



Int. Cl.: C07C//A01N

409552

Nº 409.552

# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un..a

## PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: KUMIAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD

AGENCIA: 6-2,2-Chome, OHTE-MACHI, CHIYODA-KU.

TOYO, Japón

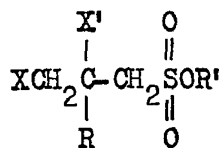
ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION  
DE NUEVOS ALCANOSULFONATOS SUSTITUIDOS

Prioridad: Patente Japonesa n.º 100,2-3/71 del 13-12-71

409552<sup>-2</sup>

1974

1 Esta invención se refiere a composiciones para destruir organismos nocivos, que contienen compuestos de fórmula general



5 donde X y X' son átomos de halógeno, R es un átomo de hidrógeno o un grupo metilo y R' es alquilo, haloalquilo, fenilo o fenilo sustituido por lo menos con un átomo de halógeno, un grupo alquilo, un grupo alcoxi o un grupo nitro, como ingrediente activo y además un procedimiento para utilizar dichos compuestos, los nuevos compuestos indicados por la fórmula general y un procedimiento de producción de los mismos.

15 Los inventores han realizado diversas investigaciones relativas a los sulfonatos de la fórmula antes descrita y han encontrado que estos compuestos son muy activos como composición esterilizante del terreno, fungicida, composición esterilizante de las semillas, composición para controlar el limo, acaricida, insecticida y herbicida. En especial, cuando estos compuestos se utilizan como composición esterilizante del terreno, son muy activos contra enfermedades debidas al género Pellicularia, como la podredumbre húmeda debida a la Pellicularia filamentosa y las enfermedades debidas al género Fusarium, como la marchitez por Fusarium debida al Fusarium oxysporum. Cuando estos compuestos se utilizan como fungicidas, actúan preventiva y terapéuticamente contra el añublo del arroz (Piricularia oryzae), vaina brillante (Pellicularia sasakii) y cancro de la naranja (Xanthomonas

4) 9552



1 citri). Además, estos compuestos son muy activos contra la  
 enfermedad Bakanae (Gibberella fugikuroi) por esterilización  
 de las semillas. Además, estos compuestos son útiles como  
 agente de control del limo y, por ejemplo, son activos con-  
 5 tra bacterias con Aerobacter aerogenus, Bacillus subtilis,  
Pseudomonas aeruginosa, etc. y hongos como Aspergillus niger,  
Penicillium steckii, Rhizopus nigricans y similares.

10 Además, estos compuestos son muy activos como acarici-  
 das por pulverización sobre las hojas o raíces contra los  
 ácaros que infectan los vegetales, como pepino, berenjena,  
 tomate y similares, árboles frutales como naranjo, manzano,  
 peral, etc, y flores como cristantemo, rosa y tulipán. Ade-  
 más, estos compuestos son activos contra insectos muy dañi-  
 15 nos en el cultivo de la planta del arroz, como el perforador  
 de los tallos del arroz, saltador de plantas, saltador de  
 hojas, gusano de la col, áfidos y similares. Además, estos  
 compuestos pueden ser utilizados como pesticidas para anima-  
 les como peces, pollos y similares.

20 Los compuestos de la fórmula general antes descrita  
 para ser utilizados en esta invención son producidos por los  
 siguientes métodos.

Un alquensulfonato de fórmula general



30 donde R y R' tienen el significado dado anteriormente, se  
 disuelve en un disolvente inerte como tetracloruro de carbo-  
 no y similares y después se hace reaccionar con un halógeno  
 a una temperatura de 10-20°C en una cantidad de halógeno del

409552



1 10 al 20 % en exceso, calculado sobre la relación molar.

Alternativamente, un haluro de ácido dihalosulfónico de fórmula general



donde X, X' y R tienen el significado dado anteriormente y X'' es un átomo de hidrógeno, se hace reaccionar con un alcohol o fenol de fórmula general



donde R' tiene el significado dado anteriormente, en presencia de un aceptor de haluro de hidrógeno, como hidróxido sódico, piridina y similares.

15 El proceso de producción será explicado mediante los siguientes ejemplos.

COMPUESTO 1

2,3-Dicloropropanosulfonato de metilo



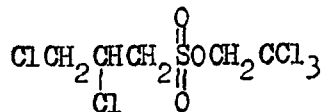
25 A una solución de 13,6 g de 2-propensulfonato de metilo en 80 ml de cloroformo se añaden 7,1 g de cloro absorbidos en 20 ml de cloroformo, gota a gota y agitando por debajo de 0°C. Después de la adición, la mezcla se agita durante 2 horas a la temperatura ambiente. Por destilación del disolvente y fraccionamiento, se obtienen 14,5 g de 2,3-dicloropropanosulfonato de metilo p.e. 89-92°C/0,5 mm Hg, con un rendimiento del 70,0 %.

