

REF: 52393S



420304

0767D ; A O I N

F.C. 27-1-76

Nº 420.304

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED

RESIDENCIA: Nº 15, Kitahama 5-chome, Higashi-ku, Osaka-shi,

Osaka-fu, JAPON

ENUNCIADO: " UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE
UNA COMPOSICION AGRICOLA "

Prioridad: Patentes japonesas n.º 109890/1972 del 2-11-72;

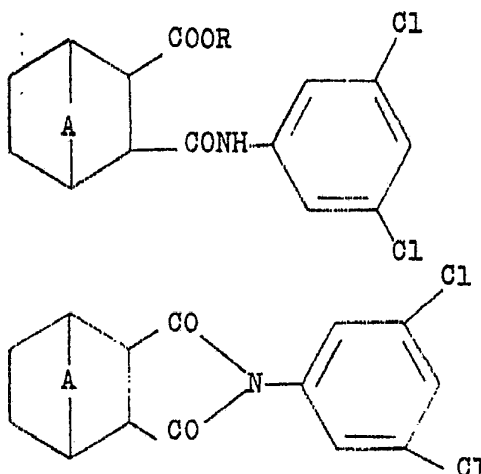
Nº 120436/1972 - 30-11-72; y
Nº 120437/1972 - 30-11-72



420304

RESUMEN DE LA INVENCION

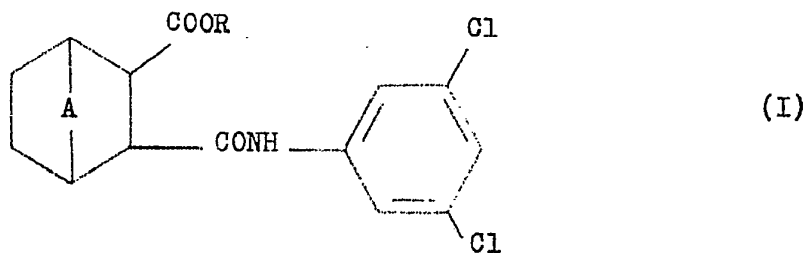
Una composición agrícola que comprende como ingrediente activo por lo menos uno de los compuestos 3,5-diclorofenólicos representados por una cualquiera de las siguientes fórmulas:



donde A es un grupo metileno o un átomo de oxígeno y R es un átomo de hidrógeno o un átomo de un metal alcalino y presenta una intensa actividad antifúngica contra los hongos fitopatógenos sin ninguna toxicidad apreciable sobre las plantas cultivadas y tampoco sobre los mamíferos y peces.

COMPENDIO DE LA INVENCION

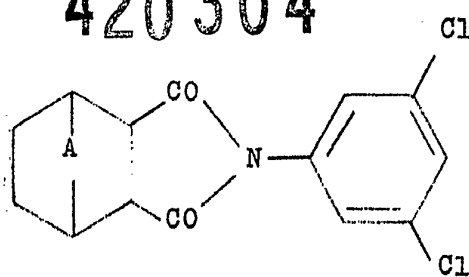
Esta invención se refiere a una composición agrícola. Más especialmente, se refiere a una composición agrícola que comprende como ingrediente activo por lo menos uno de los compuestos 3,5-diclorofenólicos representados por una cualquiera de las siguientes fórmulas:



420304



1 y



(II)

5

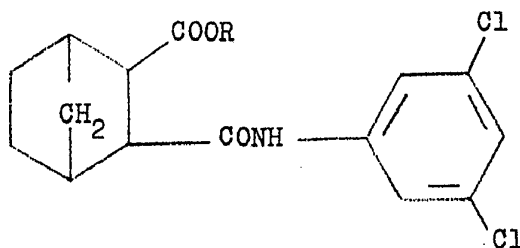
donde A es un grupo metileno o un átomo de oxígeno y R es un átomo de hidrógeno o un átomo de metal alcalino (v.g. sodio o potasio), que presenta una notable actividad antifúngica contra los hongos fitopatógenos sin ninguna toxicidad apreciable para las plantas cultivadas ni tampoco para los mamíferos y peces.

10

En los compuestos 3,5-diclorofenólicos representados por la fórmula (I) están incluidos los dos siguientes tipos de compuestos:

15

Compuesto (I-A)



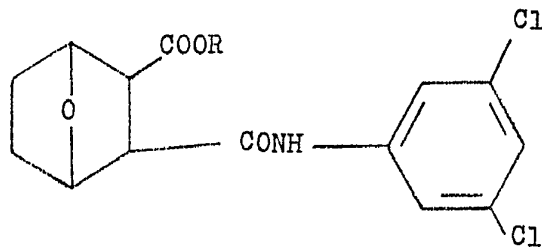
20

ácido 3-(3',5'-diclorofenilcarbamoil)-norbornan-2-carboxílico y sus sales de metales alcalinos

donde R es el definido anteriormente y

25

Compuesto (I-B)



30

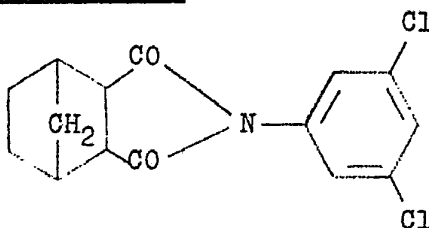
ácido 3-(3',5'-diclorofenilcarbamoil)-7-oxabicyclo-(2,2,1)-heptan-2-carboxílico y sus sales de metales alcalinos



1 donde R es el definido anteriormente.

