas y la celulosa metilica.

Los materiales de la presente invención se pueden presentar en las formulaciones en mezcla con otros materiales activos conocidos.

- Las formulaciones contienen por lo general entre 0,1 y 95 % en peso de material activo, preferentemente



entre 0,5 y 90.

- Los ácidos benzhidroxámicos se pueden emplear como tales, en forma de sus formulaciones o en las formas de aplicación preparadas de ellos, tales como
5. polvos, granulados, emulsiones y suspensiones. La aplicación se efectúa en la forma usual, por ej. mediante pulverización, aspersión, espolvoreado, riego y especialmente en decapados. Los medios desinfectantes de simientes pueden mostrar una concentración de
10. material activo entre 1 y 100 % y se emplean por regla general con 0,2 - 10 g por kg de simiente.
- Especialmente difícil de combatir es el *Ustilago avenae*. Hasta ahora solo se realizaba con éxito con los compuestos mercuriales orgánicos y formalde-
15. hido. Los compuestos mercuriales orgánicos son sin embargo, demasiado tóxicos y el formaldehído irrita muy fuertemente la piel y las mucosas. Los ácidos benzhidroxámicos se pueden emplear asimismo con buen éxito para combatir la *Ustilago avenae* sin que muestre
20. las desventajas de los materiales antes mencionados. Para esta finalidad se emplea el ácido benzhidroxámico solo o en combinación con otros medios activos fungicidas, como un así llamado medio de desinfección universal.
25. Ejemplo 1
- Ensayos en placas de agar.
- Comprobación de la eficacia fungitóxicas y del alcance del espectro de eficacia.
- Disolvente:
30. Para preparar un preparado de material activo

310342

- 7 -



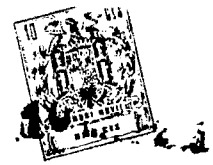
conveniente se recibe el material activo en por lo menos 100 veces su cantidad de disolvente.

5. El preparado de material activo se agrega a agar-dextrosa-patata que se ha licueficado mediante calentamiento, en una cantidad tal, que se forme así la concentración de material activo deseado. Después de agitar bién hasta estar igualmente repartido el material activo, se vierte el agar, bajo condiciones asepticas, en cuencos Petri. Después de solidificar
10. la mezcla de substrato-material activo se inoculan hongos de ensayo de cultivos puros en discos de 5 mm diámetro. Los cuencos Petri se mantienen para la incubación durante 3 días a 20°C.

15. Después de este tiempo se determina el efecto inhibitor del material activo sobre el crecimiento del micelo teniéndose en consideración el control sin tratar.

20. Los materiales activos, las concentraciones de material activo, los hongos de ensayo y los efectos inhibidores logrados se desprenden de la tabla a continuación:

310342



T A B L A

Ensayo en placas de agar

Material activo.	Concentración del material activo en el sustrato en ppm.	Hongo de ensayo	Efecto inhibitor sobre el crecimiento del micelio.
II, III	100	Corticium rolfsii Sclerotinia sclerotiorum Thielaviopsis basicola Phytophthora cactorum	vollständige Hemmung
VI	100	Corticium rolfsii Thielaviopsis basicola Phytophthora cactorum	vollständige Hemmung
VII	100	Sclerotinia sclerotiorum Thielaviopsis basicola Phytophthora cactorum	vollständige Hemmung
I	100	Corticium rolfsii Sclerotinia sclerotiorum Thielaviopsis basicola	vollständige Hemmung

Ejemplo 2

Ensayo de medio desinfectante de semillas Ustilago avenae.

5. Comprobación como medio desinfectante de semillas contra enfermedades fungosas nascentes de semillas.

Para la preparación de un medio desinfectante seco conveniente se alarga el material activo con una



mezcla de partes en peso iguales de talco y kieselgur a una mezcla finamente polvorosa con la concentración de material activo deseado.