30

409552

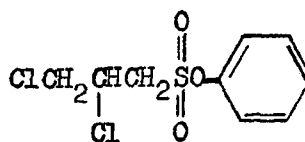


1

COMPUESTO 22,3-Dicloropropanosulfonato de 2,2,2-tricloroetilo

5

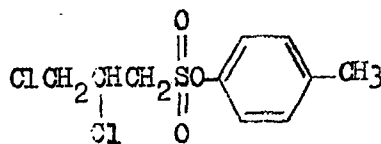
P.e. 131-134°C/0,05 mm Hg

COMPUESTO 32,3-Dicloropropanosulfonato de fenilo

10

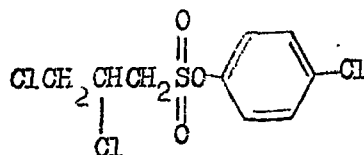
A una solución de 11,9 g de 2-propensulfonato de fenilo en 80 ml de cloroformo se añaden 7,1 g de cloro absorbidos en 20 ml de cloroformo, gota a gota y agitando por debajo de 0°C. Después de la adición, la mezcla se agita durante 2 horas a la temperatura ambiente. Por destilación del disolvente y fraccionamiento, se obtienen 22,4 g de 2,3-dicloropropanosulfonato de fenilo, p.e. 120-125°C/0,005 mm Hg, con un rendimiento del 83,3 %.

15

COMPUESTO 42,3-Dicloropropanosulfonato de 4-cresilo

P.e. 145-149°C/0,05 mm Hg

25

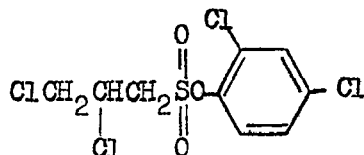
COMPUESTO 52,3-Dicloropropanosulfonato de 4-clorofenilo

30

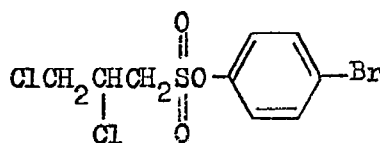
4069552



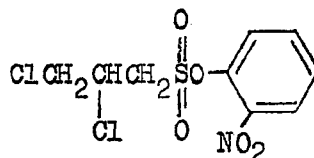
1 A una solución de 23,2 g de 2-propensulfonato de 4-clorofenilo en 80 ml de cloroformo se añaden 7,1 g de cloro absorbido en 20 ml de cloroformo, gota a gota y agitando por debajo de 0°C. Después de la adición, la mezcla se  
 5 agita durante 2 horas a la temperatura ambiente. Por destilación del disolvente y fraccionamiento, se obtienen 25,5 g de 2,3-dicloropropanosulfonato de 4-clorofenilo, p.e. 143-145°C/0,015 mm Hg, con un rendimiento del 84,2 %.

COMPUESTO 62,3-Dicloropropanosulfonato de 2,4-diclorofenilo

P.e. 150-155°C/0,01 mm Hg

COMPUESTO 72,3-Dicloropropanosulfonato de 4-bromofenilo

P.e. 164-166°C/0,025 mm Hg

COMPUESTO 82,3-Dicloropropanosulfonato de 2-nitrofenilo

25 A una solución de 24,3 g de 2-propensulfonato de 2-nitrofenilo en 80 ml de cloroformo se añaden 7,1 g de cloro absorbidos en 20 ml de cloroformo, gota a gota y agitando por debajo de 0°C. Después de la adición, la mezcla se agita  
 30 durante 2 horas a la temperatura ambiente. Por destilación

409552

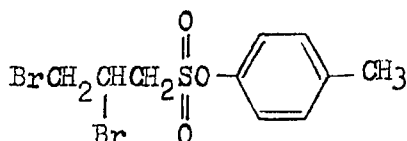


1 del disolvente y fraccionamiento, se obtienen 25,2 g de  
2,3-dicloropropanosulfonato de 2-nitrofenilo, p.e. 167-  
169°C/0,015 mm Hg, con un rendimiento del 80,3 %.

COMPUESTO 9

5

2,3-Dibromopropanosulfonato de 4-cresilo

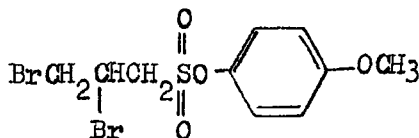


10 A una solución de 21,2 g de 2-propensulfonato de 4-  
cresilo en 80 ml de cloroformo se añaden 16,0 g de bromo  
en 20 ml de cloroformo, gota a gota y agitando por debajo  
de 0°C. Después de la adición, la mezcla se agita durante  
2 horas a la temperatura ambiente. Por destilación del di-  
solvente y fraccionamiento, se obtienen 34,8 g de 2,3-di-  
15 bromopropanosulfonato de 4-cresilo, p.e. 159-162°C/0,02 mm  
Hg, con un rendimiento del 93,5 %.