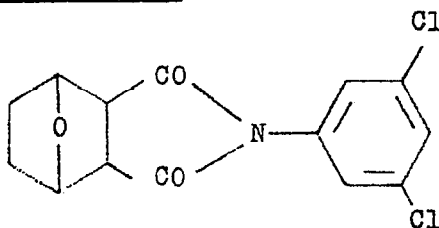
En los compuestos 3,5-diclorofenólicos representados por la fórmula (II) están incluidos las dos siguientes clases de compuestos:

5 Compuesto (II-A)



10 N-(3',5'-diclorofenil)-norbornan-2,3-dicarboximida
y

Compuesto (II-B)



15 N-(3',5'-diclorofenil)-7-oxabicyclo(2,2,1)heptan-2,3-dicarboximida.

20 Estos compuestos 3,5-diclorofenólicos son conocidos y se ha descrito su utilidad como medicamentos en veterinaria (véanse las patentes estadounidenses 3.215.597 y 3.261.845). Además, se ha indicado que la N-4-fluorfenil-3,6-epoxihexahidroftalimida, que no está comprendida dentro de los compuestos de fórmulas (I) y (II) pero que es de estructura química similar, posee actividad acárida (véase la
25 patente estadounidense 3.261.845). Sin embargo, nunca se ha sugerido en la bibliografía el uso práctico de los compuestos 3,5-diclorofenólicos (I) y (II) como ingrediente activo en composiciones agrícolas, especialmente en composiciones
30 fungicidas contra los hongos fitopatógenos.



420304

1 Como resultado de un extenso estudio, ahora se ha en-
contrado que los compuestos 3,5-diclorofenólicos (I) y (II-A)
poseen una actividad antifúngica inesperadamente alta contra
los hongos fitopatógenos entre los que se encuentran los si-
5 guientes: Sclerotinia sclerotiorum, Rhizoctonia solani,
Botrytis cinerea, Piricularia oryzae, Cochliobolus miyabea-
nus, Pellicularia sasaki, etc. y el compuesto 3,5-diclorofe-
nólico (II-B) presenta una notable actividad antifúngica so-
lamente contra los géneros Sclerotinia y Botrytis. También se
10 ha encontrado que los compuestos 3,5-diclorofenólicos (I) y
(II) no producen ninguna fitotoxicidad sobre las plantas cul-
tivadas cuando se aplican en una cantidad suficiente para ejer-
cer su actividad antifúngica. También se ha encontrado que los
15 compuestos 3,5-diclorofenólicos (I) y (II) presentan una to-
xicidad extraordinariamente baja para los mamíferos y peces.

En este aspecto, debe observarse que diversos compues-
tos cuya estructura química es muy similar a la de los com-
puestos 3,5-diclorofenólicos (I) y (II) son también conocidos
pero su actividad antifúngica es tan pequeña que excluye cual-
20 quier aplicación práctica.

De acuerdo con esta invención, se proporciona una com-
posición agrícola, especialmente una composición fungicida en
un preparado en forma de polvo fino, polvo mojable, concentra-
do emulsionable, pulverización, aerosol, fumigante, gránulos
25 esféricos y gránulos cilíndricos, que comprende por lo menos
uno de los compuestos 3,5-diclorofenólicos (I) y (II), solos
o en asociación con uno o más vehículos gaseosos, sólidos o
líquidos de los tipos comúnmente empleados en las composicio-
nes fungicidas. Además de los compuestos 3,5-diclorofenli-
30 cos (I) y (II), la composición puede contener uno o más fun-

420304



1 gicidas conocidos (v.g. blasticidina S, kasugamicina, poli-
oxina, celocidina, cloranfenicol, validamicina, estreptomi-
cina, griseofluvina, cicloheximida, pentacloronitrobenzeno,
5 pentaclorofenol y sus sales, 2,6-dicloro-4-nitroanilina,
etilen-bi(ditiocarbamato) de cinc, dimetilditiocarbamato de
cinc, etilen-bi(ditiocarbamato) de manganeso, disulfuro de
bi(dimetiltiocarbamoilo), 2,4,5,6-tetracloroisofthalonitrilo,
2,3-dicloro-1,4-naftoquinona, tetracloro-p-benzoquinona, te-
traclorofthalida, p-dimetilaminobenzodiazosulfonato sódico,
10 crotonato de 2-(1-metilheptil)-4,6-dinitrofenilo, acetato
de 2-heptadecilimidazolina, 2,4-dicloro-6-(o-cloroanilino)-
S-triazina, acetato de dodecilguanidina, S,S-ditiocarbonato
de 6-metil-2,3-quinoxalinditiol cíclico, N-triclorometiltio-
4-ciclohexen-1,2-dicarboximida, N-(1,1,2,2-tetracloroetiltio)-
15 4-ciclohexen-1,2-dicarboximida, 3-(3,5-diclorofenil)-5,5-di-
metiloxazolidindiona-2,4, N-(3,5-diclorofenil)maleimida, N-
(3,5-diclorofenil)succinimida, N-(3,5-diclorofenil)itaconi-
mida, 2,3-dihidro-5-carboxanilida, 6-metil-1,4-oxazina, 1-(N-
butilcarbamoil)-2-metoxicarbonilaminobencimidazol, 2-(4'-tia-
20 zolil)bencimidazol, 1,2-bi(3-etoxicarbonil-2-tioureido)bence-
no, 1,2-bi(3-metoxicarbonil-2-tioureido)benceno, 2-amino-5-
mercaptotiadiazol, 2-aminotiadiazol, fosforoditioato de O-bu-
tilo, S-bencilo y S-etilo, fosforoditioato de O-etilo y S,S-
difenilo, fosforotioato de O,O-di-isopropilo y S-bencilo, fos-
25 forotioato de O,O-dimetilo, y O-(3-metil-4-nitrofenilo), fos-
foroditioato de S-[1,2-bi(etoxicarbonil)etilo] y O,O-dimetilo,
fosforoditioato de O,O-dimetilo y S-(N-metilcarbamoilmetilo),
tiofosfato de O,O-dietilo y O-(2-isopropil-6-metil-4-pirimidi-
30 lo), hidrocioruro de 1,3-bi(carbamoiltio)-2-(N,N-dimetilami-
no)propano, N-metilcarbamato de 3,4-dimetilfenilo, N-metil-

