

345343

P.- 36.316
Pos-12055 Sumitomo

Memoria descriptiva



5 FEB. 1938

para solicitar PATENTE DE INVENCION, en España por 20 años

a nombre de SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LTD.

entidad / ~~de nacionalidad~~ japonesa

**con domicilio en 15, Kitahama-5-chome, Higashi-ku, Osaka,
Japón**

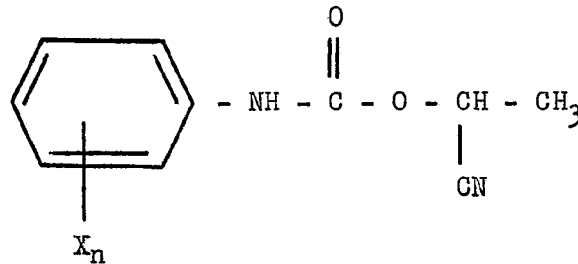
por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COMPOSICIONES FUNGICIDAS", (Clase Internacional G07c A01n)

1 DIC.



Este invento se refiere a una composición fungicida que contiene un vehículo inerte y, en calidad de ingrediente activo, al menos un compuesto representado por la fórmula

5



10

en que X es cloro y/o metilo; y n es un número entero de 1 a 5.

15

Los fungicidas del tipo órgano-mercurio, que han sido utilizados hasta ahora de la forma más común como fungicidas agrícolas, tienen marcados efectos sobre diversas afecciones de productos agrícolas y hortícolas. Por ejemplo, despliegan fuertes efectos inhibitorios y exterminadores no solo contra el tizón del arroz, que es una afección o enfermedad principal de las plantas de arroz, sino también contra diversas afecciones causadas por hongos patógenicos que tienen máxima actividad en la etapa de crecimiento de las plantas de arroz, tales como *Cochliobolus miyabeanus* (S. Ito et Kurib.) Drech. *Helminthosporium sigmoideum* Cav. y similares. Sin embargo, estos fungicidas órgano-mercuricos son tóxicos para los mamíferos y para los peces, igual que los otros fungicidas comerciales venenosos.

20

25

30

Un objeto del presente invento es el de crear fungicidas agrícolas y hortícolas que sean menos tóxicos

4-1-267

- 2 -

345343

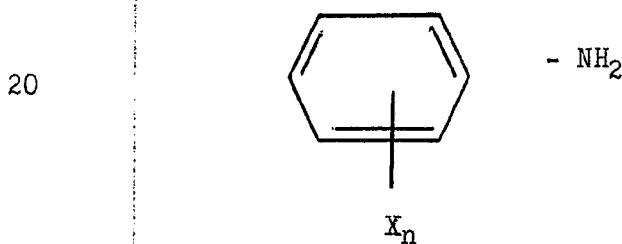


para los mamíferos y sean eficaces contra una amplia
variedad de afecciones de las plantas.

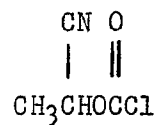
5 Otro objeto del invento es el de crear un
método para preparar, con facilidad y con bajo costo,
nuevos compuestos que son ingredientes activos, aplica-
dos a dichos fungicidas agrícolas y hortícolas.

10 Los presentes inventores han encontrado
que los nuevos compuestos del presente invento son
menos tóxicos y tienen altos efectos inhibitorios y cu-
rativos sobre hongos tales como *Pyricularia oryzae* Cav.,
Cochliobolus miyabeanus (S. Ito et Kurib.) Drech.,
Gibberella fujikuroi (Saw.) Woll., *Helminthosporium*
sigmoideum Cav., *Hormodendrum* sp., y *Alternaria Kiku-*
chiana Tanaka.

