

405308



405308

Int. Cl.²: A 01 N

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una.

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: Kumiai Chemical Industry Co., Ltd., de nacionalidad japonesa.

RESIDENCIA: N^o6-2, 2-chome, Ote-machi, Chiyoda-ku, Tokyo

JAPON

ENUNCIADO: "PROCESO DE PRODUCCION DE COMPOSICION

MICROBICIDA"

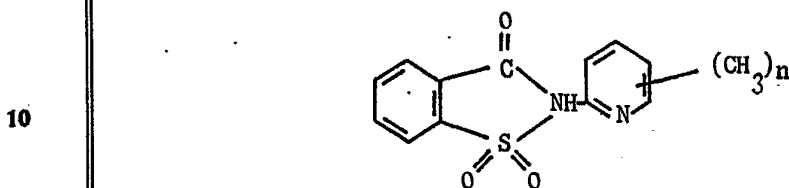
INVENTORES: Seigo Kawada, Isao Chiyomaru y Kiyoshi Takita, que ceden sus derechos a la empresa solicitante.

Prioridad: Patente japonesa n.º 57396/1971 del 30 de Julio 1971



1 La presente memoria descriptiva tiene como fin la declara-
ción del objeto sobre el que ha de recaer el privilegio de explotación in-
dustrial y comercial, exclusivo en el territorio nacional, de una Patente
de Invención que, como el enunciado indica, se trata de "PROCESO DE PRO-
5 DUCCIÓN DE COMPOSICION MICROBICIDA".

El invento suministra una composición microbicida contien-
do un compuesto que tiene la fórmula:



en donde n representa 0, 1 o 2, como un ingrediente activo con escipiente
o disolvente apropiado.

15 Este invento se refiere a una composición microbicida que
tiene actividad biocida para varios tipos de microorganismos, que es espe-
cialmente efectiva para inhibir el Blasto (Cuello podrido) (Piricularia
Oryzae Cavara) y epidemias bacterianas de la hoja (Xanthomonas oryzae) y
Chancro (Phytophthora citri) y es también efectivo para inhibir phycomycetes
tales como Rhizopus, Ascomycetes como Penicillium, y Fungi Imperfecti co-
20 mo Trichoderma, germinados en productos de comida, papel, fibra, cuero o
madera.

Se han estado usando compuestos orgánicos de mercurio, com-
puestos orgánicos de arsénico, compuestos orgánicos de cloro, antibióticos,
y compuestos orgánicos de fósforo como agentes para inhibir las enfermeda-
25 des del arroz.

Los compuestos que tienen un metal pesado tienen alta toxi-
cidad para los animales y los humanos, al tiempo de aplicación, y también
se absorben en el cuerpo humano junto con el arroz, etc., para acumular
de esta manera una toxicidad crónica. Simples compuestos orgánicos de clo-
30 ro tienen alta toxicidad para los caparzones de mariscos y plantas y algu



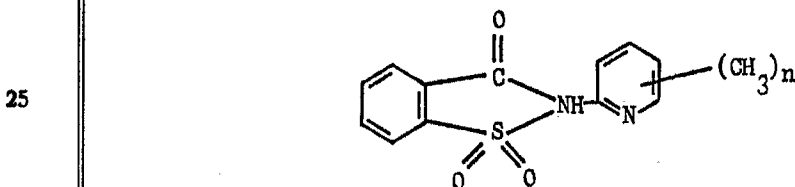
1 nos compuestos orgánicos de cloro suministran efectos desventajosos a una
planta plantada posteriormente, por los materiales descompuestos metabóli-
cos de los compuestos orgánicos de cloro.

De acuerdo con esto, la aplicación de determinados compues-
5 tos orgánicos de cloro ha sido prohibida.

Con el fin de superar la anterior mencionada dificultad,
nuestros inventores han sintetizado diversos derivados de 2,3-dihidro-3-
oxiobenzisulfonazol (sacarina) el cual es obtenible comercialmente como
aditivo de comida a un bajo precio, y se han estudiado pruebas de activi-
10 dad fisiológica.