420304



1 carbamato de 1-naftilo, 2-cloro-4,6-bi(etilamino)-S-triazina,
ácido 2,4-diclorofenoxiacético y sus sales y ésteres, ácido
2-metil-4-clorofenoxiacético y sus sales y ésteres, éter 2,4-
diclorofenil-4-nitrofenílico, N-(3,4-diclorofenil)propionami-
5 da, 3-(3',4'-diclorofenil)-1,1-dimetilurea, N,N-dimetiltiol-
carbamato de 4,-clorobencilo, dicloruro de 1,1'-dimetil-4,4'-
bipiridio, éter 2,4,6-triclorofenil-4'-nitrofenílico, N'-(2-
metil-4-clorofenil)-N,N-dimetilformamida, N,N-dialil-2-clo-
roacetamida, β -(2,4-diclorofenoxi)acrilato de etilo (o de ci-
10 clohexilo), N-(3'-piridil)imidoditiocarbonato de S-n-heptilo
y S'-(p-terc-butilbencilo), N-(3-piridil)imidoditiocarbonato
de S-n-butilo y S'-(p-terc-butilbencilo), etc. La composición
también puede contener uno o más materiales conocidos por su
actividad como bactericidas, insecticidas, nematocidas, aca-
15 ricidas, herbicidas, fertilizantes, acondicionadores del te-
rreno o reguladores del crecimiento de las plantas.

Son ejemplos típicos de las composiciones agrícolas
de acuerdo con esta invención los siguientes:

20 (a) Los polvos finos obtenidos dispersando por lo
menos uno de los compuestos 3,5-diclorofenílicos (I) y (II)
como ingrediente activo a una concentración de 0,1 a 30 % en
peso en un vehículo inerte (v.g. talco, tierra de diatomeas,
serrín de madera, arcilla).

25 (b) Polvos mojables obtenidos dispersando por lo me-
nos uno de los compuestos 3,5-diclorofenílicos (I) y (II) co-
mo ingrediente activo a una concentración de 0,2 a 80 % en
peso en un vehículo adsorbente inerte (v.g. tierra de diato-
meas) junto con un agente humectante y/o dispersante tal como
30 una sal de metal alcalino de un sulfato de una cadena alifá-
tica larga, un derivado de ácido sulfúrico parcialmente neu-

420304



1 tralizado de un aceite de petróleo o de una glicerina natu-
ral o un producto de condensación de un óxido de alquileo
con un ácido orgánico.

5 (c) Concentrados emulsionables obtenidos dispersando
por lo menos uno de los compuestos 3,5-diclorofenílicos (I)
y (II) como ingrediente activo, a una concentración de 1 a
50 % en peso, en un disolvente orgánico (v.g. dimetilsulfó-
xido) más un humectante y/o un agente dispersante tal como
10 una sal de metal alcalino de un sulfato alifático de cadena
larga, un derivado de ácido sulfúrico parcialmente neutrali-
zado de un aceite de petróleo o de una glicerina natural o un
producto de condensación de un óxido de alquileo con un áci-
do orgánico.

15 (d) Composiciones de los compuestos 3,5-diclorofení-
licos (I) y (II) formulados en la forma comúnmente empleada
en este campo para la preparación de fumigantes fungicidas.

A continuación incluimos algunos ejemplos más especí-
ficos de las composiciones agrícolas de esta invención. En
estos ejemplos, las partes se dan en porcentaje en peso.

20

EJEMPLO 1

Preparación de polvos mojables

25 (A) Se trituran y muelen bien 50 partes de compuesto
(II-A), es decir, N-(3',5'-diclorofenil)norbormán-2,3-dicar-
boximida (p.f. 171,0-172,5°C), 5 partes de un agente humectan-
te (un alquilbenzosulfonato) y 45 partes de tierra de diato-
meas, para formar un preparado en polvo mojable que contiene
50 % de ingrediente activo. El preparado en polvo mojable se
diluye con agua y después se aplica.

30 (B) En lugar del compuesto (II-A) se utiliza el com-
puesto (I-B: R = Na), es decir, 3-(3',5'-diclorofenilcarba-



420304

1 moil)-7-oxabicyclo(2,2,1)heptan-2-carboxilato sódico (p.f. 277°C, (desc.) para formular un preparado en polvo mojable como en el Ejemplo 1 (A).

5 (C) En lugar del Compuesto (II-A) se utiliza el Compuesto (II-B), es decir, N-(3',5'-diclorofenil)-7-oxabicyclo(2,2,1)heptan-2,3-dicarboximida (p.f. 154-155°C) para la formulación de un preparado en polvo mojable como en el Ejemplo 1 (A).

EJEMPLO 2

Preparación de polvos finos

10

(A) Se trituran y mezclan bien 3 partes de Compuesto (I-A: R = H), es decir, ácido 3-(3',5'-diclorofenilcarbamoil)norbormán-2-carboxílico (p.f. 151,5-153,5°C) y 97 partes de arcilla para formar un preparado en polvo que contiene 3% de ingrediente activo. El preparado en polvo es aplicable tal como se obtiene.

15

(B) En lugar del Compuesto (I-A: R = H) se utiliza el Compuesto (I-B: R = H), es decir el ácido 3-(3',5'-diclorofenilcarbamoil)-7-oxabicyclo(2,2,1)heptan-2-carboxílico (p.f. 183-184°C) para la formulación de un preparado en polvo fino como en el Ejemplo 2 (A).

20

(C) Se utiliza el Compuesto (II-B) en lugar del Compuesto (I-A: R = H) para la formulación de un preparado en polvo fino, como en el Ejemplo 2 (A).

25

EJEMPLO 3

Preparación de concentrados emulsionables

(A) Se mezclan bien 10 partes de Compuesto (II-A), 70 partes de dimetilformamida, 10 partes de tolueno y 10 partes de un emulgente (éter polioxietilendodecilsulfónico) para formar un preparado concentrado emulsionable que contiene

30

420304



1 10 % del ingrediente activo. El preparado concentrado emulsio-
nable se diluye con agua y después se aplica.

(B) En lugar del Compuesto (II-A) se emplea el Com-
puesto (I-B: R = H) para formular un preparado concentrado
5 emulsionable como en el Ejemplo 3 (A).