15 Los presentes compuestos se preparan, en
general, por la condensación de anilinas sustituidas
representadas por la fórmula general



25 en que X y n son tal como se define anteriormente, con
cloroformiato de alfa-cianoetilo de la fórmula

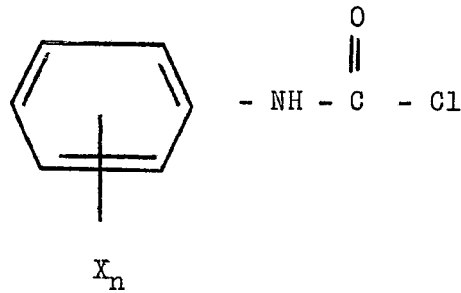


30 o de cloruros de N-fenilcarbamoilo sustituidos repre-



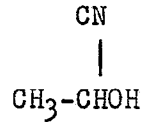
sentados por la fórmula

5



10

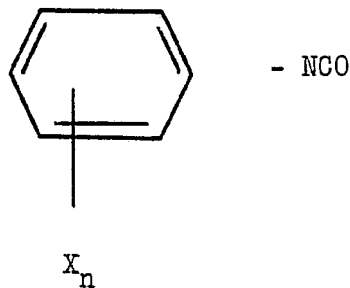
en que X y n son tal como se define anteriormente, con alcohol alfa-ciano etílico de la fórmula



15

Alternativamente, los compuestos se preparan por la reacción de isocyanatos de fenilo sustituidos, representados por la fórmula

20



25

en que X y n son tal como se define anteriormente, con alcohol alfa-cianoetílico.

30

Compuestos que se consideran particularmente útiles entre los presentes compuestos son, por ejemplo, los mostrados en la Tabla 1, pero el alcance del presente invento no está limitado necesariamente a estos.



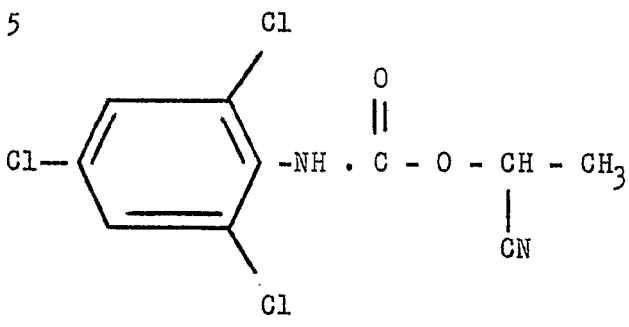
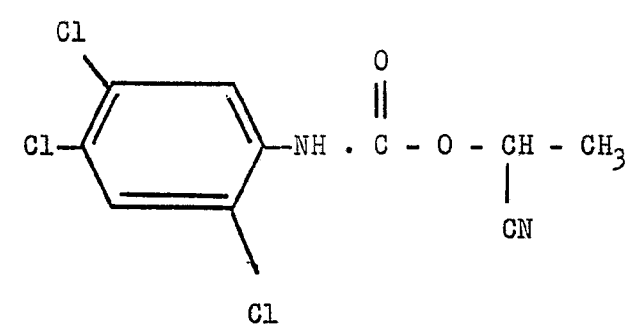
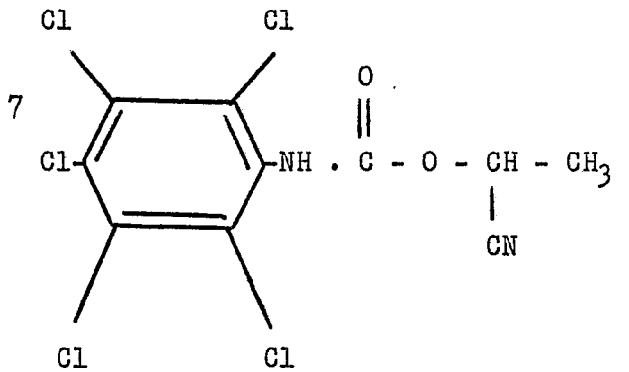
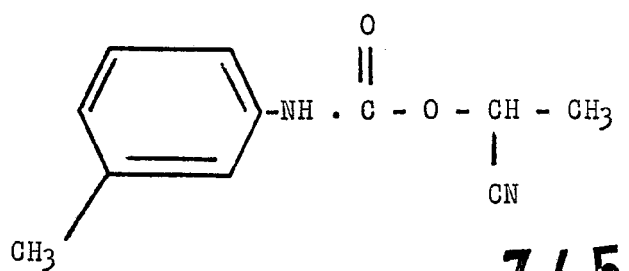
Tabla 1.- Ejemplos de los presentes compuestos:

<u>Nº</u>	<u>Estructura</u>	<u>Nombre</u>
5		N-2 clorofenil-carbamato de alfa-cianoetilo
10		N-2,3-diclorofenil-carbamato de alfa cianoetilo
15		N-2,5-diclorofenil-carbamato de alfa cianoetilo
20		N-3,5-diclorofenil-carbamato de alfa cianoetilo
25		N-2,5-diclorofenil-carbamato de alfa cianoetilo

345343



11

Nº	Estructura	Nombre
5		N-2,4,6-tricloro- rofenilcarba- mato de alfa- cianoetilo
6		N-2,4,5-tricloro- rofenilcarba- mato de alfa ciano etilo
7		N-2,3,4,5,6-pen- taclorofenilcar- bamato de alfa- cianoetilo
8		N-3-metilfenil- carbamato de alfa-ciano- etilo

345343



<u>Nº</u>	<u>Estructura</u>	<u>Nombre</u>
9		<p>N-2,3-dimetil- fenilcarbamato de alfa-ciano- etilo</p>
10		<p>N-2,4-dimetil- fenilcarbamato de alfa-ciano- etilo</p>
11		<p>N-2,6-dimetil- fenilcarbamato de alfa-ciano- etilo</p>
12		<p>N-3,5-dimetil- fenilcarbamato de alfa-ciano- etilo</p>

345343



Nº	Estructura	Nombre
13		N-3,4-dimetil- fenil-carbama- to de alfa- ciano etilo
14		N-2,5-dimetil- fenil-carba- mato de alfa cianoetilo
15		N-3-metil-2,4,6- triclorofenil- carbamato de alfa ciano- etilo

5

10

15

20

25

Los efectos de los anteriores compuestos sobre diversos hongos (es decir los siguientes seis hongos patogénicos para las plantas) están mostrados seguidamente:

30

4-1-2-67



- 5
- (a) *Pyricularia oryzae* Cav. (abreviado como P.o.)
 - (b) *Cochlioborus miyabeanus* (S. Ito et Kurib.)
Drech. (abreviado como C.m.)
 - (c) *Gibberella fujikuroi* (Saw) Woll. (abreviado como
G.F.)
 - (d) *Helminthosporium sigmoideum* Cav. (abreviado como
H.s.)
 - (e) *Hormodendrum* sp. (abreviado como Hormo)
 - (f) *Alternaria kikuchiana* Tanaka (abreviado como A.k.)

10 Utilizando un agar de jugo de patata
que contiene 2% de glucosa, soluciones de diversas
concentraciones de cada muestra de ensayo en acetona,
fueron diluídas individualmente hasta 20 veces. 20 ml
de cada solución diluída fueron cargados en una cubeta
15 de Petri de 10 cm de diámetro interior para formar una
placa. Sobre la placa, se extendieron individualmente
esporas de los seis hongos antes mencionados. 7 días
después de la inoculación de hongos, se observó la
concentración de inhibición del crecimiento de los mi-
20 celios (mcg/ml) de cada solución de ensayo. Los resul-
tados obtenidos son los indicados en la Tabla 2.

345343

4-12-67

Tabla 2.- Efectos sobre diversos hongos patógenos (representados por la concentración mínima de inhibición del crecimiento, mcg./ml.)

Muestra	P.o.	C.m.	G.f.	H.s.	Horno	A.k.
Compuesto nº 1 en Tabla 1	500	1.500	1.250	500	1.250	1.500
Compuesto nº 2 "	150	1.500	1.250	1.000	1.000	1.500
Compuesto nº 3 "	300	500	1.000	500	500	300
Compuesto nº 4 "	125	40	500	125	125	50
Compuesto nº 5 "	300	100	1.000	125	125	50
Compuesto nº 6 "	300	100	500	125	125	100
Compuesto nº 7 "	125	100	300	500	50	100
Compuesto nº 8 "	500	1.000	1.500	500	1.500	1.000



345343

Tabla 2.(cont.)