Como resultado, hemos encontrado que los compuestos que
tienen la siguiente fórmula han sido notablemente activos para diferentes
microorganismos y notablemente efectivos para inhibir el Blasto y las epide-
mias bacterianas de la hoja en comparación con el 2,3-dihidro-3-oxiobenzi-
15 sulfonazol y otros derivados de él, y los compuestos pueden ser usados
en vez de los microbicidas convencionales; además, los compuestos, usados
como ingredientes activos, tienen alta permeabilidad a las plantas, de ma-
nera que los compuestos son efectivos para inhibir el Blasto y las enfer-
medades o epidemias bacterianas de las hojas, inclusive cuando los componen-
20 tes son aplicados al suelo o superficie del agua.

Las composiciones microbicidas de este invento comprenden
un compuesto que tiene la fórmula:



en donde n representa 0, 1 o 2, como un ingrediente activo, y un aditivo
seleccionado del grupo compuesto por disolventes, diluentes y agentes ten-
sio-activos.

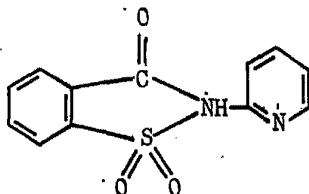
30 Los compuestos típicos usados como ingredientes activos de



1 este invento pueden ser los siguientes compuestos (los numerales de referencia de los compuestos serán referidos en la siguiente descripción):

Compuesto (1): Sacarinato de Piridina.

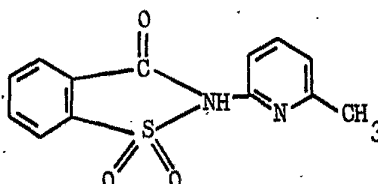
5



cristal laminado blanco; punto de fusión 132-133'5° C.

Compuesto (2): Sacarinato α -Picolínico.

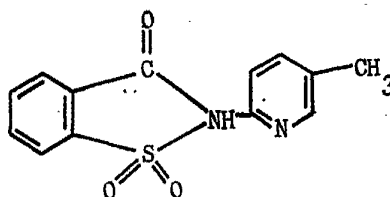
10



cristal en forma de agujas blancas; punto de fusión 122-123° C.

Compuesto (3): Sacarinato β -Picolínico.

15

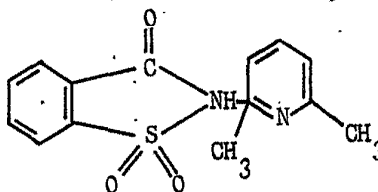


20

cristal prismático blanco; punto de fusión 147-148'5° C.

Compuesto (4): Sacarinato de 2,6-lutidina.

25



cristal prismático blanco; punto de fusión 159-161° C.

Estos compuestos pueden ser fácilmente preparados reaccionando 2,3-dihidro-3-oxibenzisulfonazol con la correspondiente base de piridina en un disolvente orgánico tal como el metanol, etanol, acetona, benceno, etc.

30

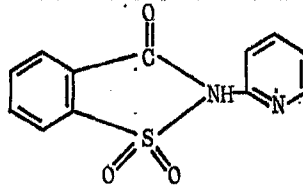


1

Se ilustra a continuación un ejemplo de la preparación del ingrediente activo.

Preparación de sacarinato de piridina.

5



18'3 gramos (0'1 moles) de 2,3-dihidro-3-oxiobenzisulfunazol fueron disueltos en 150 ml. de acetona en medio de ambiente caliente.

10

El producto fue hecho circular durante dos horas y después enfriado, y los cristales fueron separados filtrándolos y lavándolos con acetona. Los cristales fueron recristalizados de la acetona para obtener 21'2 gramos de cristal blanco, en placas.

15

El rendimiento fue del 81 % y el punto de fusión fue 132-133'5° C.

20

Con el fin de usar los ingredientes activos actuando como microbicidas, el ingrediente activo está unido a un aditivo tal como un diluyente, disolvente, ó un agente tensio-activo, para formar una composición en forma de emulsión, polvo humectable, polvo, granulos o aerosol tal como sigue:

25

a) El ingrediente activo es disuelto en un disolvente tal como el benceno, tolueno, xileno u otros disolventes del tipo petróleo, diferentes alcoholes, cetonas, dimetilformamida, dimetilsulfoxido y exano y mezclas de ellos, y agentes tensio-activos del tipo aniónico o iniónico, etc.; es uniformemente mezclado con la solución solvente y la mezcla es emulsionada.