COMPUESTO 10

2,3-Dibromopropanosulfonato de 4-metoxifenilo

20

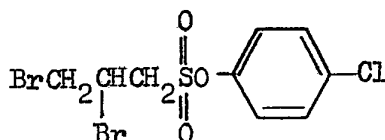


25 A una solución de 22,8 g de 2-propensulfonato de 4-  
metoxifenilo en 80 ml de cloroformo se añaden 16,0 g de  
bromo en 20 ml de cloroformo, gota a gota y agitando por  
debajo de 0°C. Después de la adición, la mezcla se agita  
durante 2 horas a la temperatura ambiente. Por destilación  
del disolvente y fraccionamiento, se obtienen 32,2 g de  
2,3-dibromopropanosulfonato de 4-metoxifenilo, p.e. 176-  
30 182°C/0,015 mm Hg, con un rendimiento del 82,9 %.

4089552



1

COMPUESTO 112,3-Dibromopropanosulfonato de 4-clorofenilo

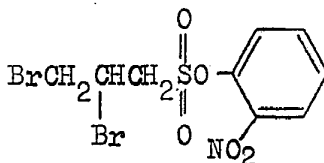
5

10

A una solución de 23,3 g de 2-propensulfonato de 4-clorofenilo en 80 ml de cloroformo se añaden 16,0 g de bromo en 20 ml de cloroformo, gota a gota y agitando por debajo de 0°C. Después de la adición, la mezcla se agita durante 2 horas a la temperatura ambiente. Por destilación del disolvente y fraccionamiento, se obtienen 33,0 g de 2,3-dibromopropanosulfonato de 4-clorofenilo, p.e. 158-162°C/0,008 mm Hg, con un rendimiento del 84,1 %.

COMPUESTO 12

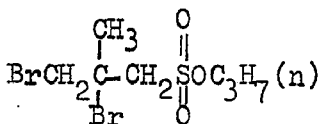
15

2,3-Dibromopropanosulfonato de 2-nitrofenilo

20

25

A una solución de 24,3 g de 2-propensulfonato de 2-nitrofenilo en 80 ml de cloroformo se añaden 16,0 g de bromo en 20 ml de cloroformo, gota a gota y agitando por debajo de 0°C. Después de la adición, la mezcla se agita durante 2 horas a la temperatura ambiente. Por destilación del disolvente y fraccionamiento, se obtienen 26,2 g de 2,3-dibromopropanosulfonato de 2-nitrofenilo, p.e. >180°C/0,02 mm Hg,  $n_D^{20}$  1,5721, con un rendimiento del 65,0 %.

COMPUESTO 132,3-Dibromo-2-metilpropanosulfonato de n-propilo

30

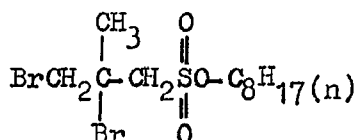
40-9552



1 A una solución de 17,8 g de 2-metil-2-propensulfona-  
to de n-propilo en 80 ml de cloroformo se añaden 16,0 g de  
bromo en 20 ml de cloroformo, gota a gota y agitando por de-  
bajo de 0°C. Después de la adición, la mezcla se agita du-  
5 rante 2 horas a la temperatura ambiente. Por destilación  
del disolvente y fraccionamiento, se obtienen 26,7 g de 2,3-  
dibromo-2-metilpropanosulfonato de n-propilo, p.e. 109-  
115°C/0,01 mm Hg, con un rendimiento del 79,0 %.

10 COMPUESTO 14

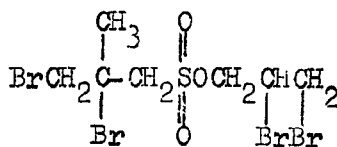
2,3-Dibromo-2-metilpropanosulfonato de n-octilc



15 A una solución de 24,8 g de 2-metil-2-propensulfona-  
to de n-octilo en 80 ml de cloroformo se añaden 16,0 g de  
bromo en 20 ml de cloroformo, gota a gota y agitando por de-  
bajo de 0°C. Después de la adición, la mezcla se agita du-  
rante 2 horas a la temperatura ambiente. Por destilación del  
20 disolvente y fraccionamiento, se obtienen 28,2 g de 2,3-di-  
bromo-2-metilpropanosulfonato de n-octilo, p.e. 162-164°C/  
0,02 mm Hg, con un rendimiento del 69,1 %.

COMPUESTO 15

2,3-Dibromo-2-metilpropanosulfonato de 2,3-dibromopropilo-



25  
30 A una solución de 17,6 g de 2-metil-2-propensulfona-  
to de alilo en 80 ml de cloroformo se añaden 32,0 g de bro-  
mo en 20 ml de cloroformo, gota a gota y agitando por debajo

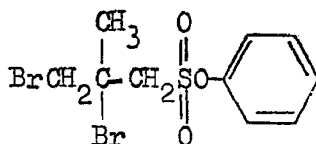
- 10 -  
409552



1 de 0°C. Después de la adición, la mezcla se agita durante  
2 horas a la temperatura ambiente. Por destilación del di-  
solvente y fraccionamiento, se obtienen 26,6 g de 2,3-dibro-  
mo-2-metilpropanosulfonato de 2,3-dibromopropilo, p.e. 181-  
5 182°C/0,005 mm Hg, con un rendimiento del 53,6 %.