(C) En lugar del Compuesto (II-A) se utiliza el Com-
puesto (II-B) para formular un preparado concentrado emulsio-
nable como en el Ejemplo 3 (A).

EJEMPLO 4

10 Preparación de fumigantes

(A) Se pulverizan y se mezclan bien 90 partes de Com-
puesto (II-A), 3 partes de un nitrito, 2 partes de serrín de
madera y 5 partes de tierra de diatomeas para formar un pre-
parado fumigante que contiene 90 % de ingrediente activo. El
15 preparado fumigante se aplica por fumigación con un fumiga-
dor caliente.

(B) En lugar del Compuesto (II-A) se utiliza el Com-
puesto (I-B: R = H) para formular un preparado fumigante como
en el Ejemplo 4 (A).

20 (C) Se utiliza el Compuesto (II-B) en lugar del Com-
puesto (II-A) para formular un preparado fumigante como en
el Ejemplo 4 (A).

EJEMPLO 5

25 Preparación de polvos mojables complejos

(A) Se pulverizan y mezclan bien 40 partes del Com-
puesto (II-A), 10 partes de N-(3-piridil)ditiocarbonato de
S-n-butilo y S'-(p-terc-butilbencilo), 45 partes de tierra de
diatomeas y 5 partes de un agente humectante (ligninsulfona-
to cálcico) para formar un preparado complejo en polvo moja-
30 ble que contiene 50 % de ingredientes activos. El preparado

420304



1 complejo en polvo mojable se diluye con agua y después se aplica.

(B) En lugar del Compuesto (II-A) se utiliza el Compuesto (II-B) para formular un preparado complejo en polvo mojable como en el Ejemplo 5 (A).

(C) Se pulverizan y mezclan bien 4 partes de Compuesto (I-B: R = H), 60 partes de etilen-bi(tiocarbamato) de manganeso, 30 partes de tierra de diatomeas y 6 partes de un agente humectante (un alquilbenzosulfonato) para formar un preparado complejo en polvo que contiene 64 % de ingredientes activos. El preparado complejo en polvo mojable se diluye con agua y después se aplica.

(D) En lugar del Compuesto (I-B: R = H) se utiliza el Compuesto (I-A: R = H) para formular un preparado complejo en polvo mojable como en el Ejemplo 5 (C).

Algunos de los resultados experimentales que corroboran la actividad antifúngica de los Compuestos 3,5-diclorofenílico (I) y (II) están tabulados a continuación.

Los compuestos conocidos utilizados en los siguientes ensayos con fines comparativos son los siguientes:

Compuesto nº	Estructura	Observaciones
1		Descrito en la patente estadounidense 3.215.597
2		Descrito en la patente estadounidense 3.215.597

30

420304



1	Compuesto nº	Estructura	Observaciones
5	3		Descrito en la patente estado-unidense núm. 3.215.597
	4		Descrito en la patente estado-unidense núm. 3.215.597
10	5		Descrito en la patente estado-unidense núm. 3.215.597
15	6		Descrito en la patente estadounidense 3.215.597
	7		Descrito en la patente estado-unidense núm. 3.215.597
20	8		Descrito en las patentes estado-unidenses núms. 3.215.597 y 3.261.345
25	9		Descrito en las patentes estado-unidenses núms. 3.215.597 y 3.261.345
30	10		Descrito en la patente estado-unidense núms. 3.261.345

420304



1	Compuesto nº	Estructura	Observaciones
5	11		Descrito en la patente estadounidense 3.261.845
10	12		Descrito en la patente estadounidense 3.261.845
15	13		Descrito en la patente estadounidense 3.261.845
20	14		Descrito en la patente estadounidense 3.261.845
25	15		Descrito en la patente estadounidense 3.261.845
30	16		Descrito en la patente estadounidense 3.261.845

Ensayo 1

Un polvo fino que contiene 3 % en peso de un compuesto experimental se aplica a unas plantas de arroz cultivadas en macetas de 9 cm de diámetro y desarrolladas hasta una altura de unos 60 cm, a una dosis de 3 kg del polvo fino por cada 10 áreas. Al cabo de 1 día, se inocula sobre la vaina un inoculum formado por un disco de micelio de Pellicularia sasakii (diámetro, 5 mm). El estado de infección de la vaina

420304



1 se observa al cabo de 5 días y el grado de infección se calcula de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$\text{Grado de infección} = \frac{\text{Indice de infección} \times \text{Número de tallos}}{\text{Número total de tallos} \times 3} \times 100$$

5 donde el índice de infección se determina según los siguientes criterios:

Indice de infección	Estado infeccioso
0	Ninguna mancha infecciosa sobre la vaina
1	Partes con manchas infecciosas
2	Manchas infecciosas de menos de 3 cm de diámetro
3	Manchas infecciosas de no menos de 3 cm de diámetro.

15 Los resultados están indicados en la Tabla I, en la que se observa que el Compuesto 3,5-diclorofenílico (I-B: R = H) presenta una actividad antifúngica más intensa que los compuestos análogos, como los correspondientes compuestos monoclorados.

TABLA I

Compuesto experimental	Dosis (como polvo al 3 %) (kg/10 áreas)	Grado de infección
<u>Esta invención</u>		
Compuesto (I-B: R = H)	3	0,0
<u>Comparativo</u>		
Compuesto nº 3	3	100,0
Compuesto nº 4	3	100,0
Compuesto nº 5	3	77,8
Sin tratamiento	-	100,0

Ensayo 2

30 Se diluye con agua un compuesto experimental en forma de polvo mojable y se aplica a unas plantitas de judía de ri-



1 fión cultivadas en macetas de 9 cm de diámetro y desarrolla-
das hasta la fase de dos hojas, a una dosis de 10 ml de la
dilución por maceta. Al cabo de 4 horas, se inocula sobre
5 las hojas un inoculum de disco de micelio de Sclerotinia
sclerotiorum (diámetro, 5 mm). El área infectada de las hojas
se observa 4 días después y se calcula el grado de daño me-
diante la siguiente ecuación:

$$\text{Grado de daño} = \frac{\sum (\text{Índice de infección} \times \text{Número de hojas})}{\text{Número total de hojas}}$$

10 donde el índice de infección se determina mediante los si-
guientes criterios:

	<u>Índice de infección</u>	<u>Área infectada</u>
	0	Ninguno
15	1	Solamente alrededor de las partes inoculadas
	2	Hasta 1/5 del área total de la hoja inoculada
	3	Más de 1/5 y hasta 2/5 del área total de la hoja inoculada
	4	Más de 2/5 y hasta 3/5 del área total de la hoja inoculada
20	5	Más de 3/5 del área total de la hoja inoculada.