30

b) El ingrediente activo es absorbido en polvo fino de sílice, tierra de diatomeas, etc., y un agente humectante o dispersante tal como un agente tensio-activo, aniónico o iniónico, o alcohol polivinílico, almidón, goma arábica, etc.; es uniformemente mezclado para formar un pol-



1 vo el cual es aplicado después de diluirlo con una cantidad apropiada de
agua.

5 c) El ingrediente activo es mezclado uniformemente con uno
o más de un excipiente sólido, tal como polvo fino de minerales (tales
como talco, arcilla, pirofilita, cal apagada, carbonato de calcio, etc.),
para formar una composición de polvo la cual es pulverizada.

10 También es posible formar una composición de granulados
añadiendo bentonita, arcilla, talco, carbonato de calcio, etc., con el in-
grediente activo y añadiendo además, un aglutinante tal como el sulfonato
alkilbenceno de sodio, alcohol polivinílico, sulfonato de lignina de sodio,
etc., y amasando la mezcla con agua y extruyéndola para formar gránulos
y secándolos.

15 Es posible absorber el ingrediente activo si es necesario,
disolviéndolo en un disolvente tal como la dimetilformamida a tierra de
diatomeas granular, o vermiculita, o granulos preparados amasando una mez-
cla de polvo fino de minerales tales como la bentonita, talco, tierra de
diatomeas, arcilla, carbonato de calcio, etc., y un aglutinante tal como
sulfonato alkilbenceno de sodio, alcohol de polivinilo, sulfonato de ligni-
na de sodio, etc., con agua, y extruyendo para formar gránulos y desecándo-
los.

20 La composición granular puede ser usada esparciéndola a ma-
no, o empleando un aparato esparcidor o un helicóptero.

25 Con el fin de usar el ingrediente activo como un microbici-
da para uso industrial, animal y dietético, el ingrediente activo puede
ser mezclado con agua, comida animal, almidón, etc.

Una cantidad del ingrediente activo de la composición mi-
crobicida es preferiblemente 0'1 % - 80 % especialmente 1 % -60 % y la
composición puede ser usada diluyéndola preferiblemente 0'01 - 10 % para
aplicación en agricultura.

30 Cuando el ingrediente activo es usado para uso industrial,



1 animal o dietético, la cantidad de ingrediente activo puede ser seleccionada dependiendo de la condición de aplicación.

Lo siguiente es ilustrativo de la composición microbicida de este invento.

5 Se debe entender que las clases de los ingredientes activos e inactivos y la concentración en los ingredientes activos no están limitadas y pueden ser modificadas en una amplia gama. En los ejemplos, el término de "parte" designa partes por peso.

Ejemplo 1: Polvo humectable

10 50 partes del compuesto (1) (sacarinato de piridina) fueron mezcladas con 4 partes de un agente humectante "Sorbol" (fabricado por la TOHO CHEMICAL INDUSTRY COMPANY LIMITED), y 46 partes de tierra de diatomeas bajo molienda, para obtener un polvo humectable conteniendo 50 % del ingrediente activo.

15 La composición puede ser usada después de disolverla con agua en una concentración apropiada.

Ejemplo 2: Polvo

20 3 partes del compuesto (3) (sacarinato β -picolínico) fueron mezcladas con 97 partes de arcilla, moliéndolo para obtener un polvo que contiene el ingrediente activo. La composición puede ser usada pulverizándola sin diluirla.

Ejemplo 3: Gránulos

25 20 partes del compuesto (2) (sacarinato α -picolínico) fueron mezcladas con 2 partes de sulfonato dodecibenceno de sodio (agente tensio-activo) y 78 partes de tierra de diatomeas, bajo molienda, y se añadieron a la mezcla 25 partes de agua, amasándola y extruyéndola en un aparato extrusor de gránulos para formar gránulos que fueron secados y cribados.

La composición puede ser usada esparciéndola.

