



ESPAÑA

(10) ES	(11) NUMERO 444.521	(10) A1
(22) FECHA DE PRESENTACION 21-1-76		

PATENTE DE INVENCION

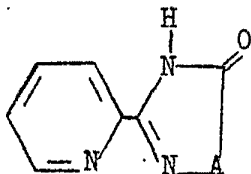
(30) PRIORIDADES:		
(31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
9543/1975	21-1-75	JAPON
19041/1975	14-2-75	JAPON
(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL C07D, A01N	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
(64) TITULO DE LA INVENCION UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION HERBICIDA O FUNGICIDA.		
(71) SOLICITANTE (S) SUMITOMO CHEMICAL COMPANY, LIMITED.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE No. 15, Kitahama 5-chome, Higashi-ku; Oseka-shi, Oseka-fu, JAPON		
(72) INVENTOR (ES) SHUNICHI HASHIMOTO; ASAMU KIRINO; TOSHIAKI OZAKI; NORIHISA YAMASHITA, todos ellos de nacionalidad japonesa.		
(73) TITULAR (ES)		
(74) REPRESENTANTE D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU		

1

RESUMEN DE LA INVENCION

Una composición herbicida y fungicida que comprende como ingrediente activo un compuesto de piridiltriazinona de fórmula:

5



10

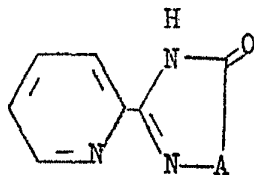
donde A representa $\begin{matrix} R \\ | \\ -NH-CH- \end{matrix}$ o $\begin{matrix} R \\ | \\ -N=C- \end{matrix}$ cuyo átomo de nitrógeno está conectado al átomo de nitrógeno de la fórmula anterior y R es un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo de 1 a 5 átomos de carbono, un grupo alcóxicarbonilmetilo cuyo alcóxi contiene de 1 a 3 átomos de carbono o un grupo fenilo.

15

COMPENDIO DE LA INVENCION

Esta invención se refiere a una composición herbicida y fungicida. Más especialmente, se refiere a una composición no medicinal (es decir, agrícola o industrial) para aplicaciones herbicidas y fungicidas, que comprende como ingrediente activo un compuesto de piridiltriazinona de fórmula:

20



(I)

25

donde A representa $\begin{matrix} R \\ | \\ -NH-CH- \end{matrix}$ o $\begin{matrix} R \\ | \\ -N=C- \end{matrix}$, cuyo átomo de nitrógeno está unido al átomo de nitrógeno de la fórmula anterior y R es un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo de 1 a 5 átomos de carbono (v.g. metilo, etilo, propilo, butilo, pentilo), un grupo alcóxicarbonilmetilo cuyo grupo alcóxi contiene de

30

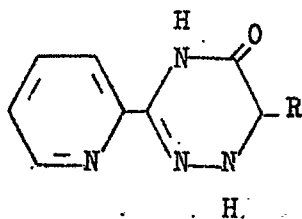
1 1 a 3 átomos de carbono (v.g. metoxicarbonilmetilo, etoxicar-
bonilmetilo, propoxicarbonilmetilo) o un grupo fenilo.

5 Algunos de los compuestos de piridiltriazinona (I) son
conocidos [véase Nippon Kagaku Kaishi (Journal of The Chemical
Society of Japan), 1973, 1519-1522]. Además, se sabe que algu-
nos derivados de 1,2,4-triazin-5-ona presentan actividad her-
bicida (véanse las publicaciones de patentes japonesas número
315/1969 y 20106/1970). Sin embargo, nunca se ha intentado es-
tudiar la actividad biológica de los compuestos de piridiltri-
10 azinona (I).

Ahora se ha encontrado que los compuestos de piridil-
triazinona (I) presentan excelentes actividades herbicida y
fungicida. Puede observarse que su actividad herbicida es mu-
cho más intensa que la de los conocidos derivados de 1,2,4-
15 triazinon-5-ona. También puede observarse que su actividad
fungicida es eficaz contra una amplia variedad de hongos fi-
topatógenos. Además puede observarse que ejercen una notable
actividad antimicrobiana contra diversos hongos y bacterias
parasitarios sobre artículos y productos industriales. Consti-
tuye una ventaja el hecho de que la toxicidad de los com-
20 puestos de piridiltriazinona (I) para los mamíferos y peces
es considerablemente baja.