COMPUESTO 16

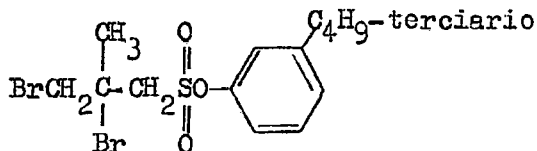
2,3-Dibromo-2-metilpropanosulfonato de fenilo



15 A una solución de 20,9 g de 2-metil-2-propensulfona-  
to de fenilo en 80 ml de cloroformo se añaden 16,0 g de bro-  
mo en 20 ml de cloroformo, gota a gota y agitando por debajo  
de 0°C. Después de la adición, la mezcla se agita durante  
2 horas a la temperatura ambiente. Por destilación del di-  
solvente y fraccionamiento, se obtienen 27,1 g de 2,3-dibro-  
mo-2-metilpropanosulfonato de fenilo, p.e. 130-135°C/0,01 mm  
Hg, con un rendimiento del 72,8 %.

COMPUESTO 17

20 2,3-Dibromo-2-metilpropanosulfonato de 3-terc-butilfenilo



25 A una solución de 26,8 g de 2-metil-2-propensulfona-  
to de 3-terc-butilfenilo en 80 ml de cloroformo se añaden  
16,0 g de bromo en 20 ml de cloroformo, gota a gota y agi-  
tando por debajo de 0°C. Después de la adición, la mezcla se  
agita durante 2 horas a la temperatura ambiente. Por destila-  
ción del disolvente y fraccionamiento, se obtienen 40,4 g de  
30 2,3-dibromo-2-metilpropanosulfonato de 3-terc-butilfenilo,

409552

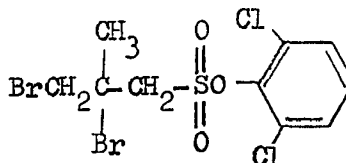


1 p.e. 158-160°C/0,008 mm Hg, con un rendimiento del 94,4 %.

COMPUESTO 18

2,3-Dibromo-2-metilpropanosulfonato de 2,6-diclorofenilo

5



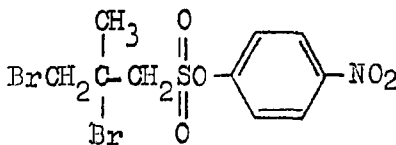
10

A una solución de 28,1 g de 2-metil-2-propensulfonato de 2,6-diclorofenilo en 80 ml de cloroformo se añaden 16,0 g de bromo en 20 ml de cloroformo, gota a gota y agitando por debajo de 0°C. Después de la adición, la mezcla se agita durante 2 horas a la temperatura ambiente. Por destilación del disolvente, se obtiene 30,1 g de 2,3-dibromo-2-metilpropanosulfonato de 2,6-diclorofenilo, p.f. 74-76°C, con un rendimiento del 68,3 %.

15

COMPUESTO 19

2,3-Dibromo-2-metilpropanosulfonato de 4-nitrofenilo



20

A una solución de 25,7 g de 2-metil-2-propensulfonato de 4-nitrofenilo en 80 ml de cloroformo se añaden 16,0 g de bromo en 20 ml de cloroformo, gota a gota y agitando por debajo de 0°C. Después de la adición, la mezcla se agita durante 2 horas a la temperatura ambiente. Por destilación del disolvente, se obtienen 29,9 g de 2,3-dibromo-2-metilpropanosulfonato de 4-nitrofenilo, p.f. 56-58°C, con un rendimiento del 71,7 %.

25

30

Los compuestos anteriores se utilizan junto con los vehículos inertes habitualmente empleados. Los vehículos pueden ser sólidos o líquidos. Los compuestos se mezclan con



1 los vehículos inertes y, si es necesario, con agentes tenso-  
activos como dispersantes o agentes humectantes y se utili-  
zan en forma de polvo fino, polvo mojable, concentrado emul-  
sionable o gránulos. El vehículo sólido puede ser talco,  
5 arcilla, caolín, tierra de diatomeas, carbón blanco, alcohol  
polivinílico, serrín de madera, urea, sulfato amónico, etc.

El vehículo líquido comprende los disolventes habitua-  
mente utilizados, por ejemplo agua, compuestos alifáticos  
como acetona, acetonitrilo, metilsulfóxido, etc y compues-  
10 tos aromáticos como tolueno, xileno, metilnaftaleno, etc.

Los compuestos de esta invención se utilizan, por  
ejemplo de la siguiente forma.

1. El compuesto se mezcla con un vehículo sólido para  
15 preparar un polvo fino.

2. El compuesto se mezcla con un vehículo sólido,  
1 a 3 % en peso de un agente humectante, como un alquilaril-  
sulfonato, éter polioxietilenalquílico, laurilsulfato o po-  
lioxietilenalquilarilsulfonato y 1 a 3 % de un agente dis-  
20 persante, como ligninsulfonato, PVA, CMC o un condensado de  
alquilarilsulfonato con formaldehído, para preparar un pol-  
vo mojable, que se diluye con agua hasta la concentración  
apropiada y se utiliza.

