



(18) ES	(11) NUMERO	(19) A 1
(21)	444.189	
(22)	FECHA DE PRESENTACION	
	9 enero 1976	

PATENTE DE INVENCION

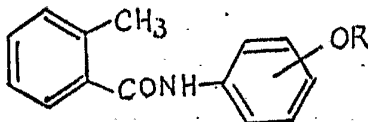
(30) PRIORIDADES:		
(31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
CONCEDIDA		
(47) FECHA DE PUBLICACION	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	CO7C/A01N	
(64) TITULO DE LA INVENCION.		
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COMPUESTOS O-METIL-BENZANILIDA.		
(71) SOLICITANTE (S)		
KUMIAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
4-26, Ikenohata 1-chome, Taitoh-ku, Tokyo, Japon.		
(72) INVENTOR (ES)		
ISAO CHIYOMARU; SEIGO KAWADA; y KIYOSHI TAKITA.		
(73) TITULAR (ES)		
(74) REPRESENTANTE		
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU		

10 MAYO 1977

1

Esta invención se refiere a un proceso para la producción de o-metil-benzanilida de fórmula:

5



10

en la que R representa un grupo alquilo de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo alquénilo, un grupo alquínilo, un grupo bencilo y un grupo cloro bencilo que es utilizado como compuesto germicida en agricultura.

15

20

25

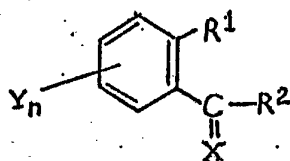
Un objeto de la presente invención es el de prevenir enfermedades agrícolas en plantas y suelos. Las composiciones agrícolas germicidas contienen compuestos (de dicha fórmula) del tipo o-metilbenzanilida, que son efectivos para prevenir enfermedades; plagas de la vaina de arroz y plaga bacteriana de las hojas; plaga del tomate tardío; antracnosis del pepino; enfermedad causada por los hongos en el tallo de la habichuela; borrón de la hoja de la alternaria y moho pulverulento de la manzana; enfermedad "phoma" en la naranja causada por los hongos en las plantas; "bund" del trigo; en la cebada, en el césped o en la planta del café; tizón en las plantas ornamentales o en vegetales; pastos "Smat" y enfermedades de Rhizoctonia y Fusarium en suelos; y son también efectivos como desinfectantes para las semillas.

30

Este efecto de los compuestos del tipo benzanilida están expuestos en la solicitud de Patente alemana

1 publicada Nº 190.436 y en la Patente Británica Nº 1.217.868.

Más precisamente, en la memoria descriptiva
de la primera de las patentes mencionadas, se han descrito
las o-metil benzanilidas y en la última mencionada, están
5 descritas las benzanilidas de fórmula



donde Y_n representa un átomo de hidrógeno; X representa un
átomo de oxígeno; R^2 representa NR^3R^4 y R^3 representa un
15 átomo de hidrógeno y R^4 representa un grupo fenil-alcoxi.

Los compuestos que se describen en la presen-
te invención son efectivos para inhibir las enfermedades de
las plantas y tienen un efecto germicida superior y de ma-
yor espectro anti-microbiano que las de los compuestos di-
20 vulgados en dicha Patente Alemana Nº 1.907.436 y en la Pa-
tente Británica Nº 1.217.868.

Entre las o-metil-carboxi-anilidas de la pre-
sente invención, las 3'-alcoxi-2-metil-benzanilidas, tienen
un efecto germicida en especial extremadamente superior así
25 como un efecto de protección y terapéutico para las plagas
de la vaina del arroz.

Estos compuestos descritos en la presente in-
vención son permeables en las plantas de modo que los com-
puestos pueden ser aplicados no sólo per pulverización o ro-
30 ciado, sino también por aplicación a los arrozales y al tra

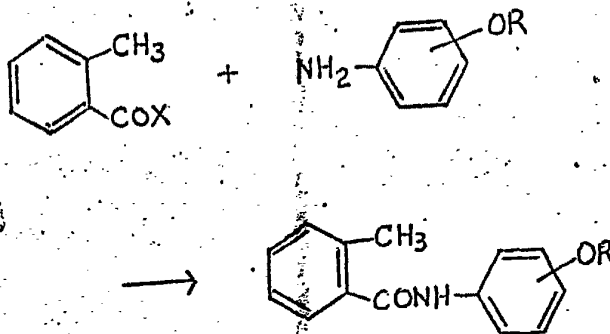
1 tamiento del suelo, y el efecto es persistente por un largo
tiempo.

