

PATENTE DE INVENCION

Ref: ICI Casa PP 21915 - SPAIN.

Memoria Descriptiva

sobre:



Procedimiento para la preparación de composiciones reguladoras del crecimiento de plantas.

379712

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa, residente en Imperial Chemical House, Millbank, Londres, S.W.1., Inglaterra.

Este invención se relaciona con un método para preparar composiciones reguladoras del crecimiento de plantas.

De acuerdo con la presente invención, la regulación del crecimiento de plantas se consigue median

5.

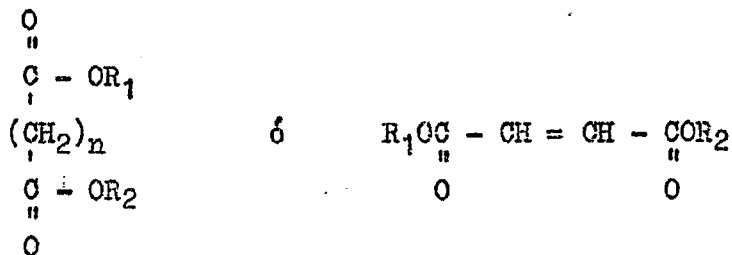


379712

te la aplicación a las mismas de un ácido carboxílico di-
básico total ó parcialmente esterificado que tiene por lo
menos 2 átomos de carbono, en el cual como mínimo uno de
los grupos esterificantes es un grupo alilo, 2-cloroalilo

5. o propargilo. El término "regulación" incluye la muerte
de las plantas o un severo daño de las mismas.

Preferiblemente, por lo menos uno de los grupos es-
terificantes es un grupo alilo o propargilo. El ácido
carboxílico dibásico es con preferencia un ácido carboxí-
lico alifático. Los compuestos preferidos para su uso en
10. las composiciones de la invención son aquellos de fórmula:



en la que n puede ser 0 o un entero de 1 a 8 inclusive y
en la que como mínimo uno de los grupos R₁ y R₂ es un gru-
po alilo o propargilo, siendo el grupo restante un grupo
15. alilo, propargilo u otro grupo hidrocarburo.

Por consiguiente, la invención proporciona una com-
posición útil para la regulación del crecimiento de las
plantas, que comprende, como ingrediente activo, un ácido
carboxílico dibásico total ó parcialmente esterificado que
20. tiene al menos dos átomos de carbono, en el cual como míni-
mo uno de los grupos esterificantes es un grupo alilo, 2-
-cloroalilo ó propargilo, siendo diferente al succinato de

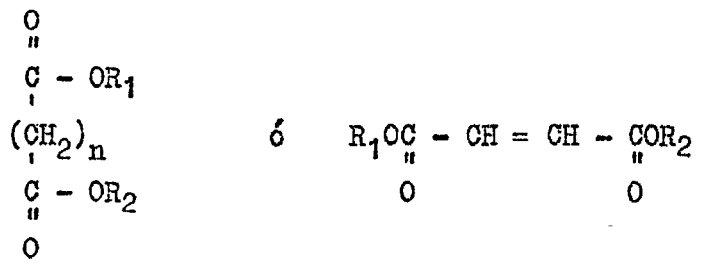


379712

propargilo, y un diluyente sólido o líquido que contiene un agente de superficie activa. Preferiblemente, por lo menos uno de los grupos esterificantes es un grupo alilo o propargilo. El ácido carboxílico dibásico es con preferencia un ácido carboxílico alifático.

5.

Mas especialmente, el ingrediente activo es un compuesto de fórmula:



en la que n puede ser 0 o un entero de 1 a 8 inclusive y en la que por lo menos uno de los grupos R₁ y R₂ es un grupo alilo ó propargilo, siendo el grupo restante un grupo alilo, propargilo u otro grupo hidrocarburo.

10.

Como compuestos preferidos como ingredientes activos en las composiciones según la invención se pueden mencionar a los siguientes:

15.

- succinato de dialilo
- adipato de dialilo
- hexilsuccinato de alilo
- fumarato de dialilo
- malato de dialilo

20.

- maleato de dialilo
- oxalato de dialilo
- metilsuccinato de alilo
- succinato de monoalilo
- propargilsuccinato de alilo

379712



- Las composiciones de acuerdo con la invención son útiles en matar o dañar el punto de crecimiento de los retoños de la planta a la cual se aplican, sin dañar prácticamente al resto de la planta. Estas composiciones pueden ser descritas ampliamente como agentes químicos de poda y son útiles, por ejemplo, cuando se desea detener el crecimiento apical y para estimular la producción de retoños laterales. Las composiciones pueden usarse, por ejemplo, para detener el crecimiento apical de plantas jóvenes de crisantemo y para lograr el desarrollo de un hábitus de crecimiento de tallo fuerte y matoso. Otros usos incluyen al control del crecimiento de setos vivos y de arbustos y del crecimiento de árboles próximos a los tendidos eléctricos. Las composiciones pueden emplearse para restringir el nuevo crecimiento de árboles frutales, tales como manzanos, perales y albaricoqueros. Empleos ulteriores incluyen la detención del crecimiento apical en plantas de te y cacao, estimulándose por ello el crecimiento lateral. El desarrollo lateral puede estimularse similarmente en las plantas ornamentales leñosas, por ejemplo, árboles de Navidad y plantas de azalea. Las composiciones pueden utilizarse para "desmochar" algodón con el objeto de evitar la retención de fruta que se amontona y/o que incrementa.
5. Cuando los retoños a tratar están maduros la muerte del punto de crecimiento es menos probable que sea seguida por el desarrollo de retoños laterales de brotes auxiliares. En circunstancias favorables, por consiguiente puede ser posible restringir el crecimiento de retoños de ciertas cosechas campestres a un nivel consonante con el rendimiento
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



máximo de la cosecha. Así, las composiciones podrían ser usadas para el control de "cernido" en la remolacha de azúcar y para incrementar el contenido en azúcar de la remolacha mediante la restricción del crecimiento del follaje.