3. El compuesto se mezcla con un disolvente orgánico  
25 y de 5 a 15 % en peso de un emulgente, como éter polioxieti-  
lenalquilarílico, éter polioxietilenalquílico, éster de un  
ácido polioxietilen-graso, alquilarilsulfonato, éter polio-  
xietilenpolialquildifenílico, para preparar un concentrado  
emulsionable que se diluye con agua hasta la concentración  
30 apropiada y se utiliza.

409552



1           4. El compuesto se mezcla con un vehículo sólido, un agente tensoactivo y otros aditivos para preparar gránulos.

5           Los compuestos de esta invención pueden destruir y evitar con seguridad varias bacterias nocivas, insectos y ácaros nocivos, hongos y malas hierbas nocivas sin fitotoxicidad a concentraciones bajas.

          Además, los compuestos de esta invención pueden ser agregados a los piensos como bactericidas para los animales.

10           Esta invención será ilustrada con más detalle mediante los siguientes ejemplos y experimentos. Los aditivos e ingredientes activos pueden ser variados dentro de amplios límites sin apartarse del espíritu y alcance de esta invención.

EJEMPLO 1

15           Polvos finos

          Una mezcla de 10 partes en peso (en adelante, las partes son siempre en peso) del Compuesto 1 antes descrito, una parte de carbón blanco, 40 partes de talco y 49 partes de caolín, se combina y pulveriza en polvo fino.

20           EJEMPLO 2

Polvo mojable

25           Una mezcla de 50 partes del Compuesto 5 antes descrito, 2 partes de dodecilsulfato sódico, 3 partes de dinaftilmetanosulfonato sódico, 5 partes de carbón blanco y 40 partes de tierra de diatomeas, se combina homogéneamente y se pulveriza en un polvo mojable.

EJEMPLO 3

Concentrado emulsionable

30           Una mezcla de 30 partes del Compuesto 10 antes descrito, 15 partes de dimetilformamida, 35 partes de ciclohe-

409552



1074

1 xanona y 20 partes de una mezcla de éter polioxi-etileno-nil  
fenílico y benzosulfonato potásico, se combinan homogénea-  
mente para formar un concentrado emulsionable.

5 EJEMPLO 4

Gránulos

Una mezcla de 20 partes del Compuesto 15 antes des-  
crito, 20 partes de bentonita, 3 partes de ligninsulfonato  
sódico, 2 partes de alquilbenzosulfonato sódico, 55 partes  
de talco y una pequeña cantidad de agua se combina para dis-  
10 persar uniformemente el ingrediente activo y después se gra-  
nula mediante una máquina granuladora y se seca para obte-  
ner gránulos.

A continuación describiremos la actividad contra los  
organismos de los compuestos antes descritos de esta in-  
15 vención.

EXPERIMENTO 1

Ensayo del espectro antimicrobiano

Un polvo mojable preparado a partir de cada uno de  
los compuestos 1 a 19, de acuerdo con el Ejemplo 2, se di-  
20 luye con agua para preparar una dispersión que contiene  
100 ppm del compuesto.

Después se añade 1 ml de la dispersión a 9 ml de un  
medio de cultivo de patata y la masa se agita homogéneamen-  
te y se vierte en una placa Petri. Los microorganismos so-  
25 metidos a ensayo, que han sido cultivados en otro medio de  
cultivo de patata, son trasladados mediante un troquel con  
un diámetro de 9 mm y colocados sobre las placas Petri antes  
descritas. Veinticuatro horas después de la adición, se de-  
30 termina el grado de desarrollo de los microorganismos. En



1 el ensayo de Mycoplasma gallisepticum, 2,7 ml de la solución  
cultivada, en la que las bacterias a ensayar son incubadas  
en un cultivo líquido, se introducen en un tubo de ensayo y  
al tubo se añaden 0,3 ml de la dispersión diluída del com-  
5 puesto antes descrita, realizándose la determinación 4 días  
después de la adición.

En el ensayo anterior, se utilizaron los siguientes  
microorganismos.

- 10 Nº 1: Aeromonas liquefasciens de la anguila  
Nº 2: Mycoplasma gallisepticum del pollo  
Nº 3: Aerobacter aerogenes  
Nº 4: Bacillus subtilis  
Nº 5: Pseudomonas aeruginosa  
Nº 6: Aspergillus niger  
15 Nº 7: Penicillium steckii  
Nº 8: Rhizopus nigricans

Los resultados obtenidos se encuentran en la siguien-  
te Tabla I. En esta tabla, la actividad viene indicada por  
las siguientes marcas:

- 20 - : ningún crecimiento en absoluto  
± : ligero crecimiento  
+ : crecimiento similar al caso no tratado.