5. Para el tratamiento se vierte semilla de avena, que está infectada en forma natural con *Ustilago avenae*, con 3 g de medio desinfectante seco por kg de semillas en una botella de cristal cerrado. El material de semillas se siembra con 2 x 100 gramos en cajas sembradoras a 2 cm de profundidad en una mezcla de 1
10. parte en vol. de tierra unitaria seg. Fruhstorfer y 1 parte en volumen de arena de cuarzo. Las cajas se ponen en el invernadero a una temperatura de unos 18°C, se mantienen bajo humedad normal y diariamente se exponen 16 horas a la luz. Después de 10-12 semanas florece la avena y muestra panículas sanas y enfermas.
- 15.

- Después de este tiempo se determinan las panículas enfermas en % de las panículas totales formadas. 0 % significa que no existen panículas enfermas, 100% significa que todas las panículas están enfermadas. El
20. material activo es más eficaz contra menos panículas enfermas se hayan formado.

Los materiales activos, las concentraciones de material activo y el número de panículas enfermas se desprenden de la tabla a continuación:

310342

T A B L A

Ensayo de medio desinfectante de semilla. /Ustilago
avenae.

Material activo	Concentración de material activo en medio desinfectante en %	Número de panículas enfermas en % del número de panículas formadas en total.
III	1	2,7
	3	2,6
	10	0,8
	20	0,0
	30	0,0
VI	10	2,5
	20	0,0
	30	0,0
VII	10	0,8
	20	0,8
	30	0,0
Sin tratar	0	18,4

5. Para la comprobación en el campo, como medio desinfectante contra el Ustilago avenae, se efectúa en igual forma el tratamiento en seco de la sementera infectada en forma natural. Se siembran sin embargo en 5 repeticiones cada vez 100 g de sementera por 5 m² de parcela. Esto significa para cada miembro de ensayo en total unos 15.000 granos por 25 m². La siembra

310342

- 11 -



se efectúa a principios de abril, el recuento de las panículas sanas y enfermas a fines de Junio. Los resultados están resumidos en la tabla siguiente:

T A B L A

Ensayo en el campo/Ustilago avenae

Material activo.	Concentración de material activo en el medio desinfectante en %.	Número de panículas enfermas en % del número de panículas formadas en total.
I	30	0,05
II	30	0,03
VIII	30	0,75
Sin tratar	0	7,72

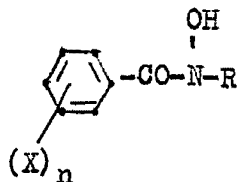
N O T A

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También
10. se hace constar que el invento se refiere a una Solicitud de Patente, presentada en Alemania con fecha 12 de marzo de 1964, nº F 42.283 IVa/45 1; acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia
15. del referido invento, y por lo que se solicita Patente de invención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE MEDIOS FUNGITOXICOS", caracte-



rizándose por lo siguiente:

1ª.- "Procedimiento para la preparación de medios fungitóxicos", caracterizado porque un ácido benzhidroxámico de fórmula general



5. donde X significa hidrógeno o cloro y R hidrógeno o un resto benzófico, en caso dado sustituido por uno o dos átomos de cloro y n es 1 ó 2, se recibe en una solución orgánica inerte auxiliar, que puede contener un agente emulsionador y un medio de dispersión.
10. 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el producto obtenido se mezcla con líquido inerte de viscosidad adecuada.
15. 3ª.- Procedimiento para la preparación de un medio fungitóxico, especialmente en forma sólida, caracterizado por el hecho de que se mezcla el elemento activo, el ácido benzhidroxámico arriba definido, con un vehículo sólido finamente pulverizado, inerte, que puede contener un medio emulsionado y un medio de dispersión.
20. 4ª.- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado, porque el producto obtenido se mezcla íntimamente con un vehículo sólido, ^{inerte}/finamente pulveri-

310342

- 13 -



zado, de gran superficie activa.

5ª.-"Procedimiento para la preparación de medios fungitóxicos", tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

5. Esta Memoria consta de 13 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

10 MAR 1965

J. GOMEZ ACEBO Y MODER