5.

Las composiciones de la invención son más efectivas sobre plantas en las cuales el punto de crecimiento se encuentra expuesto y es más fácilmente accesible. En general, las composiciones son menos efectivas sobre las plantas que tienen un punto de crecimiento oculto, por ejemplo las grandes plantas de coles de Bruselas y la mayoría de las plantas monocotiledoneas.

10.

En algunas plantas, por ejemplo, tabaco, las composiciones son útiles en matar brotes axilares a partir de los cuales se desarrollan normalmente nuevos retoños indeseables ("hijos"), así como en matar el ápice de las plantas.

15.

Algunas de las composiciones de la invención son capaces de inducir el corte de peciolo del tallo de la planta a la cual se aplican. Las composiciones que tienen este tipo de actividad pueden utilizarse, por ejemplo, en la defoliación del algodón o en el desprendimiento de frutas (por ejemplo, cítricos) sobre su tronco con el fin de que puedan cosecharse mecánicamente de un modo más fácil.

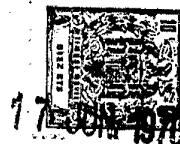
20.

La actividad reguladora del crecimiento de las plantas de las composiciones de la invención pueden realizarse o modificarse mediante la inclusión de ulteriores ingredientes activos en las composiciones. Tales ingredientes pueden incluir otras sustancias reguladoras del crecimiento de las plantas. Igualmente, pueden incluirse com-

25.

30.

379712



- puestos que son considerados normalmente como herbicidas, pero que realzan la actividad reguladora del crecimiento de las plantas cuando se presentan en pequeñas cantidades. Si se emplea un herbicida como un ingrediente activo adicional de la composición, aquél deberá usarse en una proporción bastante baja para evitar sustancialmente el daño de las plantas a las cuales se aplica la composición. En general, los herbicidas que actúan sobre el terreno son menos dañinos que los herbicidas de contacto. En circunstancias favorables, pueden incluirse en la composición hasta 5.000 ppm de un herbicida que actúe sobre el terreno, cuando la composición se prepara para su pulverización, mientras que en otros muchos casos, la cantidad de un herbicida de contacto incluido en la composición puede ser de 100 ppm o menos.

- Como herbicidas adecuados para su inclusión en las composiciones reguladoras del crecimiento de las plantas de la invención, pueden mencionarse, por ejemplo, N-fenil-carbamato de isopropilo (IPG), N-(3-clorofenil)-carbamato de isopropilo (CIPC), carbina, diuron, metoxuron, linuron, 6-(terc-butilamino)-4-etilamino-2-metiltio-1,3,5-triazina y 5-bromo-2-butiramido-tiazol. Los agentes adecuados para la regulación del crecimiento incluyen las giberelinas y cinetina. Las composiciones que contienen ácido giberélico pueden estimular el desarrollo lateral mediante la muerte de brotes apicales, mientras estimulan el desarrollo de brotes axilares.

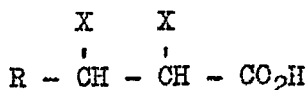
- Otros agentes reguladores del crecimiento de plantas, que pueden incluirse en las composiciones de la invención, comprenden aquellos compuestos que son activos como inhibi-

379712

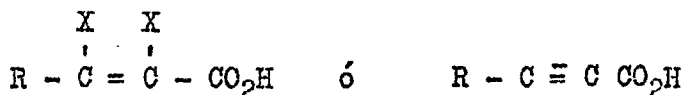


dores del crecimiento de brotes. Ejemplos de tales compuestos se describen en nuestras solicitudes copendientes británicas Nos. 9840/70 y 9841/70.

5. La primera de estas solicitudes describe los compuestos de fórmula:



en la que R es un grupo arilo y X es un átomo de halógeno, y sales, ésteres, amidas y nitrilos de los mismos. La segunda solicitud describe compuestos de fórmula:



10. en donde R es un grupo arilo y en donde uno de los dos grupos X e Y es un átomo de hidrógeno, siendo el grupo restante un átomo de halógeno o un grupo nitro, y sales, ésteres, amidas y nitrilos de los mismos. Como ejemplos particulares de los compuestos útiles como inhibidores de brotes, se pueden mencionar ácido $\alpha,4$ -diclorocinámico, 15. ácido α, β -dibromodihidrocinámico, ácido meta-cloro- α, β -dibromodihidrocinámico, ácido para-cloro- α, β -dibromodihidrocinámico y ácido 2,4-dicloro- α, β -dibromodihidrocinámico.

20. Otros compuestos útiles como inhibidores de brotes incluyen al grupo de compuestos conocidos en conjunto como morfactinas. Las morfactinas adecuadas incluyen 9-hidroxi-9-carboxifluoreno y su éster metílico; 9-carboxifluoreno y su éster metílico; y 2-cloro-9-hidroxi-9-metoxicarbonilfluoreno (clorofluorenol).

- 8 379712



Las composiciones que contienen compuestos que inhiben el crecimiento de brotes son útiles por ejemplo en restringir el crecimiento de graciolas.

- Las composiciones reguladoras del crecimiento de plantas de la invención no sólo incluyen a las composiciones que se encuentran listas para su aplicación a las plantas, sino también a los concentrados que requieren ser diluidos antes de su uso. Con preferencia, las composiciones contienen de 0,01 a 90 % en peso del ácido carboxílico dibásico esterificado usado como ingrediente activo. Las composiciones diluidas listas para su pulverización, contienen convenientemente de 0,15 a 2,0 % en peso del ácido carboxílico esterificado, mientras que las composiciones concentradas contienen convenientemente de 20 a 70 % en peso del ingrediente activo.
- 5.
 - 10.
 - 15.