30 El ingrediente activo de este invento puede ser mezclado con



1 otro ingrediente activo, por ejemplo, un compuesto orgánico de fósforo
apropiado, compuesto de carbamato o compuesto orgánico de arsénico para
hacer la composición.

5 Se ilustran a continuación determinados resultados de prue-
bas experimentales de efectos microbicidas excelentes de la composición
de este invento.

Experimento 1

Prueba para inhibir Blasto (piricularia oryzae cavara).

10 En cada bote de cerámica sin cristalizar que tiene 9 cm. de
diámetro, fueron plantadas 20 piezas de plantas de vivero de arroz con 4-5
hojas (Aichiasahi) y los potes fueron puestos en una mesa giratoria y se
preparó una dispersión acuosa del polvo humectable de este invento de acuen
do con el ejemplo 1, que fue esparcida por una pistola pulverizadora con
una presión de esparcimiento de 1¹⁰ kg. por cm², a razón de 30 ml. por ma-
ceta.

15 Una solución conteniendo esporas de Blasto (enfermedad del
arroz: cuello podrido) preparada inoculando continuamente al arroz en un
invernadero en la concentración de 20 esporas bajo la observación micros-
cópica (15 x 10) fue esparcida a cada maceta a razón de 5 ml. por maceta,
20 después de tres días después de la primera dispersión.

Después de la inoculación de esporas, las macetas fueron
guardadas en una habitación humidificada cubierta de una película de cloru
ro de polivinilo (humedad saturada; 24° C) durante 24 horas, y luego las
macetas fueron llevadas a un invernadero, y mantenidas a alta temperatura
25 para estimular el desarrollo de lesiones.

Después de siete días de la inoculación se midió el número
de lesiones de diez hojas por maceta y el valor de inhibición fue calcula-
do por la siguiente expresión.

30 Valor en % de inhibición =
$$\frac{\text{Número de lesiones en plantas no tratadas} - \text{Número de lesiones en plantas tratadas}}{\text{Número de granos en plantas no tratadas}} \times 100$$

405308



1

Los resultados de las pruebas se muestran en la tabla 1:

TABLA 1

5

Ingrediente	Concentración	Valor de la	Perjuicio
Activo	partes por mil	inhibición %	químico
Compuesto 1	500	100	ninguno
Compuesto 2	"	99.4	"
Compuesto 3	"	100	"
Compuesto 4	"	98.8	"
Benzylalcohol			
-pentacloro	"	95	"
Sin tratamiento	-	0	"

10

Experimento 2

15

Prueba para inhibir enfermedades bacterianas de las hojas aplicando sobre la superficie de agua.

Cada una de las plántulas de arroz crecidas, durante un mes después de la siembra (kinmaze) fueron transplantadas en cada maceta (1/5.000 a). Una cantidad específica del polvo humectable de este invento fue mezclada con una pequeña cantidad de agua y fue aplicada a la superficie de agua de la maceta. Después de dos días de la aplicación de dicho polvo, la bacteria causal de la enfermedad bacteriana de las hojas fue inoculada, por medio de un método de aguja en paquete, a las hojas superiores abiertas. Después de 25 días de la aplicación, se observó la extensión de las lesiones (ataque de la bacteria).

20

25

Los resultados de las pruebas se muestran en la tabla 2

Experimento 3

Prueba antimicrobiana

30

Cada uno de los medios de cultivo de agar de Waksman (para enzimas y hongos) o el medio de cultivo plano de agar de Waksman (para bacterias) conteniendo 100 partes por mil del ingrediente activo, fue prepara



1

TABLA 2

Ingrediente activo	Extensión media de la lesión		Perjuicio químico
	Cantidad de aplicación	Cantidad de aplicación	
	250 g/10 a	500 g/10 a	
Compuesto 1	2'0	0'2	ninguno
Compuesto 2	1'1	0'3	"
Compuesto 3	1'2	1'5	"
Compuesto 4	2'7	0'2	"
Dicarboxilamida de acetileno	10'0	8'1	Perjuicio
Sin tratamiento	11'2	11'2	Ninguno

5

10

do en un plato de Petri que tiene 9 cms. de diámetro.