Estos compuestos muestran muy baja toxicidad
para animales de sangre caliente, de modo que no se observó
ningún síntoma notable en el caso de la administración oral
5 a ratones de 10.000 mg/kg.

Los compuestos de la presente invención pueden ser preparados por cualesquiera de las reacciones siguientes.

10

Reacción (I)

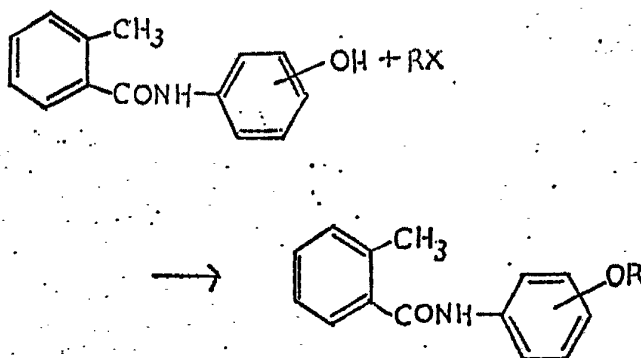


15

o por,

20

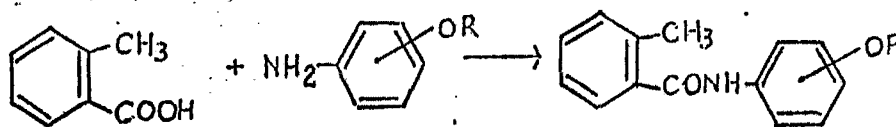
Reacción (II)



25

30

1 Reacción (III)



10 en las que X representa un halogeno y R tiene el valor antes definido. En la Reacción (I), los agentes dehidrohalogenantes pueden ser aminas terciarias, es decir trietilamina, dimetil-anilina, piridina; o álcalis es decir carbonato de sodio, bicarbonato de sodio, etc. Es también posible usar simplemente el doble de la cantidad estequiométrica del compuesto de anilina. Como disolvente de la reacción puede usarse cualquier disolvente siempre que sea inerte al o-metil-benzoil-haluro, así, el benceno, tolueno, acetona, eter, dioxano, acetonitrilo, etc.

15 La temperatura de la reacción puede fijarse en $-20 \sim 100^{\circ}\text{C}$. En la reacción (II) el agente dehidrohalogenante puede ser las aminas terciarias y los carbonatos o hidróxidos alcalinos, es decir hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, etc.

20 El disolvente de reacción puede ser uno de los disolventes usados en la reacción (I) así como agua y alcoholes. La temperatura de reacción puede ser $-20 \sim 100^{\circ}\text{C}$ para obtener elevados rendimientos.

25 En la reacción (III), los compuestos de la invención pueden prepararse por adición de un agente deshidratante a una mezcla de ácido o-tolúico y el compuesto de anilina en presencia o ausencia de una base en una reacción de una etapa.

30

1 La reacción (III) es la más ventajosa como
operación industrial para obtener los compuestos con eleva-
da pureza y un elevado rendimiento.

5 En la reacción (III), el agente deshidratante
puede ser oxi-cloruro de fósforo, tricloruro de fósforo,
pentacloruro de fósforo, tribromuro de fósforo, cloruro de
tionilo, cloruro de sulfurilo, ácido sulfónico, ácido sulfú-
rico, haluro de hidrógeno, carbo-imidas, alúmina y sílice.

10 Las bases pueden ser aminas terciarias es de-
cir, trimetilamina y piridina; carbonatos es decir carbona-
to de sodio y bicarbonato de sodio; e hidróxido alcalino es
decir hidróxido de sodio.

15 Los disolventes de reacción pueden ser bence-
no, tolueno, xileno, clorobenceno, acetona, metil-etil-ceto-
na, éter, dioxano, tetrahidrofurano, dimetilformamida, ace-
tonitrilo, cloroformo, tetracloruro de carbono, etc. La tem-
peratura de reacción puede ser $-20 \sim 200^{\circ}\text{C}$ y el tiempo de
reacción puede ser entre 1 y 20 horas.