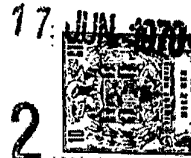
- Las composiciones sólidas según la invención comprenden una mezcla de un ingrediente activo con un diluyente sólido finamente dividido, que puede ser, por ejemplo, caolín, bentonita, kieselguhr o talco. Tales composiciones pueden estar en forma de un polvo dispersable, en el que el diluyente comprende un agente sólido de superficie activa que ayuda a la dispersión de la composición en líquidos.
- 20.

- Las composiciones líquidas según la invención pueden comprender una solución o dispersión de un ingrediente activo en agua que contenga un agente de superficie activa, o puede comprender una solución o dispersión de un ingrediente activo en un diluyente orgánico, que opcionalmente puede contener un agente de superficie activa.
- 25.

- Como agentes adecuados de superficie activa, útiles en las composiciones de acuerdo con la invención, pueden
- 30.



- mencionarse, por ejemplo, los productos de condensación de óxido de etileno con octilfenol, nonilfenol, monosulfato de sorbitán, alcohol oleílico, alcohol cetílico y polímero de óxido de propileno. Agentes adicionales de superficie activa adecuados incluyen a las sales de metales alcalinos y alcalinotérreos de ésteres de ácido sulfúrico y ácidos sulfónicos, tales como dinonil- y dioctilsulfosuccinatos de sodio y dodecylbencenosulfonato cálcico, y sales de metales alcalinos y alcalinotérreos del ácido lignosulfónico. Otros agentes de superficie activa adecuados incluyen N-óxidos de aminas terciarias, por ejemplo, los N-óxidos de aminas terciarias derivadas de alquilaminas primarias de 10 a 20 átomos de carbono por condensación con óxido de etileno.
5. La cantidad empleada de agente de superficie activa en las composiciones de la invención variará, pero con frecuencia es adecuada una cantidad de 0,05 a 0,1 % en peso. Para algunas aplicaciones, tales como cuando se utiliza la composición para matar el ápice de una planta, la actividad de la composición puede mejorarse incrementando la cantidad de agente de superficie activa hasta el 5 % en peso de la composición, e incluso más.
10. Una composición preferida de acuerdo con la invención comprende una dispersión del ingrediente activo en agua que contiene una composición humectante de la clase descrita en nuestra solicitud copendiente británica No. 672/67. Una composición particularmente preferida comprende una dispersión del ingrediente activo en agua que contiene una mezcla de nonanol y el condensado de óxido de etileno con p-nonilfenol vendido bajo el nombre de "Lissapol" NX
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



("Lissapol" es una marca registrada).

- Otras composiciones preferidas según la invención contienen agentes espesantes, por ejemplo, los derivados de celulosa vendidos bajo el nombre "Cellofas" ("Cellofas" es una marca registrada), que incrementan la viscosidad de la composición. Estos se incluyen en composiciones de spray cuando se prefiere localizar la acción de la pulverización o spray y, en tanto que sea posible, para evitar que la pulverización chorree por el tallo de la planta a la cual se aplica.
- 5.
- 10.

- El régimen de aplicación de los compuestos usados como ingredientes activos de las composiciones según la invención dependerá de varios factores, por ejemplo, de la especie de planta a tratar y del ingrediente activo particular seleccionado, pero en general, se prefiere una cantidad de 0,56 a 16,8 kg/ha, mientras que de modo especial se prefiere la de 1,12 a 5,60 kg/ha.
- 15.

- Quando el compuesto se aplica para matar selectivamente el punto de crecimiento o brotes axilares de plantas, puede goberbarse el límite superior del régimen de aplicación mediante la aparición de síntomas fitotóxicos a elevadas dosis.
- 20.

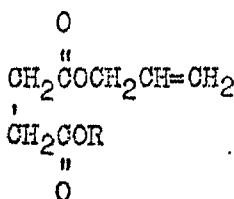
- A elevadas proporciones de aplicación foliar, los compuestos pueden ser utilizados como herbicidas. Los compuestos son más dañinos para las plantas cuando se aplican a las raíces y pueden utilizarse como herbicidas de pre-emergencia.
- 25.

En otro aspecto de la invención, se proporcionan nuevos compuestos químicos que tienen la fórmula:

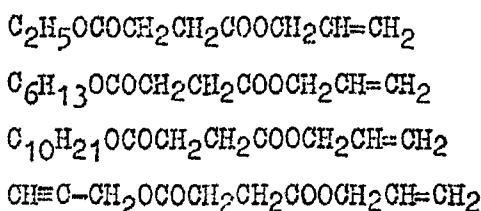
379712



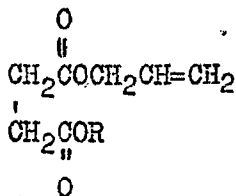
17 JUN 1947



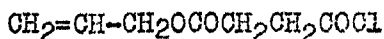
en la que R representa un grupo alquilo que tienen al menos 2 átomos de carbono o un grupo propargilo. Ejemplos de tales compuestos incluyen a los compuestos de las siguientes fórmulas:



5. En un aspecto adicional, la invención proporciona un procedimiento para la preparación de los compuestos químicos de fórmula:



10. en la que R representa un grupo alquilo, un grupo 2-cloroalilo o un grupo propargilo, que comprende hacer reaccionar anhídrido succínico con una proporción molar de alcohol alílico; convertir el semi-éster del ácido succínico resultante en un cloruro de ácido de fórmula:



por reacción con cloruro de tionilo o un equivalente químico del mismo; y hacer reaccionar el cloruro de ácido con

379712



un alcohol de fórmula ROH o con alcohol propargílico o alcohol 2-cloropropargílico.

La invención se ilustrará a continuación por medio de los siguientes ejemplos, en los cuales las temperaturas se expresan en grados centígrados. La abreviatura ppm se emplea por las palabras "partes por millón".

5.

EJEMPLO 1

Este ejemplo ilustra la inhibición del crecimiento apical de plantas de coles de Bruselas mediante el tratamiento con composiciones de acuerdo con la invención.