Muestra	P.o	C.m.	G.f.	H.s.	Hormo	A.k.
Compuesto nº 9 en Tabla 1	150	2.000	1.000	1.000	1.000	1.500
Compuesto nº 10 "	300	200	500	200	200	300
Compuesto nº 11 "	300	100	1.000	1.500	1.500	1.500
Compuesto nº 12 "	200	50	100	1.000	500	100
Compuesto nº 13 "	500	200	1.000	200	200	1.000
Compuesto nº 14 "	1.500	1.500	200	500	500	500
Compuesto nº 15 "	100	100	500	100	100	100

11 DIC



345343



5 Tal como se muestra en la Tabla 2, los presentes compuestos son eficaces contra diversos hongos patogénicos para las plantas. Aunque los compuestos no siempre tienen una alta actividad para inhibir la germinación de conidios de Cochlioborus miyabeanus (S. Ito et Kurib) Drech., tienen unas características dignas de especial mención, tales como las de desplegar acciones específicas para inhibir el crecimiento de micelios y mostrar una duración prolongada. Además, la mayor parte de los compuestos tienen efectos inhibitorios y curativos considerablemente altos sobre Helminthosporium sigmoideum Cav.

15 Los presentes compuestos pueden ser utilizados en cualquiera de las formas de formulaciones convencionalmente conocidas, tales como concentrados emulsificables, polvos humectables, gránulos, polvos para espolvorear y tabletas, utilizando como ingrediente activo al menos un compuesto representado por las fórmulas antedichas. En el caso en que los compuestos se han de utilizar en la forma de polvos o sólidos tales como polvos humectables, polvos para espolvorear, gránulos y tabletas, se utilizan en calidad de excipientes o agentes extendedores (es decir vehículos) polvos silíceos finos, tales como arcilla, talco, caolín y tierra de diatomeas, 20 polvos inorgánicos tales como carbono, yeso y carburo de calcio, o polvos orgánicos tales como almidón y carboximetil-celulosa. En el caso de concentrados emulsificables se pueden utilizar en calidad de disolventes hidrocarburos cíclicos o de cadena abierta comunes, o alcoholes, cetonas, ésteres y éteres derivados de los mismos, y agentes

30
4-1-2-67



tensioactivos no iónicos, y si es necesario, agentes tensioactivos aniónicos o catiónicos, lignin-sulfonatos o polialcoholes vinílicos también pueden ser utilizados como agentes auxiliares para los mismos.

5 El presente invento será ilustrado seguidamente con referencia a ejemplos y ejemplos de ensayo típicos.

10 Sin embargo, en la práctica, los presentes compuestos pueden ser utilizados en mezcla con fungicidas, insecticidas, herbicidas, fertilizantes y nematocidas, etc., conocidos.

Ejemplo 1.-

15 20 partes del presente compuesto número 4 y 77 partes de una mezcla finamente pulverizada de arcilla y talco fueron agitadas a fondo en un mortero. Se continuó adicionalmente la agitación, al mismo tiempo que se añadían gota a gota 3 partes de "Sorpól 2020" (nombre comercial registrado de un emulsificador producido por Toho Kagaku K.K.) y, así, la mezcla fué homogeneizada para obtener 100 partes de un polvo humectable al 20%.

Ejemplo 2.-

25 40 partes del presente compuesto número 4, 40 partes de xileno y 20 partes de "Sorpól 2020" (nombre comercial registrado de un emulsificador producido por Toho Kagaku K.K.) fueron mezcladas y disueltas entre ellas para obtener 100 partes de un concentrado emulsificable.

30

4-12-67



Ejemplo 3.-

2 partes del presente compuesto número 4,
7 partes de una mezcla finamente pulverizada de arcilla
y talco, y 1 parte de estearato de calcio en forma de
polvo, fueron mezcladas previamente en un mezclador. La
mezcla resultante fué entonces diluída uniformemente por
adición de 90 partes de dicha mezcla finamente dividida
de arcilla y talco, para obtener 100 partes de un pol-
vo para espolvorear al 2%.

Ejemplo 4.-

40 partes del presente compuesto número 3
y 57 partes de una mezcla finamente pulverizada de ar-
cilla y talco fueron mezcladas entre ellas en un mortero.
A la mezcla resultante, se añadieron gota a gota 3
partes de "Sorpól 2020" (nombre comercial registrado de
un emulsificador producido por Toho Kagaku K.K.). Subs-
iguientemente, la mezcla fue homogeneizada para obtener
100 partes de un polvo humectable al 40%.

Ejemplo 5.-

3 partes del presente compuesto número 8
fueron formuladas de acuerdo con el mismo procedimiento
del ejemplo 3, para obtener 100 partes de un polvo para
espolvorear al 3%.