20 Las preparaciones típicas de los compuestos
de la presente invención se ilustrarán, en los ejemplos si-
guientes:

EJEMPLO 1

Preparación de 3'-metoxi-2-metilbenzamida:

25 15,5 g (0,1 mol) de cloruro de ortometilbenzoilo fueron
agregados gota a gota a una solución de 11,9 g (0,1 mol) de
m-metoxianilina y 10,1 g (0,1 mol) de trietilamina en 250
ml de éter con agitación y enfriamiento.

30 Después de la adición, la mezcla fue manteni-
da a temperatura ambiente con agitación durante 5 horas y la
mezcla de reacción fue lavada con agua para eliminar el

1 clorhidrato de trietilamina y la capa de éter fue secada so
bre sulfato de sodio anhidro y luego el éter fue eliminado
para dar 23,9 g (rendimiento 99%) de un polvo fino en forma
de prisma con un punto de fusión de 142-143°C. IR cm^{-1} (table
5 ta-KBr), $\left. \begin{array}{l} \text{NH} \\ \text{CO} \end{array} \right\} \begin{array}{l} 3250(\text{S}) \\ 1655(\text{S}), 1610(\text{S}) \end{array}$.

EJEMPLO 2

Preparación de 2'-etoxi-2-metilbenzanilida:

19,9 g (0,1 mol) de bromuro de o-metilbenzoilo fueron agre
gados gota a gota con enfriamiento a una mezcla de 13,7 g
10 (0,1 mol) de o-etoxianilina y 8,4 g (0,1 mol) de bicarbona
to de sodio en 200 ml de acetona con agitación. Después de
la adición, la mezcla de reacción fue calentada a 40°C y la
mezcla fue agitada durante otras 40 horas a reflujo.

Después de filtrarla, el éter fue destilado
15 para eliminarlo de la mezcla de reacción y el material del
residuo fue disuelto en éter nuevamente y lavado con agua y
la capa etérea fue secada sobre sulfato de sodio anhidro y
el éter eliminado, y el producto fue destilado para produ
cir 24,1 g (rendimiento 94,5%) de un líquido claro rosa con
20 un punto de ebullición de 148°C/0,04 mmHg y n_D^{20} de 1,5929.
IR cm^{-1} (KBr-film) $\left. \begin{array}{l} \text{NH} \\ \text{CO} \end{array} \right\} \begin{array}{l} 3295(\text{S}), \\ 1655, 1615 (\text{S}) \end{array}$.

EJEMPLO 3

Preparación de 3'-iso-propoxi-2-metilbenzanilida:

22,7 g (0,1 mol) de 3'-hidroxi-2-metilbenzanilida fueron di
sueitos en 100 ml de solución de hidróxido de potasio 1N.
25 150 ml de etanol fueron agregados y se agitó esta solución
durante una hora y a continuación se agregaron 12,3 g (0,1
mol) de bromuro de iso-propilo.

Después de la adición de bromuro de iso-propil
30 lo, la mezcla de reacción fue calentada y agitada a reflujo

1 EJEMPLO 5

Preparación de 3'-n-amiloxi-2-metilbenzanilida:

22,7 g (0,1 mol) de 3'-hidroxi-2-metilbenzanilida fueron disueltos en 80 ml de dimetilsulfóxido y una solución de 4,0 g (0,1 mol) de hidróxido de sodio en 40 ml de agua fueron agregados. El total de la mezcla fue enfriado con agua helada y 15,1 g (0,1 mol) de n-bromuro de amilo fueron agregados gota a gota a la mezcla con agitación. Después de la adición, la mezcla de reacción fue calentada y mantenida a 70 a 80°C durante 3 horas.

La mezcla de reacción fue vertida sobre 500 ml de agua, y el producto precipitado fue filtrado y lavado con agua y secado.

El producto fue recristalizado de etanol para producir 23,8 g (rendimiento 80,0%) de agujas blancas con un punto de fusión de 90°C.