Los compuestos de piridiltriazinona (I) incluyen los
dos grupos siguientes de compuestos de fórmulas:

25

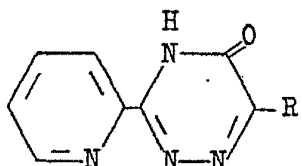


(Ia)

30

y

1



(Ib)

5

donde R es el definido anteriormente.

En la siguiente tabla se dan algunos ejemplos específicos de los compuestos de piridiltriazinona (I):

TABLA I

10

Compuesto núm.	Estructura química	Constante física
1	<p>Chemical structure 1: 2-(pyridin-2-yl)-2,4,6-triazin-5(1H)-one with H atoms at positions 1 and 4.</p>	p.f. 138-139°C
15		
2	<p>Chemical structure 2: 2-(pyridin-2-yl)-2,4,6-triazin-5(1H)-one with a methyl group (CH₃) at position 4 and H atoms at positions 1 and 4.</p>	p.f. 151-1515°C
20		
3	<p>Chemical structure 3: 2-(pyridin-2-yl)-2,4,6-triazin-5(1H)-one with an ethyl group (C₂H₅) at position 4 and H atoms at positions 1 and 4.</p>	p.f. 162-164°C
25		
4	<p>Chemical structure 4: 2-(pyridin-2-yl)-2,4,6-triazin-5(1H)-one with a phenyl ring at position 4 and H atoms at positions 1 and 4.</p>	p.f. 167-168°C
30		

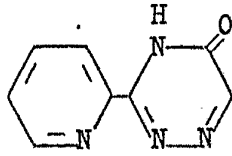
TABLA I (continuación)

1
5
10
15
20
25
30

Compuesto
nº

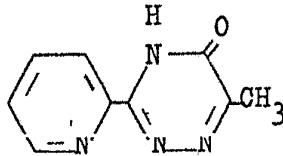
Constante
física

5



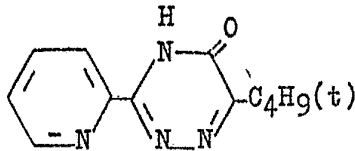
p.f. 217-219°C
(desc.).

6



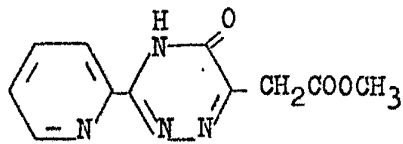
p.f. 299-300°C

7



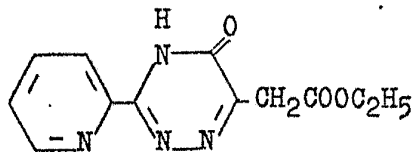
p.f. 114-115°C

8



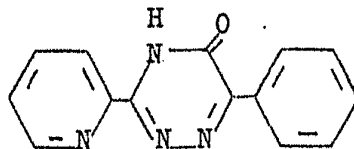
p.f. 124-126°C

9



p.f. 136-137°C

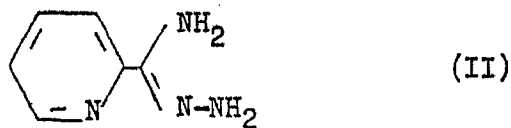
10



p.f. 177-178°C

1 Los compuestos de piridiltriazinona (I) pueden ser pro-
ducidos por diversos métodos de los que se dan a continuación
algunos ejemplos típicos.

5 El compuesto de piridiltriazinona (Ia) puede ser pro-
ducido por reacción de picolin-amidrazona de fórmula:



10 con un ácido haloacético o sus ésteres de fórmula:



15 donde X es un átomo de halógeno (v.g. cloro, bromo, yodo),
R' es un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo de 1 a 3 áto-
mos de carbono (v.g. metilo, etilo, propilo) y R es el defini-
do anteriormente. La reacción puede llevarse a cabo en un di-
solvente inerte (v.g. benceno, clorobenceno, tolueno, xileno,
ligroína, hexano, éter isopropílico, tetrahidrofurano, dioxana-
20 no, cloroformo, metanol, etanol, isopropanol, agua), preferi-
blemente en presencia de un agente eliminador de ácido (v.g.
hidróxido sódico, hidróxido potásico, metóxido sódico, etóxi-
do sódico, piridina, trietilamina, dimetilanelina, dietilani-
lina) dentro de amplios límites de temperatura desde refrige-
ración hasta calefacción.