Los resultados se encuentran en la Tabla II, donde
puede observarse que los compuestos 3,5-diclorofenólicos
(I-A: R = H), (I-B: R = H) (I-B: R = Na) y (II-A) presentan
una actividad antifúngica más intensa que los compuestos aná-
logos, como los compuestos monoclorados correspondientes.

420304 2



1

TABLA II

	<u>Compuesto experimental</u>	<u>Concentración (ppm)</u>	<u>Grado de daño</u>
	<u>Esta invención</u>		
5	Compuesto (I-A: R = H)	100	0,2
	Compuesto (I-B: R = H)	100	0,0
	Compuesto (I-B: R = Na)	100	0,0
	Compuesto (II-A)	100	0,0
	<u>Comparativo</u>		
10	Compuesto nº 1	100	5,0
	Compuesto nº 2	100	5,0
	Compuesto nº 3	100	5,0
	Compuesto nº 4	100	5,0
	Compuesto nº 5	100	3,0
15	Compuesto nº 6	100	3,8
	Compuesto nº 7	100	5,0
	<u>Fungicida comercial</u>		
	"Resisan"*	100	2,4
	Sin tratamiento	-	5,0

20

* Nombre comercial de una composición fungicida que contiene 2,6-dicloro-4-nitroanilina como ingrediente activo.

Ensayo 3

25

Un compuesto experimental en forma de polvo mojable se diluye con agua y se aplica a unas plantitas de judía de riñón cultivadas en macetas de 15 cm de diámetro y desarrolladas hasta la fase de 3 hojas, a una dosis de 10 ml de la dilución por maceta. Al cabo de 4 horas se inocula sobre las hojas un inoculum de disco de micelio de Sclerotinia sclerotiorum (diámetro, 5 mm). Tres días después se observa el área

30



1 infectada de las hojas y se mide el tamaño de las manchas de enfermedad. El grado de daño se calcula mediante la siguiente ecuación:

5 Grado de daño =
$$\frac{\sum (\text{Índice de infección} \times \text{Número de hojas})}{\text{Número total de hojas}}$$

donde el índice de infección se determina mediante los siguientes criterios:

	<u>Índice de infección</u>	<u>área infectada</u>
10	0	Ninguna
	1	Hasta 1/5 del área total de la hoja inoculada
	2	Más de 1/5 y hasta 2/5 del área total de la hoja inoculada
	3	Más de 2/5 y hasta 3/5 del área total de la hoja inoculada
15	4	Más de 3/5 y hasta 4/5 del área total de la hoja inoculada
	5	Más de 4/5 del área total de la hoja inoculada.

El grado de efecto de prevención de la enfermedad se calcula mediante la siguiente ecuación:

20 Grado de efecto de prevención de la enfermedad =
$$\frac{\text{Tamaño de las manchas enfermas en la maceta no tratada} - \text{Tamaño de las manchas enfermas en la maceta tratada}}{\text{Tamaño de las manchas enfermas en la maceta no tratada}} \times 100$$

25 Los resultados se encuentran en la Tabla III, en la que se observa que el Compuesto 3,5-diclorofenílico (II-B) presenta una actividad antifúngica más intensa que los compuestos análogos tales como los correspondientes compuestos monoclorados, diclorados, triclorados y dinitrados.

42030



420304

TABLA III

Compuesto experimental	Concentración (ppm)	Segunda hoja		Tercera hoja	
		Grado de daño	Grado de efecto de prevención de la enfermedad, (%)	Grado de daño	Grado de efecto de prevención de la enfermedad, (%)
<u>Esta invención</u>					
Compuesto (II-B)	500	0,0	100	0,0	100
	100	0,0	100	0,0	100
<u>Comparativo</u>					
Compuesto nº 8	500	4,9	2	4,9	2
	100	5,0	0	5,0	0
Compuesto nº 9	500	1,3	74	1,9	62
	100	4,6	8	4,9	2
Compuesto nº 10	500	5,0	0	5,0	0
	100	5,0	0	5,0	0
Compuesto nº 11	500	5,0	0	5,0	0
	100	5,0	0	5,0	0
Compuesto nº 12	500	4,9	2	5,0	0
	100	5,0	0	5,0	0
Compuesto nº 13	500	4,8	4	4,9	2
	100	5,0	0	5,0	0
Compuesto nº 14	500	4,7	6	4,7	6
	100	5,0	0	5,0	0
Compuesto nº 15	500	4,9	2	5,0	0
	100	5,0	0	5,0	0
Compuesto nº 16	500	4,9	2	4,9	2
	100	5,0	0	5,0	0
Sin tratamiento	-	5,0	-	5,0	-

1

5

10

15

20

25

30

420304

TABLA III

Segur

	<u>Compuesto experimental</u>	<u>Concentración (ppm)</u>	<u>Grado de daño</u>
1			
5	<u>Esta invención</u>		
	Compuesto (II-B)	500 100	0,0 0,0
	<u>Comparativo</u>		
	Compuesto nº 8	500 100	4,9 5,0
10	Compuesto nº 9	500 100	1,3 4,6
	Compuesto nº 10	500 100	5,0 5,0
	Compuesto nº 11	500 100	5,0 5,0
15	Compuesto nº 12	500 100	4,9 5,0
	Compuesto nº 13	500 100	4,8 5,0
	Compuesto nº 14	500 100	4,7 5,0
20	Compuesto nº 15	500 100	4,9 5,0
	Compuesto nº 16	500 100	4,9 5,0
	Sin tratamiento	-	5,0