IR cm^{-1} (KBr-tableta) \downarrow NH 3270 (S), \downarrow CO 1645 (S).

EJEMPLO 6

Preparación de 3'-alil-oxi-2-metilbenzanilida:

22,7 g (0,1 mol) de 3'-hidroxi-2-metilbenzanilida fueron mezclados con 5,6 g de KOH disueltas en 120 ml de etanol y fueron agregados, con agitación y enfriamiento a 12,1 g (0,1 mol) de bromuro de alilo. Después de esta adición, la mezcla de reacción fue calentada y mantenida a 40-50°C durante 2 horas.

La mezcla de reacción fue vertida en 500 ml de agua helada y el producto precipitado fue filtrado y lavado con agua y secado.

El producto fue recristalizado de etanol dando 20,2 g (rendimiento 75,5%) de un cristal en polvo de color

1 blanco con un punto de fusión de 85-89°C.

IR cm^{-1} (KBr-tableta) \downarrow NH 3250 (S), \downarrow CO 1655 (S).

EJEMPLO 7

Preparación de 3'-propargil-oxi-2-metil-benzanilida:

5 22,7 g (0,1 mol) de 3'-hidroxi-2-metil-benzanilida, 11,9 g (0,1 mol) de bromuro de propargilo, 10,6 g (0,1 mol) de carbonato de sodio y 250 ml de acetona fueron mezclados y la mezcla fue mantenida a reflujo durante 4 horas con agitación.

10 Después de enfriarse la mezcla de reacción fue separada por filtración y la acetona fue destilada y el material residual fue disuelto en benceno y lavado con agua y deshidratado sobre sulfato de sodio anhidro y luego el benceno fue separado y el producto fue recristalizado de etanol en solución acuosa para dar 23,2 g (rendimiento 87,7%) de agujas finas blancas con un punto de fusión de 93-95°C.

EJEMPLO 8

Preparación de 3'-benciloxi-2-metil-benzanilida:

20 9,1 g (0,04 mol) de 3'-hidroxi-2-metilbenzanilida fueron disueltos en una solución de 2,3 g (0,041 mol) de hidróxido de potasio en 50 ml de etanol, y 5,1 g (0,04 mol) de cloruro de bencilo fueron agregados gota a gota a la solución anterior con agitación a temperatura ambiente.

25 Después de la adición la mezcla de reacción fue calentada y mantenida a reflujo durante 3 horas.

La mezcla de reacción fue vertida en 200 ml de agua, el producto precipitado fue filtrado y lavado con agua y secado.

30 El producto fue recristalizado de metanol 90% para dar 7,5 g (rendimiento 60,5%) de cristales en forma de

1 agujas de color blanco, con un punto de fusión de 114-115°C.
IR cm^{-1} (KBr-tableta) $\left\{ \begin{array}{l} \text{NH } 3230 \text{ (m)}, \\ \text{CO } 1645 \text{ (s)}. \end{array} \right.$

EJEMPLO 9

Preparación de 3'-metoxi-2-metilbenzanilida:

5 13,6 g (0,1 mol) de ácido o-metilbenzoico, 10,9 g (0,1 mol) de m-metoxianilina y 10,1 g (0,1 mol) de trietil-amina fueron disueltos en 250 ml. de tolueno. 4,6 g (0,033 mol) de tricloruro de fósforo fueron agregados gota a gota con agi
10 tación a la solución anterior a 20-60°C. Después de esta adición, la mezcla de reacción fue agitada a 80-90°C, duran
te 3 horas.

La mezcla de reacción fue enfriada y lavada con
agua para eliminar el clorhidrato de trietilamina, y el pro
15 ducto fue secado sobre sulfato de sodio anhidro, y el to-
lueno fue separado dando 22,8 g (rendimiento 95%) de crist
ales finos blancos en forma de prismas, con un punto de fu-
sión de 142-143°C.

EJEMPLO 10

Preparación de 2'-etoxi-2-metilbenzanilida:

20 13,6 g (0,1 mol) de ácido o-metilbenzoico, 13,7 g de o-eto
xi-anilina fueron disueltos en 200 ml de acetona.
4,7 g (0,033 mol) de pentóxido de fósforo fueron agregados
gradualmente a la solución anterior a 30-40°C.