10.

Las plantas jóvenes de coles de Bruselas se trataron con una solución de metilsuccinato de alilo en acetona acuosa al 20 %, en una proporción equivalente a 5,60 kg/ha en 1.120 litros/ha de agua desionizada.

15.

Fueron tres tratamientos:

1. El producto químico se formuló junto con 0,05 % de "Lissapol" NX.

2. El producto químico se formuló con una solución al 0,05 % de una mezcla de nonanol y "Lissapol" NX en iguales proporciones en volumen.

20.

3. Las plantas se pulverizaron con 0,05 % de "Lissapol" NX en acetona acuosa al 20 %, para servir como control.

25.

El grado de inhibición de crecimiento apical se evaluó en una escala de 0 (ningún efecto) a 10 (ápice completamente muerto, aparentemente) en dos veces después de la pulverización. Los resultados son los siguientes:



tratamiento	evaluación media cuando las plantas se comprobaban después de	
	7 días	10 días
1	1,5	3,0
2	7,2	6,2
3	0	0

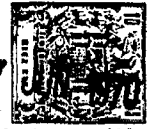
No se produjo ningún daño químico en ninguna parte de la planta excepto en el ápice. La pérdida del punto de crecimiento fue seguida por el crecimiento de brotes axilares previamente inactivos.

5. Estos resultados demuestran que el metilsuccinato de alilo es capaz de inhibir el crecimiento apical de caules de Bruselas. Puede observarse que los mejores resultados fueron obtenidos con el tratamiento No. 2 en donde el agente humectante contenía nonanol para ayudar al esparcimiento de la composición.
- 10.

EJEMPLO 2

Este ejemplo ilustra la inhibición de crecimiento apical en plantas de patata mediante tratamiento con las composiciones de acuerdo con la invención.

15. Se plantaron tubérculos de patata en tiestos de 15 cm sembrando abono No. 3 de John Innes. Cuando los retoños comenzaron a crecer, los mismos se redujeron para dejar en cada tiesto 2 ó 3 grandes tallos uniformes. Las plantas, en cada uno de 4 tiestos, se pulverizaron con emulsiones de maleato de dialilo a diversas concentraciones.
- 20.



379712

nes en agua. Cada formulación se preparó por disolución del peso apropiado de maleato de dialilo en 4 ml de acetona. Esta solución acetónica se vertió en una solución acuosa de "Lissapol" NX y nonanol en la relación de 6:4 preparada para que la concentración final del "Lissapol" NX/nonanol en la solución de pulverización fuera de 0,05%.

Las plantas de patata tratadas con formulaciones de maleato de dialilo y otras plantas sin tratar, fueron examinadas después de 10 días. Se evaluó el grado de mortandad del punto de crecimiento de cada retoño sobre una escala numérica de 0 (ápice sin dañar) a 10 (ápice completamente muerto). Los resultados fueron los siguientes:

		<u>Grado relativo de destrucción apical (evaluación media)</u>
15.	1. 1,0 % de maleato de dialilo en una mezcla acuosa al 0,05 % de Lissapol NX/nonanol 6:4.	8,9
	2. 0,5 % de maleato de dialilo en una mezcla acuosa al 0,05 % de Lissapol NX/nonanol 6:4	8,1
20.	3. 0,25 % de maleato de dialilo en una mezcla acuosa al 0,05 % de Lissapol NX/nonanol 6:4	10,0
	4. 0,1 % de maleato de dialilo en una mezcla acuosa al 0,05 % de Lissapol NX/nonanol 6:4	0,1
25.	5. Control, plantas sin tratar	0

No se presentó ningún daño en el follaje de las plantas tratadas excepto la muerte de las hojas muy jóvenes sin abrir en los ápices de los tallos asociados con

379712



los puntos de crecimiento de los retoños. Sobre estas plantas fué donde el ápice se destruyó selectivamente por tratamiento químico, estimulándose el crecimiento de retoños laterales.

5. EJEMPLO 3

Este ejemplo ilustra la inhibición de crecimiento apical en plantas de crisantemo mediante tratamiento con composiciones según la invención.

10. Se plantaron 5 cortes de crisantemo en cada uno de varios tiestos de 12,5 cm. Dos semanas más tarde, se pulverizaron dos tiestos con una solución al 0,5 % de metilsuccinato de alilo. La formulación se preparó por disolución de 100 mg de metilsuccinato de alilo en 2 ml de acetona. Se añadió 1 ml de agente humectante de Lissa
15. pol NX al 1 % a la solución de acetona y se completó el volumen a un total de 20 ml con agua desionizada.

Unos cuantos días después de la pulverización, los puntos de crecimiento sobre los cortes que fueron pulverizados con este preparado, se observaron para determinar
20. el marchitado y mortandad. No se presentó ningún daño en el resto del follaje el cual continuó siendo verde y espeso. Las plantas en los restantes tiestos sin tratar no fueron afectadas, continuando el crecimiento terminal. La eliminación de los ápices por tratamiento con el preparado
25. de metilsuccinato de alilo causó la estimulación de crecimiento de brotes axilares. Su desarrollo fué normal y se formaron plantas copudas llevando cada una de ellas diversas flores. En comparación, las plantas de los tiestos sin tratar eran altas y dispersas y cada una de ellas sólo
30. lamente portaba una única flor.



379712

EJEMPLO 4

Este ejemplo ilustra la inhibición de crecimiento apical de plantas de guisantes mediante el tratamiento con composiciones de acuerdo con la invención.

5. Plantas de guisantes "Meteor", creciendo en abono de John Innes en tiestos de 10 cm (4 plantas por tiesto) se pulverizaron, cuando tenían 6 mm de altura aproximadamente, con una formulación acuosa de metilsuccinato de alilo en una proporción de 1.120 litros/ha.