25

30



420304

TABLA III

<u>Segunda hoja</u>		<u>Tercera hoja</u>	
<u>Grado de daño</u>	<u>Grado de efecto de prevención de la enfermedad, (%)</u>	<u>Grado de daño</u>	<u>Grado de efecto de prevención de la enfermedad, (%)</u>
0,0	100	0,0	100
0,0	100	0,0	100
4,9	2	4,9	2
5,0	0	5,0	0
1,3	74	1,9	62
4,6	8	4,9	2
5,0	0	5,0	0
5,0	0	5,0	0
5,0	0	5,0	0
5,0	0	5,0	0
4,9	2	5,0	0
5,0	0	5,0	0
4,8	4	4,9	2
5,0	0	5,0	0
4,7	6	4,7	6
5,0	0	5,0	0
4,9	2	5,0	0
5,0	0	5,0	0
4,9	2	4,9	2
5,0	0	5,0	0
5,0	-	5,0	-

420304



1

Ensayo 4

5

Unas plantitas de judía de riñón cultivadas en macetas de 9 cm de diámetro y desarrolladas hasta la primera fase trifoliada (cinco macetas por lote) se exponen a los humos de un compuesto experimental, producidos con un fumigador caliente. La exposición se realiza durante 15 horas en un espacio cerrado por láminas vinílicas y después se retiran estas últimas. Además, las plantas anteriores se someten a un tratamiento del follaje con una dilución x 1000 de un polvo mojable al 30 % del compuesto experimental, a una dosis de 100 litros de la dilución por cada 10 áreas. Al cabo de 17 horas después de los tratamientos en ambos casos, se inocula un inoculum de disco de micelio de Sclerotinia sclerotiorum sobre el anverso y el reverso de las hojas. La zona infectada de las hojas se observa 4 días después y se calcula el grado de daño de acuerdo con la siguiente ecuación:

10

$$\text{Grado de daño} = \frac{\sum (\text{Indice de infección} \times \text{Número de hojas})}{\text{Número total de hojas}}$$

15

20

donde el índice de infección se determina mediante los siguientes criterios:

<u>Indice de infección</u>	<u>Area infectada</u>
0	Ninguna
1	Solamente alrededor de las partes inoculadas
2	Hasta 1/5 del área total de la hoja inoculada
3	Más de 1/5 y hasta 2/5 del área total de la hoja inoculada
4	Más de 2/5 y hasta 3/5 del área total de la hoja inoculada
5	Más de 3/5 del área total de la hoja inoculada

25

30

Los resultados se encuentran en la Tabla IV, en la

420304



1 que se observa que los compuestos 3,5-diclorofenólicos (I-B: R = H), (II-A) y (II-B) ejercen una excelente actividad anti-fúngica no solamente cuando se aplican en forma de polvo mo-
 5 jable sino también cuando se aplican en forma de fumigación.

TABLA IV

Lote	Compuesto ex- perimental	Dosis	Grado de daño		
			Inoculado sobre el an- verso	Inoculado sobre el re- verso	
10	Fumigación Compuesto (I-B: R = H)	500 mg/m ³	0,0	0,0	
		100 mg/m ³	0,0	0,3	
		25 mg/m ³	0,0	0,8	
15	Follaje Compuesto (I-B: R = H)	100 l/10 a (como dilución x 1000 de un pol- vo mojable al 30 %)	0,0	0,0	
		Fumigación Compuesto (II-A)	500 mg/m ³	0,0	0,0
		100 mg/m ³	0,0	0,0	
20	Follaje Compuesto (II-A)	25 mg/m ³	0,0	0,5	
		100 l/10 a (como dilución x 1000 de un pol- vo mojable al 30 %)	0,0	0,0	
		Fumigación Compuesto (II-B)	500 mg/m ³	0,0	0,0
25	Follaje Compuesto (II-B)	100 mg/m ³	0,0	0,4	
		25 mg/m ³	0,0	1,0	
		100 l/10 a (como dilución x 1000 de un pol- vo mojable al 30 %)	0,0	0,0	
25	Sin trata- miento	-	-	5,0	5,0

Ensayo 5

30 Unas plantitas de pepino se cultivan en macetas de
 9 cm de diámetro y, cuando se han desarrollado hasta la prime-
 ra fase trifoliada, se cortan las hojas. Se diluye con agua
 un compuesto experimental en forma de polvo mojable y se apli-

420304



1 ca al cotiledón de la hoja de la semilla de las plantas a una
 dosis de 10 ml de la dilución por maceta. Al cabo de 4 horas,
 se inoculan sobre las hojas unos trozos de ágar jugo de pa-
 5 tata de Botrytis cinerea (diámetro, 5 mm). Cuatro días des-
 pués se observa el área infectada de las hojas y se mide el
 tamaño de las manchas de enfermedad. El grado de daño y el
 grado de efecto de prevención de la enfermedad se calculan co-
 mo en el Ensayo 3.

10 Los resultados se encuentran en la Tabla V, donde se
 observa que el compuesto 3,5-diclorofenílico (II-B) presenta
 una actividad antifúngica más intensa que los compuestos aná-
 logos tales como los correspondientes compuestos monoclorados,
 diclorados, triclorados y dinitrados.

TABLA V

<u>Compuesto experimental</u>	<u>Concentra- ción (ppm)</u>	<u>Grado de daño</u>	<u>Grado de efec- to de preven- ción de la en- fermedad (%)</u>
<u>Esta invención</u>			
Compuesto (II-B)	200	0,0	100
<u>Comparativo</u>			
20 Compuesto nº 8	200	5,0	0
Compuesto nº 9	200	3,4	32
Compuesto nº 10	200	4,9	2
Compuesto nº 11	200	5,0	0
Compuesto nº 12	200	4,7	6
25 Compuesto nº 13	200	4,9	2
Compuesto nº 14	200	4,8	4
Compuesto nº 15	200	5,0	0
Compuesto nº 16	200	5,0	0
30 Sin tratamiento	-	5,0	-

420304



1976

1

Ensayo 6

Unas plantitas de pepino se cultivan en macetas de 9 cm de diámetro y, cuando se han desarrollado hasta la fase de una hoja, se cortan las hojas. Se diluye con agua un compuesto experimental en forma de polvo mojable y se aplica a la hoja de la semilla de las plantas a una dosis de 10 ml de la dilución por maceta. Al cabo de 4 horas se inocula sobre las hojas un inoculum de disco de micelio de Botrytis cinerea (diámetro, 5 mm). Cinco días después se observa el área infectada de las hojas y se calcula el grado de daño como en el Ensayo 4.