25 Después de la adición la mezcla de reacción fue
mantenida a reflujo durante 3 horas con agitación, y la ace
tona fue separada y el producto residual fue vertido en
agua, y fue extraído con tolueno.

30 La capa toluénica fue secada sobre sulfato de
sodio anhidro y luego el tolueno fue separado dando 24,1 g
(rendimiento 94,5%) de un líquido claro rosa de punto de

1 ebullición de 148°C/0,04 mmHg y n_D^{20} de 1,5929.

EJEMPLO 11

Preparación de 3'-iso-propoxi-2-metilbenzanilida:

5 13,6 g (0,1 mol) de ácido o-metilbenzoico, 15,1 g (0,1 mol) de m-iso-propoxi-anilina y 10,1 g (0,1 mol) de trietilamina fueron disueltos en 100 ml de xileno.

5,1 g (0,033 mol) de oxi-cloruro de fósforo fueron agregados gota a gota a la solución anterior con agitación a 90-100°C. La mezcla fue agitada a 90-100°C durante 3 horas.

10 La mezcla de reacción fue enfriada y lavada con agua, y el producto fue secado sobre sulfato de sodio anhidro y el xileno fue separado dando 20,9 g (rendimiento 77,9%) de cristales blancos en forma de prisma con un punto de fusión 92°C a 94°C.

15 EJEMPLO 12

Preparación de 3'-n-propoxi-2-metilbenzanilida:

13,6 g (0,1 mol) de ácido o-metilbenzoico, 15,1 g (0,1 mol) de m-n-propoxi-anilina fueron disueltos en 100 ml de clorobenceno.

20 11,9 g (0,1 mol) de cloruro de tionilo fueron agregados gota a gota a la solución anterior a 40-50°C, y la mezcla fue agitada a 90-95°C durante 4 horas, mientras fueron generados en forma continua dióxido de azufre y ácido clorhídrico. Después de la reacción, la mezcla de reacción fue vertida en agua helada y extraída con una mezcla de disolventes, benceno y hexano.

25 El producto fue recristalizado del disolvente dando 23,6 g (rendimiento 88%) de cristales en forma de agujas blancas con un punto de fusión 92-94°C.

30 Los ingredientes típicos activos preparados me-

1 diante dichos procesos son los siguientes.

 Ocasionalmente los números de los compuestos se
mencionarán en la siguiente descripción.

Compuesto Nº 1

5 2'-metoxi-2-metilbenzanilida
 Cristales en forma de prisma blancos
 Punto de fusión 74-75°C.

Compuesto Nº 2

10 3'-metoxi-2-metilbenzanilida
 Cristales en forma de prisma finos blancos
 Punto de fusión 142-143°C

Compuesto Nº 3

15 4'-metoxi-2-metilbenzanilida
 Cristales en forma de agujas, blancos
 Punto de fusión 136-137°C.

Compuesto Nº 4

20 2'-etoxi-2-metilbenzanilida
 Aceite claro rosado
 Punto de ebullición 148°C/0,04 mmHg.

Compuesto Nº 5

 3'-etoxi-2-metilbenzanilida
 Cristales en forma de agujas blancas
 Punto de fusión 115-116°C.

Compuesto Nº 6

25 4'-etoxi-2-metilbenzanilida
 Cristales en forma de agujas blancas
 Punto de fusión 149-149,5°C.

Compuesto Nº 7

30 2'-iso-propoxi-2-metilbenzanilida
 Aceite claro marrón rojizo
 Punto de ebullición 143-145°C/0,01 mmHg.