25

30

409532



1974

1

TABLA I

Microorganismo y actividad del mismo

	<u>Compuesto</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>4</u>	<u>5</u>	<u>6</u>	<u>7</u>	<u>8</u>
5	Compuesto 1	±	-	-	-	-	-	-	-
	" 2	-	-	-	-	-	-	-	-
	" 3	-	-	-	-	-	-	-	-
	" 4	-	-	-	-	-	-	-	-
	" 5	-	-	-	-	-	-	-	-
	" 6	-	-	-	-	-	-	-	-
10	" 7	-	-	-	-	-	-	-	-
	" 8	-	-	-	-	-	-	-	-
	" 9	-	-	-	-	-	-	-	-
	" 10	-	-	-	-	-	-	-	-
	" 11	-	-	-	-	-	-	-	-
15	" 12	-	-	-	-	-	-	-	-
	" 13	-	-	-	±	-	-	-	±
	" 14	-	-	-	-	-	-	-	-
	" 15	-	-	-	-	-	-	-	-
	" 16	-	-	-	-	-	±	-	-
20	" 17	-	-	-	-	-	-	-	-
	" 18	-	-	-	-	-	-	-	-
	" 19	-	-	-	-	-	-	-	-
	No tratado	+	+	+	+	+	+	+	+

25

EXPERIMENTO 2

Ensayo para evitar la enfermedad Bakanae de las plantas de arroz por esterilización de las semillas

Unas semillas de arroz naturalmente infectadas con la enfermedad Bakanae (variedad de arroz: Sasanishiki) se sumergen en la dispersión obtenida por dilución de cada uno de

30

409<sup>17</sup>552

1 los concentrados emulsionables preparados siguiendo el Ejem-  
 plo 3 a la concentración dada, como se indica en la siguien-  
 te Tabla II, durante 18 horas y después se lavan con agua y  
 se secan al aire. Para la inmersión, se utilizan 50 ml de la  
 5 dispersión diluída por cada 30 g de las semillas secas. Se  
 siembran 10 g de las semillas secas en un lecho de terreno  
 para cultivar la planta joven para su plantación a máquina  
 y el lecho se coloca en una caja para cultivar la planta jo-  
 ven durante 10 días y después se deja en un invernadero -  
 10 dero. Tres semanas después de la siembra, se determina el  
 número de jóvenes plantas de arroz infectadas con Gibberella  
fugikuroi para contar la morbilidad. El ensayo se efectúa  
 con tres repeticiones por cada ingrediente activo y los re-  
 sultados presentados son el valor medio de las tres pruebas,  
 15 encontrándose en la siguiente Tabla II.

TABLA II

<u>Compuesto</u>	<u>Concentración (ppm)</u>	<u>Morbilidad (%)</u>	<u>Fitotoxicidad</u>
Compuesto 1	500	14,0	nula
" 3	"	10,5	"
20 " 4	"	14,3	"
" 5	"	14,0	"
" 6	"	14,9	"
" 9	"	12,1	"
" 15	"	13,9	"
25 " 19	"	14,0	"
Ruberon <sup>Ⓜ</sup> (Comparativo)	10	14,1	"
No tratadas	-	54,2	"

30 <sup>Ⓜ</sup> Agente de mercurio orgánico: fosfato bis(etilmercúrico)hi-  
 drógeno.



1

EXPERIMENTO 3

Ensayo fungicida contra la marchitez del pepino causado por fusarios

5

10

15

20

25

30

Un medio de cultivo de salvado conteniendo el Fusarium oxysporium del pepino se mezcla con tierra esterilizada en un autoclave, en una proporción de 1:20. Previamente se han cargado 100 g de tierra esterilizada en un tiesto de loza no vidriada con un diámetro de 9 cm y después el tiesto se carga con 100 g de tierra con la que se ha mezclado la tierra antes descrita infectada con Fusarium oxysporium y cada uno de los polvos mojables preparados según el Ejemplo 2 antes descrito. Al día siguiente, se siembran 10 simientes de pepino en el tiesto y la relación de germinación y la relación de plantas jóvenes sanas se determina al cabo de 3 días. El ensayo se realiza con tres repeticiones por cada ingrediente activo y los resultados se indican en la siguiente Tabla III.

$$\text{Relación de germinación} = \frac{\text{Número de semillas germinadas}}{\text{Número de semillas sembradas totales}} \times 100$$

$$\text{Relación de plantas jóvenes sanas} = \frac{\text{Número de plantas jóvenes sanas}}{\text{Número de semillas germinadas}} \times 100$$

409552



TABLA III

	<u>Compuesto</u>	<u>Dosis Kg/10a)</u>	<u>Relación de germinación (%)</u>	<u>Relación de plantas jóvenes sanas (%)</u>
1	Compuesto 1	0,5	100	100
	"	2	96,7	100
5	"	3	93,3	100
	"	4	100	100
	"	5	90,0	100
	"	6	100	100
	"	7	100	100
10	"	8	96,7	100
	"	9	96,7	100
	"	10	100	100
	"	11	93,3	100
	"	12	96,7	100
15	"	13	96,7	100
	"	14	100	100
	"	15	100	100
	"	16	96,7	100
	"	17	90,0	100
20	"	18	100	100
	"	19	100	100
	<u>Agentes comparativos</u>			
	1,2-Dicloroetilsulfo nato de fenilo*		100	56,7
25	Concentrado emul- sionable Brand	Tratado con 3000 l de so- lución diluída 1000 veces	83,3	80,0
	Tierra no tratada conteniendo hongos	-	80,0	4,2
30	Tierra no tratada no conteniendo hongos	-	100	100

409552



1 " Descrito en la patente alemana nº 1.191.672.