10. La formulación de pulverización se preparó por di solución de la cantidad apropiada de metilsuccinato de alilo en acetona (4 ml) y completando a un volúmen de 19 ml con agua desionizada. A continuación se añadió 1 ml de una solución al 1 % de un agente humectante que comprendía una mezcla de Lissapol NX y nonanol en la relación de 60:40.

Transcurridos 40 días de la pulverización, se comparó el número de retoños laterales en las plantas tratadas con el número existente en las plantas sin tratar.

20. También se midieron las alturas de las plantas. Los resultados se indican en la siguiente tabla.

Régimen de aplicación del compuesto químico (kg/ha)	Altura media de la planta (mm)	Desarrollo medio de retoños laterales (escala 0-10)
11,2	114	2,8
2,80	133	1,7
1,12	155	0
0 (control)	175	0

379712



En la mayor parte de las plantas no se inhibió completamente el crecimiento apical, pero los resultados de la tabla anterior demuestran que las plantas tratadas son más cortas que las plantas sin tratar y que el desarrollo de retoños laterales es superior en las plantas tratadas.

5.

EJEMPLO 5

Este ejemplo ilustra el uso de succinato de dialilo y adipato de dialilo, en elevada concentración, como herbicidas.

10.

Se preparó una emulsión acuosa de succinato de dialilo al 0,05 % mediante disolución de 100 mg del producto químico en 5 ml de acetona, se añadió 1 ml de "Lissapol" NX al 1 % y el volumen total se llevó a 200 ml mediante agua desionizada. El preparado se aplicó a las raíces de plantas de tomate y de coles de Bruselas que crecían en tiestos conteniendo arena y abono plantado. Diez días después del tratamiento, se encontró que las bases de los tallos y peciolo de las plantas experimentales se habían malogrado causando la muerte de las plantas.

15.

20.

Se preparó una emulsión acuosa de adipato de dialilo al 0,5 % por disolución de 100 mg del producto químico en 5 ml de acetona. Se añadió 1 ml de "Lissapol" NX al 1 % y el volumen total se llevó a 200 ml por adición de agua desionizada. El preparado se pulverizó sobre plantas jóvenes de tomate y coles de Bruselas que crecían en tiestos conteniendo arena y abono de siembra. Diez días después del tratamiento, se encontró que las bases de los tallos y peciolo de las plantas experimentales se habían malogrado causando la muerte de las plantas.

25.

30.

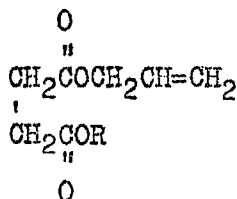
379712



1970

EJEMPLO 6

Este ejemplo ilustra la preparación de diésteres de ácido succínico que tienen la fórmula:



en la que R representa un grupo alquilo con 2 ó más átomos de carbono.

5.

Se calentaron a reflujo, en un baño de vapor de agua, durante 1 hora y 20 minutos, anhídrido succínico (100 g. 1,0 M) y alcohol alílico (69,6 g. 1,2 M). El exceso de alcohol alílico se evaporó y el residuo se recristalizó a baja temperatura en petróleo (p.e. 80-100°) para dar succinato de monoalilo (79,0 g) de p.f. 0,5°C.

10.

El succinato de monoalilo (79,0 g. 0,5 M) se calentó a 35°C con cloruro de tionilo (119 g. 1,0 M) durante 3 horas. El exceso de cloruro de tionilo se evaporó y el residuo se destiló para dar cloruro de monoalilsuccinoilo (78,0 g) de p.e. 51-53° a 0,15 mm.

15.

Al cloruro de monoalil-succinoilo así obtenido (1,0 M), se añadió lentamente a 0°C, una cantidad equimolar de un alcohol (ROH). La temperatura se dejó subir hasta la ambiente en un período de 2 horas. Se separó a presión reducida el cloruro de hidrógeno y el residuo se destiló para dar el alquilsuccinato de alilo en un rendimiento del 60 % aproximadamente. A continuación se indican los compuestos así preparados:

20.

-379712



1970

R	p.e. ó p.f.	índice de refracción (n _D ²⁵)
C ₂ H ₅	49-51°/0,1 mm.	1,4325
C ₆ H ₁₃	114-116°/0,3 mm.	1,4400
C ₁₀ H ₂₁	135-137°/0,2 mm.	1,4450
C ₁₆ H ₃₃	p.f. 65°	
CH ₂ =CCL-CH ₂	80°/0,5 mm.	1,4628

EJEMPLO 7

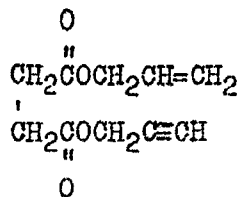
Este ejemplo ilustra un concentrado emulsionable de acuerdo con la invención, que comprende los siguientes ingredientes:

<u>Componente</u>	<u>% en peso</u>
Maleato de dialilo	50
"Lubrol" L ("Lubrol" es una marca registrada)	5
Emulsionador SE	5
"Aromasol" H ("Aromasol" es una marca registrada)	hasta 100

5. Esta composición es adecuada para ser mezclada con agua y proporcionar una composición diluida para pulverización. Preferiblemente, la solución diluida se mezcla con 0,05 a 1 % en volumen de un agente humectante adicional que comprende una mezcla de "Lissapol" NX ("Lissapol" es una marca registrada) y nonanol en una proporción en volumen de 60:40.
- 10.

EJEMPLO 8

Este ejemplo ilustra la preparación de propargil-succinato de alilo, que tiene la fórmula:



379712



- Se siguió el procedimiento del ejemplo 6 excepto que se utilizó alcohol propargílico en lugar del alcohol ROH. El propargilsuccinato de alilo así obtenido tenía un p.e. de 75-78°/0,15 mm y un índice de refracción (n_D²⁴) de 1,4576.
- 5.

EJEMPLO 9

- Este ejemplo ilustra inter alia, la aceleración del corte de peciolo deshojados de plantas Coleus mediante aplicación de los compuestos usados como ingredientes activos de las composiciones de la invención.
- 10.