- 1 Compuesto Nº 8
 3'-iso-propoxi-2-metilbenzanilida
 Cristales en forma de prisma, blancos
 Punto de fusión 92°C.
- 5 Compuesto Nº 9
 4'-n-propoxi-2-metilbenzanilida
 Cristales en polvo, blancos
 Punto de fusión 151-152°C.
- Compuesto Nº 10
- 10 3'-n-pentil-oxi-2-metilbenzanilida
 Cristales en forma de agujas blancas
 Punto de fusión 90°C.
- Compuesto Nº 11
- 15 3'-octil-oxi-2-metilbenzanilida
 Cristales en forma de agujas blancas
 Punto de fusión 95°C.
- Compuesto Nº 12
- 20 3'-n-dodecil-oxi-2-metilbenzanilida
 Cristales en polvo blancos
 Punto de fusión 65-66°C.
- Compuesto Nº 13
- 2'-alil-oxi-2-metilbenzanilida
 Aceite marrón rojizo pálido
 Punto de ebullición 151°C/0,025 mmHg
- 25 Compuesto Nº 14
 3'-alil-oxi-2-metilbenzanilida
 Cristales en polvo blancos
 Punto de fusión 85-89°C.
- 30 Compuesto Nº 15
 3'-propargil-oxi-2-metilbenzanilida

1

Polvo fino blanco

Punto de fusión 93-95°C.

Compuesto Nº 16

3'-benzil-oxi-2-metilbenzanilida

5

Cristales en forma de agujas blancas

Punto de fusión 114-115°C.

Compuesto Nº 17

3'-2-clorobenzil-oxi-2-metilbenzanilida

Cristales en forma de agujas finas blancas

10

Punto de fusión 116°C.

Compuesto Nº 18

3'-n-propoxi-2-metilbenzanilida

Cristales en forma de prisma blancos

Punto de fusión 92-93°C.

15

Compuesto Nº 19

3'-sec.-butoxi-2-metilbenzanilida

Cristales en forma de agujas blancas

Punto de fusión 75-77°C.

Compuesto Nº 20

20

3'-n-butoxi-2-metilbenzanilida

Cristales en forma de agujas grises

Punto de fusión 87°C.

25

El ingrediente activo puede ser utilizado en forma de las composiciones convencionales, por ejemplo en solución, emulsión, polvo humectable, gránulos finos, gránulos, y además polvo, sin embargo, es posible aplicar el ingrediente activo mismo.

30

Estas composiciones pueden prepararse mediante una mezcla convencional del ingrediente activo con un agente de dilución tal como un agente portador o excipiente, lí

1 quido o sólido, si es necesario junto con un agente emulsi-
ficante o un dispersante.

5 El diluyente líquido o agente portador puede ser
agua, hidrocarburos aromáticos, como xileno, benceno y me-
til-naftaleno; hidrocarburo aromático clorado, como cloro-
benceno; una fracción de aceite mineral, es decir parafina
o alcoholes, como metanol, propanol; un disolvente polar
del tipo dimetilformamida, dimetilsulfóxido, etc.

10 El diluyente sólido o agente portador puede ser
talco, arcilla, caolin, sílice hidratada, serrin, arena,
etc. El agente emulsificante puede ser ester polioxietileno
de un ácido carboxílico alifático, éter polioxietilénico o
alcohol alifático, etc.

15 El agente dispersante puede ser sales de meta-
les alcalinos, sales de metales alcalino-térreos o sales de
amonio de ácido sulfónico, de ácido alquilaril-sulfónico o
ácido lignin-sulfónico, y metilcelulosa, etc. El ingredien-
te activo puede ser combinado con otros compuestos germici-
das, por ejemplo Neo-Asozin (Sales férricas amónicas del
20 ácido metano-arsónico), Polyoxin (Antibiótico fungicida),
Validamycin (Antibiótico fungicida), Phenazina (óxido de 5-
fenazina), compuestos insecticidas, por ejemplo Sumithion
(O,O-dimetil O-(3-metil-4-nitrofenil) fosforotionato), Bay-
cid (O,O-dimetil O-(3-metil-4-metil-tiofenil) fosforotiona-
25 to) o Spanon (Clorhidrato de la sal de N-(2-metil-4-clorofe-
nil)-N,N-dimetilformamidina) para impartir un efecto siner-
gético.

30 Es también posible combinarlo con un fertilizan-
te, un acondicionador de suelo, etc.

1 EXPERIMENTO 1

Efecto de protección contra la plaga de los arrozales

15 plantas jóvenes de arroz (*Oryza sativa* L. var Kinmaze) fueron trasplantadas en tiestos en condiciones parecidas a las de un arrozal, en su sexta etapa de crecimiento de la hoja, y fueron rociadas con un polvo humectable germicida, suspendido en agua. Porciones de cultivos de "*Pellicuralia sasakii*" en su tercer día de vida, cultivados en un medio agar sacarosa patata, en cajas de Petri a 28°C, después de secadas, fueron seleccionadas e inoculadas en la vaina de la hoja y luego mantenidas por 8 días en una cámara de humedad elevada y a 28°C.