Brand: 20% de 2,3-dibromopropionitrilo, 20 % de 1,1,1-tri-  
cloro-2-nitroetano.

EXPERIMENTO 4

5 Ensayo fungicida contra el añublo del arroz (*Piricularia*  
*oryzae*)

10 Un tiesto de loza no vidriado, con un diámetro de 9 cm,  
en el que se plantaron 20 plantitas jóvenes de arroz en la  
fase de 4-5 hojas (especie: Aichiasahi), se monta en una me-  
sa giratoria y sobre las plantas de arroz jóvenes se pulveri-  
za una dispersión de cada uno de los polvos mojables prepa-  
rados según el Ejemplo 2, en la que cada polvo moja-  
ble ha sido diluido con agua hasta la concentración dada,  
15 bajo una presión de pulverización de 0,5 kg/cm<sup>2</sup> en una pro-  
porción de 30 ml por tiesto. Tres días después de la pulve-  
rización, se pulveriza sobre las jóvenes plantas de arroz,  
a razón de 5 ml por tiesto, una dispersión de esporas de  
*Piricularia oryzae* que ha sido obtenida por inoculación su-  
cesiva de *Piricularia oryzae* sobre plantas de arroz en  
20 un invernadero y preparada de forma que en el campo de  
visión del microscopio (15 x 10 veces) se observan 20 espor-  
ras. Después de la inoculación, el tiesto se introduce en un  
invernadero formado por película de cloruro de polivinilo  
25 (humedad a la saturación, 24°C) durante 24 horas y después  
se transfiere a un invernadero, en el que se mantiene una  
alta temperatura, con lo que se permite que progresen las  
marchas de enfermedad. Siete días después de la inoculación,  
se determina el número de manchas de enfermedad en 10 hojas  
30 por tiesto y se calcula el valor de la prevención. Los re-

409552



1 resultados del ensayo se encuentran en la siguiente Tabla IV.

$$\text{Valor de la prevención} = \frac{\text{Número de manchas de enfermedad en la zona no tratada} - \text{Número de manchas de enfermedad en la zona tratada}}{\text{Número de manchas de enfermedad en la zona no tratada}} \times 100$$

5

TABLA IV

<u>Compuesto</u>	<u>Concentración, ppm</u>	<u>Valor de la prevención, %</u>	<u>Fito-toxicidad</u>
Compuesto 2	500	98,3	nula
" 3	"	97,6	"
" 5	"	96,4	"
" 6	"	100	"
" 10	"	100	"
" 12	"	100	"
" 14	"	90,8	"
" 17	"	98,4	"
" 18	"	100	"
Blastina (agente comparativo)	"	94,5	"
No tratado	-	0	"

10

15

20

Blastina: alcohol pentaclorobencílico.

EXPERIMENTO 5

Ensayo acaricida contra Tetranychus telarius

25

Se infectaron 40-50 adultos de Tetranychus telarius sobre las hojas de una planta joven de judía de riñón sembrada en un tiesto de 12 cm de diámetro, en un invernadero. Cada polvo mojable preparado según el Ejemplo 2 fué diluído con agua hasta una dispersión de 500 ppm. En esta dispersión se sumergió durante 10 segundos las plantita de judía de riñón y después la plantita se dejó en un invernadero; dos días después del tratamiento se determinó la mortalidad. Los resultados de los ensayos se encuentran en la si-

30

409552



1 siguiente Tabla V.

TABLA V

	<u>Compuesto</u>	<u>Mortalidad, %</u>
	Compuesto 11	98,8
5	" 12	99,8
	" 19	98,7
	No tratada	0

EXPERIMENTO 6

Ensayo ovicida contra Tetranichus telarius

10 Se depositaron 40-50 huevos de Tetranichus telarius sobre las hojas de una planta joven de judía de riñón en un tiesto de 12 cm de diámetro, en un invernadero. Cada uno de los polvos mojables preparado según el Ejemplo 2 se diluyó con agua hasta obtener una dispersión de 500 ppm. La plantita de judía de riñón así tratada se sumergió durante 10 segundos en la dispersión resultante y después de dejó en un invernadero; diez días después del tratamiento se determinó el porcentaje de huevos destruidos. Los resultados del ensayo se encuentran en la siguiente Tabla VI.