En una malla de platino de microorganismos, cada especie fue inoculada y cultivada durante 4 días a una temperatura constante de 28°C y se observó el crecimiento de los microorganismos.

15

El resultado de la prueba es mostrado en la tabla 3:

TABLA 3

Ingrediente activo	Microorganismo							
	A	B	C	D	E	F	G	H
Compuesto 1	0	0	0	0	0	0	0	0
Compuesto 2	0	0	0	0	0	0	0	0
Compuesto 3	0	0	0	0	0	0	0	0
Compuesto 4	0	0	0	0	0	0	0	0
Sin tratamiento	0000	0000	0000	0000	0000	0000	0000	0000

25

- 0 Sin crecimiento
- 00 Pequeño crecimiento
- 000 Mediano crecimiento
- 0000 Gran crecimiento

30

- A: *Aspergillus niger* (hongo)
- B: *Penicillium striatum* (hongo)

405308



-11-

- 1 C: Rhizopus nigricans (hongo)
D: Sacharomyces cerevisiae (levadura)
E: Torula utilis (levadura)
F: Sacharomyces rouxii (levadura)
5 G: Staphylococcus aureus (bacteria)
H: Pseudomonas aeruginosa (bacteria)

10 Descrita suficientemente la naturaleza del presente invento así como su realización industrial, sólo cabe añadir que en su conjunto y partes constitutivas es posible introducir cambios de forma, materia y disposición sin salirse del cuadro del invento, en cuanto tales alteraciones no supongan variación sustancial del mismo.

15 El solicitante, al amparo de los Convenios Internacionales sobre Propiedad Industrial, se reserva el derecho de extender la presente demanda a los países extranjeros, si fuera posible, reivindicando la misma prioridad de la presente solicitud.

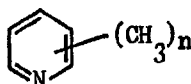
Igualmente, el solicitante se reserva el derecho de solicitar los adecuados Certificados de Adición en la forma señalada por la Ley, al introducir en el presente invento cuantos perfeccionamientos se deriven del mismo.

20 NOTA

La presente Patente de Invención que se solicita por veinte años para España, de acuerdo con la vigente Legislación sobre Propiedad Industrial, deberá recaer sobre "PROCESO DE PRODUCCION DE COMPOSICION MICROBICIDA", en todo de acuerdo con las siguientes

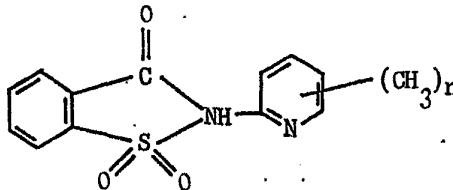
25 REIVINDICACIONES

1ª.- Proceso de producción de composición microbicida, caracterizado porque comprende una primera fase de producción de un ingrediente activo microbicida, la cual comprende la reacción de 2,3-dihidro-3-oxiobenzisulfonazol con un compuesto que tiene la fórmula





1 en donde n representa cero, uno o dos, para obtener un compuesto que tiene la fórmula.



5 donde n representa cero, uno o dos, y porque comprende una segunda fase de mezcla del ingrediente activo microbicida con un aditivo seleccionado del grupo compuesto por un diluyente, un disolvente y un agente tensio-activo, todo ello de modo que el compuesto obtenido es útil para inhibir microorganismos dañinos en las plantas y enfermedades bacterianas de las hojas de plantas, en especial del arroz.

10

2ª.- Proceso de producción de composición microbicida, en todo de acuerdo con la anterior reivindicación, caracterizado porque el ingrediente activo microbicida es uno del grupo compuesto por sacarinato de piridina, con n igual a cero, sacarinato alfa-picolínico y sacarinato beta-picolínico, con n igual a uno, y sacarinato de 2,6-lutidina, con n igual a dos.

15

3ª.- "PROCESO DE PRODUCCION DE COMPOSICION MICROBICIDA"

Según queda sustancialmente descrito en la presente memoria descriptiva que consta de doce hojas mecanografiadas por una sola cara.

20

Madrid, a 28 JUL. 1971
El Agente Oficial
MIGUEL FERNANDEZ LOAYZA PARRA
P.P.

25

30