25 El compuesto de piridiltriazinona (Ib) puede ser pro-
ducido por oxidación del compuesto de piridiltriazinona (Ia).
La oxidación puede efectuarse en un disolvente inerte (v.g.
metanol, etanol, éter isopropílico, tetrahidrofurano, dioxana-
30 no, acetona, cloroformo) con ligera irradiación o con un agen-
te oxidante (v.g. ácido crómico, ácido percrómico, permanganato)

1 to potásico, dióxido de manganeso, peróxido de hidrógeno
acuoso, ácido perbenzoico).

5 En otro procedimiento, el compuesto de piridiltriazinona (Ib) puede ser producido por reacción de la picolin-amidrazona (II) con un cetoácido o su éster de fórmula:



10 donde R y R' son los definidos anteriormente. La reacción puede llevarse a cabo en un disolvente inerte (v.g. agua, metanol, etanol, éter isopropílico, tetrahidrofurano, dioxano, acetona, cloroformo), dentro de amplios límites de temperatura desde la refrigeración hasta la calefacción.

15 Asimismo, el compuesto de piridiltriazinona (Ib) donde R es alcoxicarbonilmetilo puede ser producido por otro procedimiento alternativo, a saber, haciendo reaccionar la picolin-amidrazona (II) con un éster de ácido acetilendicarboxílico de fórmula:



20 donde R'' es un grupo alquilo de 1 a 3 átomos de carbono (v.g. metilo, etilo, propilo). La reacción puede efectuarse en un disolvente inerte (v.g. metanol, etanol, éter isopropílico, tetrahidrofurano, dioxano, acetona, cloroformo), dentro de amplios límites de temperatura desde la refrigeración hasta la calefacción.

25 Los compuestos de piridiltriazinona (Ia) o (Ib) así producidos pueden ser recuperados de la mezcla de reacción por un procedimiento de separación convencional, opcionalmente seguido de purificación.

30 A continuación damos algunos ejemplos específicos del procedimiento para la preparación de los compuestos de piridiltriazinona (I):

EJEMPLO 1

En un matraz de 4 bocas y 200 ml de capacidad se introducen 13,6 g de picolin-amidrazona, 15 g de trietilamina y 100 ml de benceno y la mezcla se enfría por debajo de 10°C mientras se agita. Después de añadir gota a gota 18,4 g de bromoacetato de etilo a 10-15°C con agitación, la mezcla resultante se calienta a reflujo durante 2 horas. Se enfría la mezcla de reacción y el hidrobromuro de trietilamina depositado se separa por filtración. Separando el disolvente a presión reducida se obtienen 12,9 g de 3-(2-piridil)-1,4,5,6-tetrahidro-1,2,4-triazin-5-ona en forma de cristales blancos, p.f. 138-139°C.

Análisis para $C_8H_8N_4O$:

Calculado : C, 54,55; H, 4,55; N, 31,82 %

Encontrado: C, 54,38; H, 4,63; N, 32,01 %

EJEMPLO 2

En un matraz de 4 bocas y 500 ml de capacidad se introduce una solución de 7,4 g de 3-(2-piridil)-6-metil-1,4,5,6-tetrahidro-1,2,4-triazin-5-ona en 200 ml de acetona y se añade gota a gota una solución de 3,2 g de permanganato potásico en 200 ml de acetona, a 10-15°C, con agitación. La mezcla resultante se agita durante 2 horas y después el dióxido de manganeso producido se separa por filtración. La acetona se separa a presión reducida para obtener 6,5 g de 3-(2-piridil)-6-metil-4,5-dihidro-1,2,4-triazin-5-ona en forma de cristales blancos, p.f. 299-300°C.

Análisis para $C_9H_8N_4O$:

Calculado : C, 57,45; H, 4,26; N, 29,79 %

Encontrado: C, 57,31; H, 4,22; N, 29,95 %

EJEMPLO 3

En un matraz de 4 bocas y 100 ml de capacidad se introducen 6,8 g de picolin-amidrazona y 40 ml de agua y se añaden gota a gota 6,5 g de ácido trimetilpirúvico a 10-15°C, con agitación. La mezcla resultante se calienta a 60°C durante una hora. Se enfría la mezcla de reacción y los cristales blancos depositados se recogen por filtración para dar 8,7 g de 3-(2-piridil)-6-terc-butil-4,5-dihidro-1,2,4-triazin-5-ona, p.f. 114-115°C.