- Se hicieron crecer plantas Coleus en tiestos de 75 mm de abono hasta una altura de aproximadamente 15 cm. A continuación se separaron algunas hojas dejando tronchos de peciolo (con una longitud de 12,7 a 19,05 mm aproximadamente) unidos al tallo principal.
- 15.

- Las plantas se pulverizaron entonces con soluciones o emulsiones acuosas de los compuestos indicados en la tabla siguiente, conteniendo las soluciones 0,05 % de Lissapol NX. El régimen de aplicación fué de 5,60 kg/ha. Transcurridos 6 días aproximadamente del tratamiento, se evaluó el número de peciolo deshojados que habían caído de los tallos de las plantas tratadas y sin tratar. Los resultados se muestran en la tabla siguiente. Las cifras representan la media para grupos de varias plantas.
- 20.

- 21 -
379712



JUN. 1970

Compuesto de tratamiento	Número medio de peciolo cortados en las plantas tratadas	Número medio de peciolo cortados en las plantas de control (sin tratar)
Succinato de monoalilo	2,25	0,75
Succinato de dialilo	4,75	1,75
Metilsuccinato de alilo	1,67	0,75
Etilsuccinato de alilo		
Hexilsuccinato de alilo	7	5
Decilsuccinato de alilo	5	0
Malato de dialilo	8	2

El maleato de dialilo y el succinato de dialilo demostraron causar el corte de las hojas inferiores de plantas de tabaco cuando se pulverizaron en una concentración de 0,8 % p/v en una solución que contenía 0,75 % p/v de Lissapol NX. Cuando las plantas de acebo maduras se pulverizaron con una composición acuosa que contenía 2 % de succinato de dialilo, tuvo lugar una considerable defoliación después de un lapsus de 3 a 4 días.

En cada uno de los experimentos anteriores, la defoliación o la desunión del peciolo deshojado tubo lugar como resultado de la formación de un verdadero corte y no debido a una mera descomposición de la base del peciolo.

EJEMPLO 10

Este ejemplo ilustra la influencia de concentración humectante sobre el grado de mortandad apical mediante la aplicación por pulverización de una composición acuosa que

- 22 -
379712



contiene succinato de dialilo a plantas de crisantemo.

La mortandad apical se evaluó sobre una escala de 0 a 10, representando 0 ningún daño y 10 la muerte completa. Los agentes humectantes usados fueron un surfactante vendido

5. bajo el nombre de "Lissapol" NX ("Lissapol" es una marca registrada) y que comprende un condensado de p-nonilfenol con 7 a 8 proporciones molares de óxido de etileno. Las cifras dadas en la tabla siguiente son la media de los resultados del tratamiento de 5 plantas.

Concentración en % de Lissapol NX (v/v)	Concentración en % de succinato de dialilo (p/v)			
	0,3	0,25	0,2	0,15
5	10,0	8,8	8,4	3,6
1	10,0	6,4	4,8	0,8
0,5	9,4	6,6	5,4	0,2
0,05	4,2	2,0	1,8	0

15. EJEMPLO 11

Este ejemplo ilustra la mortandad de los ápices de plantas de crisantemo (variedad Princess Anne) por aplicación de succinato de dialilo mezclado con cloroprofan.

20. Los productos químicos se disolvieron en 4 ml de acetona, formándose un volumen de 19 ml con agua desionizada y se añadió a continuación 1 ml de Lissapol NX al 1%. La solución así obtenida se pulverizó sobre plantas de crisantemo que crecían en tiestos. Las plantas se pulverizaron hasta gotear. El grado de mortandad apical se evaluó
25. sobre una escala de 0 a 10, representando 10 una mortandad apical completa.



379712

Los tratamientos fueron los siguientes:

Tratamiento No.	Concentración de cloroprofam (ppm)	Concentración de succinato de dialilo (ppm)
1	2000	2000
2	1500	1500
3	1000	1000
4	1000	2000
5	750	1500
6	500	1000
7	0	2000
8	0	1500
9	0	1000

El grado de mortandad apical se evaluó 26 días después de la pulverización de las plantas, con los siguientes resultados:

Tratamiento No.	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Mortandad apical	6,0	6,0	8,0	10,0	6,0	0	0	0	0

5. El cloroprofam es inactivo cuando se pulveriza solo sobre plantas de crisantemo: Sin embargo, puede observarse a partir de los resultados anteriores, que las mezclas con succinato de dialilo tienen un efecto mucho más superior que el succinato de dialilo solo.

10. EJEMPLO 12

Siguiendo el procedimiento del ejemplo 11, se examinó el efecto de mezclar otros herbicidas con succinato



379712

de dialilo. Después de 9 días de la pulverización se evaluó el grado de mortandad apical.

Herbicida	Concentración (ppm)	Grado de mortandad apical
Carbyne	50	7,4
Prebane [®]	100	9,6
Prebane	50	9,2
Linuron	100	10,0
Linuron	50	9,6
5-bromo-2-butiramido tiazol	50	7,2
Control (Succinato de dialilo solo)	-	6,6

El nombre químico para Prebane es 6-(terc-butilamino)-4-etilamino-2-metiltio-1,3,5-triazina.

5. En cada ensayo, la concentración del succinato de dialilo en la composición de pulverización fue de 2.000 ppm. En cada caso, se obtuvo una mortandad apical mejorada, en comparación con la mortandad obtenida con succinato de dialilo solo.

10. EJEMPLO 13

Este ejemplo ilustra el control de "hijos" en plantas de tabaco por aplicaciones por pulverización de mezclas de maleato de dialilo con cloroprotham y carbyne. Las plantas se desarrollaron a la interperie y se trataron en flor. La concentración de maleato de dialilo en la pulverización fue del 0,2 % en cada ensayo.