5

10

Los resultados se encuentran en la Tabla VI, donde se observa que los compuestos 3,5-diclorofenólicos (I-A: R = H), (I-B: R = H), (I-B: R = Na) y (II-A) presentan una actividad antifúngica más intensa que los compuestos análogos tales como los compuestos monoclorados correspondientes.

15

TABLA VI

<u>Compuesto experimental</u>	<u>Concentración (ppm)</u>	<u>Grado de daño</u>
<u>Esta invención</u>		
Compuesto (I-A: R = H)	200	0,1
Compuesto (I-B: R = H)	200	0,0
Compuesto (I-B: R = Na)	200	0,0
Compuesto (II-A)	200	0,0
<u>Comparativo</u>		
Compuesto nº 1	200	4,5
Compuesto nº 2	200	5,0
Compuesto nº 3	200	5,0
Compuesto nº 4	200	5,0
Compuesto nº 5	200	3,1
Compuesto nº 6	200	3,7

20

25

30

420304



1

TABLA VI (continuación)

<u>Compuesto experimental</u>	<u>Concentración (ppm)</u>	<u>Grado de daño</u>
Compuesto nº 7	200	5,0
<u>Fungicida comercial</u>		
"Triazine"*	200	1,4
Sin tratamiento	-	5,0

5

*
Nombre comercial de una composición fungicida que contiene 2,4-dicloro-6-(2-cloroanilino)-S-triazina como ingrediente activo.

10

Ensayo 7

Unas macetas de 9 cm de diámetro se llenan de tierra cultivable y sobre la superficie se dispersan 10 ml de tierra infectada con Pellicularia filamentosa. Se diluye con agua un compuesto experimental en forma de concentrado emulsionable hasta una concentración de 500 ppm y la dilución se vierte en estas macetas a razón de 15 ml por maceta. Al cabo de 4 horas se siembran 10 semillas de pepino en cada maceta. Quince días más tarde, se observa el estado de infección de las plantitas cultivadas y se calcula el porcentaje de vegetación de acuerdo con la siguiente ecuación:

15

20

$$\text{Porcentaje de vegetación} = \frac{\text{Número de plantitas sanas en la maceta tratada}}{\text{Número de germinaciones en la maceta no tratada}} \times 100$$

25

Los resultados se encuentran en la Tabla VII, en la que se observa que los compuestos 3,5-diclorofenólicos (I-B: R = H) y (I-B: R = Na) presentan una actividad antifúngica más intensa que los compuestos análogos tales como los corres-

30

420304



1 pondientes compuestos monoclorados.

TABLA VII

<u>Compuesto experimental</u>	<u>Concentración (ppm)</u>	<u>Porcentaje de vegetación (%)</u>
<u>Esta invención</u>		
Compuesto (I-B: R = H)	500	100
Compuesto (I-B: R = Na)	500	100
<u>Comparativo</u>		
Compuesto nº 3	500	0
Compuesto nº 4	500	0
Compuesto nº 5	500	0
<u>Sin tratamiento</u>		
Inoculado	-	0
No inoculado	-	100

Ensayo 8

Unas macetas de 9 cm de diámetro se llenan de tierra cultivable y sobre la superficie se dispersan 10 ml de tierra infectada con Fusarium oxysporum F. raphani. Se diluye con agua un compuesto experimental en forma de concentrado emulsionable hasta una concentración de 500 ppm y la dilución se vierte sobre cada maceta a razón de 15 ml por maceta. Al cabo de 4 horas se siembran 20 semillas de rábano en cada una. Tres semanas después se observa el estado de infección de las plantitas desarrolladas y se calcula el porcentaje de vegetación como en el Ensayo 7.

Los resultados se encuentran en la Tabla VIII, en la que se observa que los compuestos 3,5-diclorofenílicos (I-B: R = H) y (I-B: R = Na) presentan una actividad antifúngica más intensa que los compuestos análogos tales como los

420304



1 correspondientes compuestos monoclorados.

TABLA VIII

<u>Compuesto experimental</u>	<u>Concentración (ppm)</u>	<u>Porcentaje de vegetación</u>
<u>Esta invención</u>		
Compuesto (I-B: R = H)	500	100
Compuesto (I-B: R = Na)	500	100
<u>Comparativo</u>		
Compuesto nº 3	500	0
10 Compuesto nº 4	500	0
Compuesto nº 5	500	35
<u>Fungicida comercial</u>		
"Tachigaren"*	500	45
<u>Sin tratamiento</u>		
15 Inoculado	-	0
No inoculado	-	100

* Nombre comercial para una composición fungicida que contiene 3-hidroxi-5-metilisoxazol como ingrediente activo.

20 Como se deduce de los resultados de los ensayos anteriores, los compuestos 3,5-diclorofenólicos (I) y (II) son útiles en el control y prevención de enfermedades de las plantas tales como podredumbre causada por Sclerotinia, podredumbre causada por Rhizoctonia y moho gris causado por Botrytis de los cultivos de huerta y campo y de la roya, manchas pardas de las hojas y añublo de la vaina de las plantas de arroz.