15 Luego fue medida la longitud de la lesión formada por la infección o infestación, sobre la vaina de la planta de arroz.

El polvo humectable germicida comprende 50% del ingrediente germicida, 45% de tierra de diatomeas, 2% de dinatíl-metano sulfonato de sodio y 3% de lignina sulfonato de sodio.

20 Los resultados de los ensayos (fueron usados tres tiestos para cada ensayo) se encuentran en la Tabla 1.

El valor de protección fue calculado de la manera siguiente:

25 Valor de Protección (%) = $1 - \frac{\text{longitud total de las lesiones en tratadas}}{\text{longitud total de las lesiones en no-tratadas}} \times 100$

30

1

Tabla 1

5

10

15

20

25

30

Ingrediente germicida	Concentración (ppm)	Lesiones: longitud total (cm)	Valor protector %	(daño por efecto químico) fitotoxicidad
Compuesto				
Nº 1	500	14,2	95,5	Nula
Nº 2	"	4,5	98,6	"
Nº 3	"	32,5	89,6	"
Nº 4	"	4,3	98,6	"
Nº 5	"	0	100	"
Nº 6	"	42,5	86,4	"
Nº 7	"	1,4	99,6	"
Nº 8	"	0	100	"
Nº 9	"	24,5	92,1	"
Nº 10	"	4,5	98,6	"
Nº 11	"	14,3	95,5	"
Nº 12	"	42,5	86,4	"
Nº 13	"	3,2	99,0	"
Nº 14	"	0	100	"
Nº 15	"	0	100	"
Nº 16	"	0	100	"
Nº 17	"	12,5	96,0	"
Nº 18	"	0	100	"
Nº 19	"	0	100	"
Nº 20	"	4,3	98,6	"

Tabla 1 (contin.)

Ingrediente germicida	Concentración (ppm)	Lesiones: longitud total (cm)	Valor protector %	(daño por efecto químico) fitotoxicidad
Referencia Compuesto Nº 101 Nº 102 Nº 103 Nº 104 Nº 105 Nº 106 Nº 107	500 " " " " " "	228,4 253,2 269,3 310,4 292,5 310,6 194,5	26,8 18,9 13,7 0,5 6,3 0,5 37,7	Nula " " " " " "
Polioxina PS emulsión Neo-Asozina solución No-tratada	25 16,2 -	43,2 0 312,1	86,2 100 0	Nula " "

Polioxina PS emulsión

 Neo-Asozina solución

(Fungicida antibiótico, Ingrediente activo.
 Tal como Polioxina B... 3%
 30,000 Dmu/g)

 (Sales férricas amónicas de metano ácido arsónico,
 Ingrediente activo.... 6,5%)

1

5

10

15

20

25

30

1 Los compuestos divulgados en la patente alemana
publicada Nº 1.907.436 y en la patente británica Nº 1.217.868.

■

5	Referencia compuesto Nº 101	2-metil-benzanilida
	Nº 102	2'-metil-2-metilbenzanilida
	Nº 103	2'-etil-2-metil-benzanilida
	Nº 104	4'-etil-2-metil-benzanilida
	Nº 105	4'-hidroxi-2-metil-benzanilida
	Nº 106	4'-metoxi-2-cloro-benzanilida
10	Nº 107	4'-metoxi-2-nitro-benzanilida

EXPERIMENTO 2

Efecto terapéutico sobre la vaina de la planta del arroz

15 15 plantas de almácigo, de arroz, (*Oryza sativa* L. var Kin-
maze) fueron trasplantadas a un tiesto en condiciones como
las de un arrozal. Porciones de cultivos en su segundo día
de vida (*Pellicularia sasakii*) cultivados en un medio agar
sacarosa patata, en cajas de Petri a 28°C, fueron inocula-
das a la vaina de los almácigos y mantenidas por 2 días en
una cámara de humedad elevada a 28°C.