379712



Tratamiento	Control en % de "hijos"
Maleato de dialilo solo (control)	60
Maleato de dialilo mas carbyne 0,1 %	80
Maleato de dialilo mas carbyne 0,2 %	100
Maleato de dialilo mas cloroprofam 0,1%	80
Maleato de dialilo mas cloroprofam 0,2%	90

EJEMPLO 14

Este ejemplo ilustra la mortandad de los brotes apicales de plantas de crisantemo mediante aplicación por aplicación por pulverización de mezclas de maleato de dialilo y ácido giberélico. La mortandad apical se evaluó sobre una escala de 0 a 10, representando 10 una muerte completa.

Maleato de dialilo (ppm)	Acido giberélico (ppm)	Mortandad apical
2000	5	10
2000	25	10
2000	100	10
2000	250	10
2000	0(control)	0

Las determinaciones se efectuaron 5 días después de la pulverización.

10. EJEMPLO 15

Este ejemplo ilustra la mortandad de los brotes api

- 26 -
379712



cales de plantas de crisantemo mediante aplicación por pulverización de maleato de dialilo y cinetina. Se efectuaron 10 réplicas por cada planta. La mortandad apical se evaluó 5 días después de la pulverización, sobre una escala de 0 a 10 como en el ejemplo 14.

Maleato de dialilo (ppm)	Kinetin (ppm)	Mortandad apical
2000	50	10
2000	100	10
2000	200	10
1500	50	10
1500	100	10
1500	200	10
2000	0	0
1500	0	0

EJEMPLO 16

Este ejemplo ilustra la mortandad de brotes apicales en plantas de crisantemo mediante varios ácidos carboxílicos dibásicos esterificados aplicados en forma de pulverización. La concentración de los ácidos esterificados en la pulverización fué de 10.000 ppm y la pulverización contenía 2 % de Lissapol NX como agente de superficie activa. Se realizaron 5 réplicas para cada planta. La mortandad apical se evaluó como en el ejemplo 15.

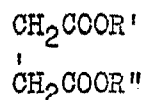
15.



Compuesto	Mortandad apical
Metilsuccinato de alilo	9,6
Maleato de moncalilo	2,2
Tartrato de dialilo	0,4
Tereftalato de dialilo	5,2
Isoftalato de dialilo	1,6

EJEMPLO 17

Este ejemplo ilustra la mortandad de brotes apicales en plantas de coles de Bruselas, de crisantemo y de patata mediante aplicaciones por pulverización de varios ácidos carboxílicos dibásicos esterificados. Los compuestos se presentaron en la pulverización en una concentración de 0,5 % y la pulverización contenía 0,05 % de Lissa pol NX. El grado de mortandad apical se evaluó para las plantas de crisantemo y de patata sobre una escala de 0 a 10, representando 10 una mortandad completa. Los resultados para las plantas de coles de Bruselas se muestran en la siguiente tabla en forma de signos + y -. Un signo + indica que el compuesto causó la muerte apical, mientras un signo - indica que el compuesto fué inactivo. La siguiente tabla proporciona los resultados para una serie de ésteres succínicos de fórmula:

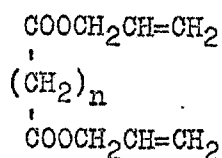




379712

Compuesto		Planta a ensayar		
R'	R''	Coles de Bruselas	Crisantemo	Patata
-CH ₂ CH=CH ₂	-CH ₂ CH=CH ₂	+	10	10
-CH ₂ CH=CH ₂	H	-	0	5
-CH ₂ CH=CH ₂	CH ₃	+	0	0
-CH ₂ CH=CH ₂	C ₂ H ₅	+	5	7,5
-CH ₂ CH=CH ₂	C ₅ H ₁₃	-	0	6,5
-CH ₂ CH=CH ₂	C ₁₀ H ₂₁	+	0	0
-CH ₂ CH=CH ₂	C ₁₆ H ₃₃	-	1,5	0

La siguiente tabla proporciona los resultados de los ensayos realizados con ésteres de fórmula:



Compuesto (valor en)	Planta a ensayar		
	Coles de Bruselas	Crisantemo	Patata
0	+	10	10
1	-	5	9
3	+	5	5,5
4	±	7,5	7
5	+	10	10
6	+	10	10
7	+	10	7,5
8	+	0	0

± Planta muerta



379712

La siguiente tabla proporciona los resultados de los ensayos realizados con otros ésteres alílicos.

Compuesto	Planta a ensayar		
	Coles de Bruselas	Crisantemo	Pateta
Maleato de dialilo	+	7	9
Fumarato de dialilo	+	2,5	7
Malato de dialilo	+	8,25	
Diglicolato de dialilo	+	3,5	
Propargilsuccinato de alilo	-	0	10
2-Cloroalilsuccinato de alilo	-	≈ 4,5	
* Aplicado con 10.000 ppm de agente de superficie activo.			

EJEMPLO 18

- Este ejemplo ilustra la mortandad de brotes apicales y la inhibición de crecimiento de brotes laterales en plantas de crisantemo mediante aplicación por pulverización de succinato de dialilo mezclado con ácido α ,4-diclorocinámico. La pulverización contenía 2.000 ppm de succinato de dialilo y 1 % de Lissapol NX. Se obtuvo una muerte completa de todas las plantas. El grado en % de inhibición de brotes laterales a diversas concentraciones de pulverización del ácido α ,4-diclorocinámico fué como sigue:
- 5.
 - 10.



JUN. 1970

379712

Concentración de α ,4-ácido diclorocinámico (ppm)	% de inhibición de brotes
5.000	100
3.000	97
1.000	70
100	18

Se efectuaron 5 réplicas por planta en cada una de las proporciones de aplicación. Las determinaciones se realizaron 5 días después de la pulverización.