20

TABLA VI

	<u>Compuesto</u>	<u>Porcentaje de huevos destruidos</u>
	Compuesto 4	86
	" 10	86,6
	" 16	100
25	" 19	95
	No tratado	0

EXPERIMENTO 7

Ensayo insecticida contra saltadores de plantas y saltadores de hojas

30

1            En una copa de helado de 5 cm de diámetro, conteniendo  
do semillas de arroz previamente germinadas, se introdujeron  
50 ml de cada una de las dispersiones a 200 ppm de los polvos  
5            mojables preparados según el Ejemplo 2 y una vez bien sumergidas  
en la dispersión las semillas germinadas, se descargó el agua de la  
copa y se introdujeron en esta última 10 larvas del saltador de hojas  
del arroz verde y 10 larvas del pequeño saltador pardo de las plantas.  
El ensayo se repitió dos veces y la copa se mantuvo en un termostato a  
10            25°C durante 24 horas; después se determinó la mortalidad. Los resultados  
del ensayo se encuentran en la siguiente Tabla VII.

TABLA VII

<u>Compuesto</u>	<u>Concentración, %</u>	<u>Mortalidad, %</u>
Compuesto 7	500	100
15        "    10	"	100
"    15	"	100
No tratado	-	0

EXPERIMENTO 8

Ensayo insecticida contra la mosca doméstica

20            Se mezcló cada uno de los polvos mojables preparados según el  
Ejemplo 2 con un pienso sólido pulverizado de salvado y Ebios y la  
mezcla se amasó a fondo con una cantidad de agua tal que la  
concentración de ingrediente activo fué de 2000 ppm; después se  
llenó con la mezcla un bol de 8 cm de diámetro. En la copa se  
25            introdujeron 10 moscas adultas, cubriéndola con una gasa e  
introduciéndola en un termostato a 25°C; al cabo de 48 horas se  
determinó la mortalidad. Los resultados del ensayo se encuentran  
en la siguiente Tabla VIII.

--

--

40<sup>24</sup>9552

1

TABLA VIII

	<u>Compuesto</u>	<u>Mortalidad, %</u>
	Compuesto 1	100
	" 2	100
5	" 6	96,7
	" 11	100
	" 13	100
	" 14	100
	" 18	100
10	No tratado	0

EXPERIMENTO 9Ensayo herbicida en condiciones de inundación

Una maceta de 0,0002 áreas se llenó de tierra y con la capa superficial de 1 cm se mezcló tierra conteniendo semillas de camalote (Monochoria vaginalis) y otras malas hierbas de hoja ancha [(Rotala indica), repollo de agua (Elatine triandra) y tallo rojo (Ammonia multiflora)] y después se sembraron en la tierra 20 semillas de cerreig (Echinochloa crusgalli).

20

Cada uno de los polvos mojables preparado según el Ejemplo 2 se diluyó con agua y 2 días después de la siembra se agregaron a la tierra, gota a gota utilizando una pipeta, 3 ml de la dispersión resultante. Después la tierra del tiesto se cubrió con agua hasta una profundidad de 3 cm hasta la determinación. Al cabo de dos semanas se observó el estado de germinación de las malas hierbas y los resultados de los ensayos se encuentran en la Tabla IX.

25

--

--

30

409552



TABLA IX

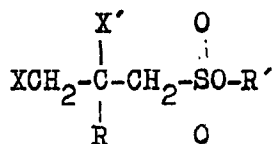
<u>Compuesto</u>	<u>Dosis (kg/10a)</u>	<u>Gerreig</u>	<u>Malas hierbas de hoja ancha</u>	<u>Camalote</u>
Compuesto 2	1,5	x	x	x
" 7	"	x	x	###
" 12	"	x	x ~ ###	###
" 15	"	x	##	x
" 19	"	###	##	###
No tratado	-	-	-	-

- : Porcentaje de germinación 100 %
- ± : " " 80 %
- + : " " 60 %
- ## : " " 40 %
- ### : " " 20 %
- 0 %
- x : No germinan.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

1.- Un procedimiento para la preparación de nuevos alcanosulfenatos sustituidos que tienen la fórmula general:



donde X y X' son átomos de halógeno, R es un átomo de hidrógeno o un grupo metilo, R' es un grupo alquilo, haloalquilo, fenilo, o un grupo fenilo sustituido con al menos un átomo de halógeno, un grupo alquilo, alcoxi y un grupo nitro, cuyo procedimiento se caracteriza por condensar un compuesto de fórmula general:

*Reg*



409552



1 nosulfonato de p-metoxifenilo.

8.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se hace reaccionar 2-metil-2-propensulfonato de p-nitrofenilo con bromo para producir 2-metil-  
5 2-propanosulfonato de p-nitrofenilo.

9.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque dicho disolvente inerte es cloroformo, tetracloruro de carbono, diclorometano, o tricoloroetano.

Se reivindica por último como objeto que ha de  
10 recaer la Patente de Invención que se solicita UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS ALCANOSULFONATOS SUSTITUIDOS.

Todo conforme queda descrito y reivindicado  
en la presente Memoria descriptiva que consta de veintisiete  
15 páginas mecanografiadas.

Madrid, 12 de Diciembre 1.972

BERNARDO UNGRIA

p.p.

*[Handwritten signature]*

20

25

*Re*  
30