20 Los almácigos fueron rociados con la suspensión
del polvo humectable, en agua, "Composición Nº 2".

Los almácigos rociados fueron mantenidos por
otros 6 días en la mencionada cámara.

25 Se midió la longitud de la lesión formada en una
vainas de la planta.

Los resultados de los ensayos (fueron usados
tres tiestos para cada ensayo) se encuentran en la Tabla 2.

El valor terapéutico fue calculado de la manera
siguiente:

30

$$\text{Valor terapéutico} \% = \left[1 - \frac{\text{Longitud total de las lesiones en tratadas}}{\text{Longitud total de las lesiones en no-tratadas}} \right] \times 100$$

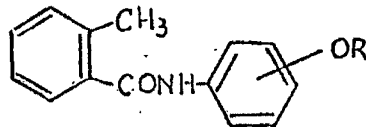
Tabla 2

Ingrediente germicida	Lesiones: longitud total (cm)	Valor terapéutico (%)		Fitotoxicidad (Daño por efecto químico)	
		500 ppm	Concentración 50 ppm 500 ppm	50 ppm	500 ppm 50 ppm
Compuesto					
Nº 1	29,2	(229,5)	91,1	(26,3)	Nula (Nula)
Nº 2	0	(7,2)	100	(97,7)	" (")
Nº 3	42,5	(284,5)	87,0	(8,6)	" (")
Nº 4	8,4	(240,3)	97,4	(22,8)	" (")
Nº 5	0	(0)	100	(100)	" (")
Nº 6	38,4	(259,0)	88,2	(16,8)	" (")
Nº 7	10,3	(236,2)	96,8	(24,1)	" (")
Nº 8	0	(0)	100	(100)	" (")
Nº 9	24,5	(294,5)	92,5	(5,4)	" (")
Nº 10	0	(13,4)	100	(95,7)	" (")
Nº 14	0	(12,4)	100	(96,0)	" (")
Nº 15	0	(10,7)	100	(96,6)	" (")
Nº 18	0	(0)	100	(100)	" (")
Nº 19	0	(0)	100	(100)	" (")
Nº 20	0	(0)	100	(100)	" (")
No-tratadas	326,4	(311,2)	0	(0)	" (")

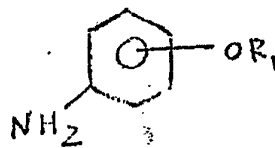
En resumen, La Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las Reivindicaciones siguientes:

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la producción de compuestos o-metil benzanilida de fórmula general



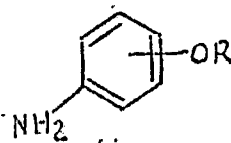
en la que R representa un grupo alquilo de 1 a 12 átomos de carbono, un grupo alquenilo, un grupo alquinilo, un grupo bencilo o clorobencilo, que comprende las etapas de hacer reaccionar ácido o-tolúico o su haluro con un compuesto de fórmula general



donde R₁ representa hidrógeno o cualquiera de los radicales indicados anteriormente para R, y en el caso de que R₁ sea hidrógeno hacer reaccionar el compuesto obtenido con un compuesto de fórmula general RX

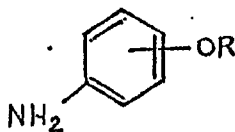
donde R tiene el significado dado anteriormente y X representa un halógeno.

2. Un procedimiento según la reivindicación 1, que comprende la reacción del ácido o-tolúico con un compuesto de fórmula



1 en la que R representa un grupo alquilo con 1 - 12 átomos
de carbono, un grupo alquenoilo, un grupo alquinilo, un gru-
po bencilo o un grupo clorobencilo en presencia de un agen-
te deshidratante.

5 3. Un procedimiento según la reivindicación 1
que comprende la reacción de un haluro de ácido o-tolúico
con un compuesto de fórmula general



en la que R es el definido en la reivindicación 1.

15 4. Se reivindica por último como objeto sobre
el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE COMPUESTOS O-METIL-
BENZANILIDA.

20 Todo conforme queda descrito y reivindicado en
la presente memoria descriptiva que consta de veintitres
páginas mecanografiadas.

Madrid 9 enero 1976
BERNARDO UNGRIA

P.P.



25

30