EJEMPLO 19

5. Este ejemplo ilustra la mortandad de brotes apicales en plantas de crisantemo por aplicación de succinato de dialilo como una pulverización que contenía varios agentes de superficie activa. La determinación de la mortandad apical se efectuó 2 días después de la pulverización, sobre una escala de 0 a 10, representando 10 una muerte completa.
- 10.

Agente de superficie activa	Régimen de aplicación (ppm)	Régimen de aplicación de succinato de dialilo (ppm)	Grado de mortandad apical
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}_{14}\text{H}_{29}\text{N} \rightarrow \text{O.HCl} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	1000	1500	9,8
	1500	1500	10,0
	2000	1500	10,0
$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{N} \rightarrow \text{O.HCl} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	1000	1500	9,2
	1500	1500	10,0
	2000	1500	10,0

379712



Agente de superficie activa	Régimen de aplicación (ppm)	Régimen de aplicación de succinato de dialilo (ppm)	Grado de mortandad apical
$\begin{matrix} & & (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_x\text{H} \\ & \nearrow & \\ \text{H} & & \\ \text{C}_{10}\text{H}_{21}\text{N} & & \\ & \searrow & \\ & & (\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_y\text{H} \end{matrix}$	1000	1500	10,0
	1500	1500	9,8
	2000	1500	10,0
	0	2500	5,2

$x + y = 4$

- NOTA -

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

- 5. cadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Inglaterra, con fecha 16 de mayo de 1969, bajo el número 25114/69, acciéndose por lo tanto
- 10. a los 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, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPOSICIONES REGULADORAS DEL CRECIMIENTO DE PLANTAS; caracterizándose por lo siguiente:
- 15.

1ª.- Procedimiento para la preparación de composiciones reguladoras del crecimiento de plantas, caracterizado porque comprende mezclar, como ingrediente activo, un ácido carboxílico dibásico, total o parcialmente esterificado, que tiene por lo menos 2 átomos de carbono, y en el que como

20.



- 32
379712

mínimo uno de los grupos esterificantes es un grupo ali-
lo, 2-cloroalilo o propargilo, y que es diferente al suc-
cinato de dipropargilo, con un diluyente sólido o con un
diluyente líquido que contiene un agente de superficie ac-
tiva.

5.

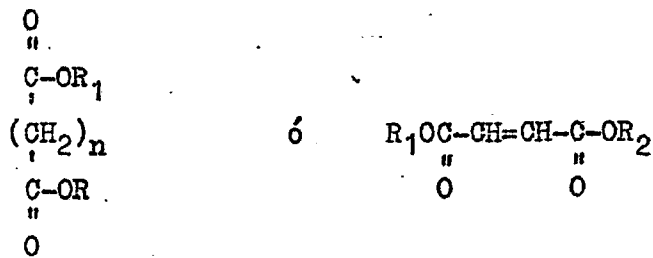
2^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, ca-
racterizado porque como ácido carboxílico dibásico, se
mezcla uno, como el ya definido, en el que al menos uno
de los grupos esterificantes es un grupo alilo o propar-
gilo.

10.

3^a.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2,
caracterizado porque como ácido carboxílico dibásico se mez-
cla un ácido carboxílico alifático.

15.

4^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivin-
dicaciones anteriores, caracterizado porque como ingredien-
te activo se mezcla un compuesto de fórmula:



en la que n puede ser 0 o un entero de 1 a 8 inclusive y
en la que por lo menos uno de los grupos R₁ y R₂ es un
grupo alilo o propargilo, siendo el grupo restante un gru-

20.

po alilo, propargilo u otro grupo hidrocarburo.

5^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivin-
dicaciones anteriores, caracterizado porque como ingredien-
te activo se mezcla succinato de dialilo.

6^a.- Procedimiento según cualquiera de las reivindi



caciones 1 a 4, caracterizado porque como ingrediente activo se mezcla maleato de dialilo.

5. 7ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque como diluyente se mezcla uno en estado sólido pulverulento.

8ª.- Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque el diluyente comprende además un agente de superficie activa.

10. 9ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el ingrediente activo de ácido carboxílico dibásico esterificado se mezcla en una cantidad del orden del 0,01 al 90 % en peso de la composición.

15. 10ª.- Procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado porque el ingrediente activo se mezcla en una cantidad del 0,15 al 0,1 % en peso de la composición.

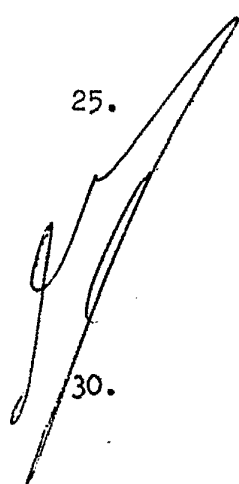
11ª.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el ingrediente activo se mezcla en una cantidad del 20 al 70 % en peso de la composición.

20. 12ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque además se mezcla un agente adicional regulador del crecimiento de plantas elegido entre giberelina, una morfactina, cinetina y un inhibidor de brotes.

25. 13ª.- Procedimiento según la reivindicación 12, caracterizado porque se mezcla ácido giberélico.

14ª.- Procedimiento según la reivindicación 13, caracterizado porque se mezcla succinato de dialilo.

30. 15ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque se mezcla además un





- 34 379712

herbicida en una cantidad suficiente para realizar la actividad reguladora del crecimiento de plantas de la composición pero insuficiente sustancialmente para dañar a las plantas a las cuales se aplica la composición.

5. 16ª.- Procedimiento según la reivindicación 15, es caracterizado porque como herbicida se mezcla un carbamato, una urea, una triazina o una amida.

10. 17ª.- Procedimiento según la reivindicación 11 ó 12, caracterizado porque se mezcla cloroprofan y succinato de dialilo.

18ª.- Procedimiento para la preparación de composiciones reguladoras del crecimiento de plantas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

15. Esta Memoria consta de 34 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 17 JUN 1970

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

J. GOMEZ ACEBO Y MODEY
p. Firmado: F. Hernández Rula

POOR QUALITY