Ejemplo 6.-

40 partes del presente compuesto número
12 fueron formuladas de acuerdo con el mismo procedimien

4-12-67



to del Ejemplo 2 para obtener 100 partes de un polvo humectable al 4%.

Los efectos de las presentes formulaciones son los mostrados en los siguientes ejemplos de ensayo:

5 Ejemplo de ensayo 1.-

Plantas de arroz (Norin nº 2, plantículas en el estado de 3 hojas) que habían sido cultivadas en macetas, fueron pulverizadas individualmente con una emulsión preparada diluyendo con agua, hasta una concentración de ingrediente activo de 500 ppm., a cada uno de los presentes concentrados emulsificables formulados de la misma manera que en el Ejemplo 2. Al día siguiente, las plantas de arroz fueron inoculadas con esporas de *Pyricularia oryzae* Cav. 6 días después de la inoculación de las esporas, se recontó el número de manchas o lugares de afección progresiva por hoja, para calcular la proporción (en %) del número de lugares de afección reducidos en las zonas tratadas, con el número de lugares de afección en zonas no tratadas. Las proporciones calculadas fueron consideradas como proporciones inhibitorias. Los resultados fueron los mostrados en la Tabla 3.

345343

4-12-67

Tabla 3

Muestra	Concentración (ppm)	Proporción inhibitoria (%)
Compuesto Nº 1	500	10,7
" Nº 2	"	37,2
" Nº 3	"	49,0
" Nº 4	"	75,2
" Nº 7	"	71,4
" Nº 8	"	9,8
" Nº 12	"	63,0
" Nº 5	"	53,6
" Nº 15	"	48,8
No tratada	-	0

4-12-67

345343

4-12-67

Tabla 4

Muestra	Cantidad aplicada (mg/maceta)	Proporción inhibi- toria (%)
Polvo para espolvorear al 2% del compuesto número 4	150	81,3
Polvo para espolvorear al 2% del compuesto número 8	150	31,0
No tratada	-	0

345343



1 DIC.



Ejemplo de ensayo 3.-

5 Plantas de arroz (Norin nº 21, plantícu-
las en el estado de 4 hojas) que habían sido cultivadas
en macetas, fueron pulverizadas individualmente con una
solución preparada disolviendo en agua, hasta una con-
centración de ingrediente activo de 500 ppm, cada uno
de los presentes polvos humectables formulados de la mis-
ma manera que en el Ejemplo 1. Al día siguiente, las
10 plantas de arroz fueron inoculadas con esporas de *Co-
chlioborus miyabeanus* (S. Ito et Kurib.) Drech. 6 días
después de la inoculación, se recontó el número de lu-
gares afectados por hoja. Los resultados fueron los mos-
trados en la Tabla 5.

345343

4-12-67

4-12-67

Tabla 5

Muestras	Concentración (ppm)	Número de lugares afectados por hoja
Compuesto Nº 1	500	46,9
" Nº 2	"	20,5
" Nº 3	"	7,0
" Nº 4	"	5,7
" Nº 6	"	9,2
" Nº 11	"	13,5
" Nº 13	"	31,0
Triazina	"	6,2
Yoduro de fenilmercurio	20 como mercurio	5,3
No tratadas	-	50,6

345343





Esta solicitud que corresponde a la presentada en Japón el día 22 de septiembre de 1966 bajo el nº 62769/66 se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

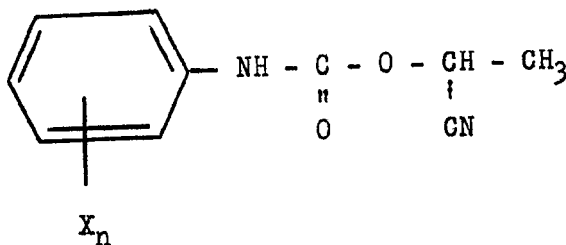
- N O T A -

10

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Un procedimiento para preparar un compuesto de fórmula:

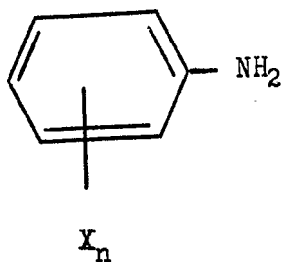
15



20

en la cual X es cloro y/o metilo y n es un número entero de 1 a 5, que comprende condensar anilinas sustituidas representadas por la fórmula general:

25

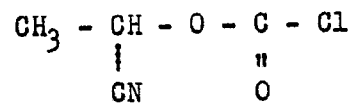


30

en la cual X y n son como se define anteriormente, con



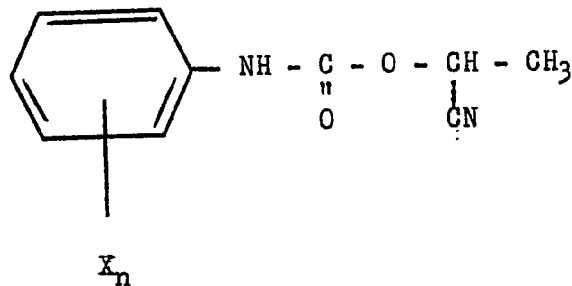
cloroformiato de alfa-cianoetilo de fórmula:



5

2.- Un procedimiento para preparar un compuesto de fórmula:

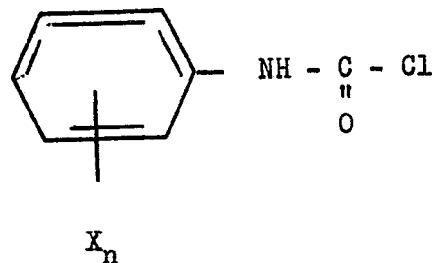
10



15

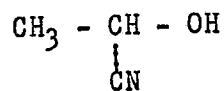
en la cual X y n son como se define anteriormente, que comprende condensar cloruros de N-fenilcarbamoylo, sustituidos, representados por la fórmula:

20



25

en la cual X y n son como se define anteriormente, con alcohol alfa-cianoetilico de fórmula:



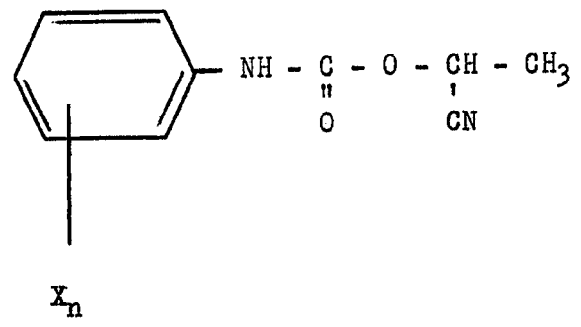
30

3.- Un procedimiento para preparar un compuesto de fórmula:

4-12-67



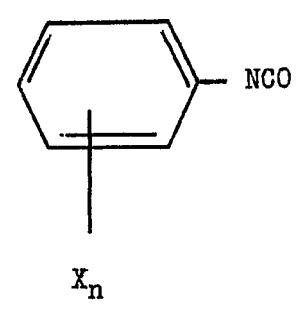
5



10

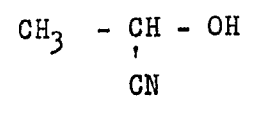
en la cual X y n son como se define anteriormente, que comprende hacer reaccionar isocianatos sustituidos representados por la fórmula

15



20

en la cual X y n son como se define anteriormente, con alcohol alfa-cianoetílico de fórmula:



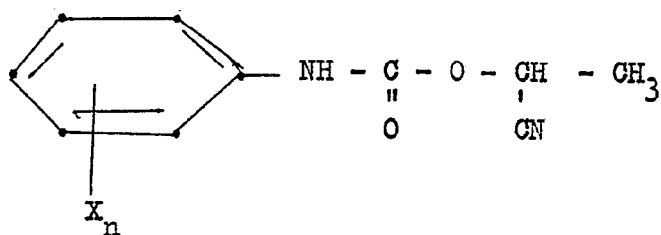
25

4.- Un procedimiento para preparar una composición fungicida mezclando vehículos inertes y, como ingrediente activo, al menos uno de los compuestos representados por la fórmula:

345343

345343

30



en la cual X y n son como se define anteriormente.

5.- Un procedimiento para preparar composiciones fungicidas.

10 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

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

Madrid, 30 ENF 1968

P.A.

15

[Handwritten signature]
Alfonso de Echeburu
E. de Echeburu

4.12.67