25 Los compuestos 3,5-diclorofenólicos (I) y (II) pueden ser aplicados tal como se obtienen. Sin embargo, por razones prácticas, habitualmente se emplean en forma de compo-
30

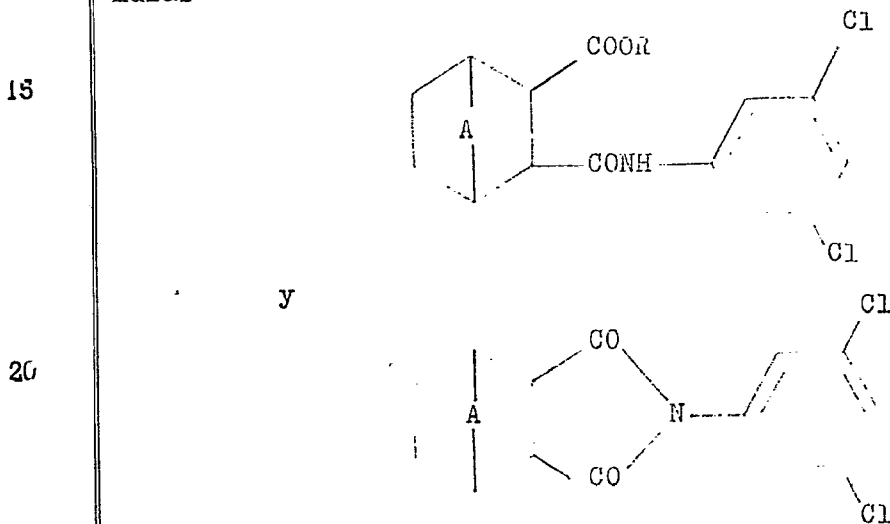


1 siciones en asociación con cualquier vehículo o diluyente
 agrícola aceptable, así como con cualquier agente ten-
 soactivo o agente humectante. La concentración de estos com-
 puestos en las composiciones puede oscilar aproximadamente
 5 entre 0,1 y 90% en peso, aunque esto no es esencial.

En resumen, la Patente de Invención que se soli-
 cita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de una
 10 composición agrícola que consiste en agregar como ingrediente
 activo por lo menos uno de los compuestos 3,5-diclorofeníli-
 cos representados por una cualquiera de las siguientes fór-
 mulas:



25 donde A es un grupo metileno o un átomo de oxígeno y R es
 un átomo de hidrógeno o un átomo de metal alcalino a un ve-
 hículo o diluyente inerte agrícola aceptable, al que
 opcionalmente se ha incorporado un agente tensoactivo o
 humectante, hasta que la concentración del o de los compues-
 tos 3,5-diclorofenílicos es de 0,1 a 90% en peso, y después
 30 mezclar uniformemente.

420304



1

2. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde la composición agrícola se prepara en forma de polvo fino, polvo mojable, concentrado emulsionable, rociado, aerosol, fumigante, gránulos cilíndricos o gránulos esféricos.

5

3. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde el vehículo o diluyente inerte agrícolamente aceptable es talco, tierra de diatomeas, serrín de madera, arcilla, agua o un disolvente orgánico.

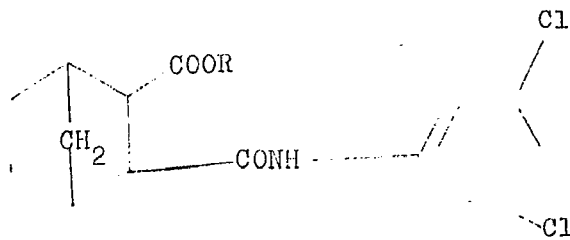
10

4. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde el agente tensoactivo o humectante es una sal metálica alcalina de un sulfato alifático de cadena larga, un derivado de ácido sulfúrico parcialmente neutralizado de un aceite de petróleo o de una glicerina natural o un producto de condensación de un óxido de alquileo con un ácido orgánico.

15

5. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde el ingrediente activo es un compuesto 3,5-diclorofenílico de fórmula:

20

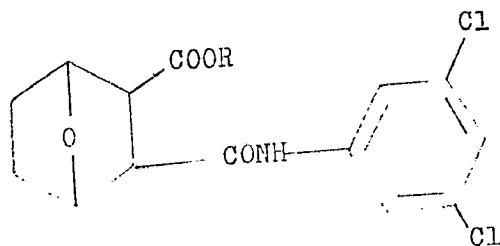


donde R es un átomo de hidrógeno o un átomo de metal alcalino.

25

6. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde el ingrediente activo es un compuesto 3,5-diclorofenílico de fórmula:

30

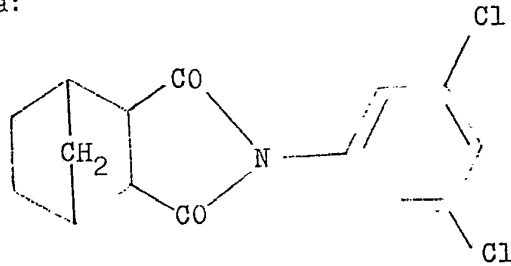


420304



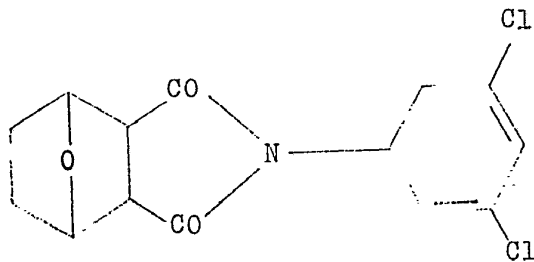
1 donde R es un átomo de hidrógeno o un átomo de metal alcali
no.

5 7. Un procedimiento según la reivindicación 1,
donde el ingrediente activo es un compuesto 3,5-diclorofe-
nílico de fórmula:



10

8. Un procedimiento según la reivindicación 1,
donde el ingrediente activo es un compuesto 3,5-diclorofení-
lico de fórmula:



15

20 9. Se reivindica por último como objeto sobre
el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
" UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION
AGRICOLA ".

25

30



420304

1 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria Descriptiva que consta de veintinueve páginas mecanografiadas.

Madrid, 2 de Noviembre de 1973

5 BERNARDO UNGRIA

P.P. *[Handwritten signature]*

10

15

20

25

30