Análisis para $C_{12}H_{14}N_4O$:

Calculado : C, 62,61; H, 6,09; N, 24,35 %

Encontrado: C, 62,56; H, 5,87; N, 24,37 %

EJEMPLO 4

En un matraz de 4 bocas y 100 ml de capacidad se introducen 6,8 g de picolin-amidrazona y 40 ml de etanol y se añaden gota a gota 8,5 g de acetilendicarboxilato de dietilo a 10-15°C, con agitación. La mezcla resultante se calienta a reflujo durante 3 horas. El disolvente se separa a presión reducida para obtener 12,4 g de 3-(2-piridil)-6-etoxicarbonylmetil-4,5-dihidro-1,2,4-triazin-5-ona, p.f. 136-137°C.

Análisis para $C_{12}H_{12}N_4O_3$:

Calculado : C, 55,38; H, 4,62; N, 21,54 %

Encontrado: C, 55,21; H, 4,54; N, 21,71 %

Otros compuestos de piridiltriazinona (I) pueden ser preparados por los procedimientos anteriores.

Los compuestos de piridiltriazinona (I) presentan una intensa actividad herbicida sobre malas hierbas tales como cerreig (Echinochloa crus-galli) y pata de gallina gigante (Digitaria sanguinalis) y maleza de tierras altas y arrozales como juncia (Cyperus difforuds), bleado de raíz roja

1 (Amaranthus retroflexus), cenizo común (Chenopodium album),
hierba gallinera (Stellaria media) y Rotala indica Koehne.
Ejercen su efecto herbicida por tratamiento del follaje y
también como tratamiento de pre-emergencia. Su selectividad
5 es tan notable que no se observa ningún efecto dañino apre-
ciable en muchos cultivos como plantas de arroz, trigo, rába-
nos, soja, algodón, remolacha, maíz y colza. Por lo tanto,
los compuestos de piridiltriazinona (I) son útiles como her-
bicidas para campos cultivados, arrozales, muertos, céspedes,
10 pastos, arboledas y bosques, tierras no cultivadas, etc.

Quando los compuestos de piridiltriazinona (I) se uti-
lizan como herbicidas, pueden ser aplicados tal como están o
en cualquiera de las formas de preparación como polvos finos,
gránulos, gránulos finos, polvos mojables y concentrados emul-
sionables. Estos preparados pueden producirse en combinación
15 con vehículos sólidos y líquidos. Los vehículos sólidos son,
por ejemplo, talco, bentonita, arcilla, caolín, tierra de dia-
tomeas, vermiculita, cal apagada, etc y los vehículos líqui-
dos son, por ejemplo, benceno, alcoholes, acetona, xileno,
20 metilnaftaleno, dioxano, ciclohexanona, etc. En la aplicación
práctica, pueden ser aplicados en combinación con agentes ten-
soactivos para uso agrícola, por ejemplo extendedores, con ob-
jeto de provocar y garantizar la actividad herbicida o pueden
ser aplicados en combinación con productos químicos agrícolas
25 como fungicidas, insecticidas y fertilizantes. También pueden
ser utilizados junto con otros herbicidas.

En general, los compuestos de piridiltriazinona (I)
pueden encontrarse en las composiciones herbicidas a una con-
centración de 0,1 a 95 % en peso.

30 Con mucha frecuencia, los compuestos de piridiltriazinona

1 nona (I) son formulados como composiciones concentradas que
se aplican al terreno o al follaje en forma de dispersiones
o emulsiones acuosas que los contienen en una proporción de
5 0,1 a 5 % en peso. Las composiciones dispersables o emulsio-
nables en agua son sólidos habitualmente conocidos como pol-
vos mojables o líquidos habitualmente conocidos como concen-
trados emulsionables. Estas composiciones concentradas pueden
ser utilizadas en las siguientes proporciones:

	<u>% en peso</u>
10 Compuesto de piridiltriazino- na (I)	10-80
Agente tensoactivo	3-10
Vehículo inerte	87-10

15 Los polvos mojables están constituidos por una mezcla
íntima, finamente dividida, de los compuestos de piridiltri-
azinona (I), un diluyente inerte y agentes tensoactivos. La
concentración del compuesto es habitualmente de 10 a 90 %
en peso. El vehículo inerte se selecciona habitualmente en-
tre las arcillas atapulgíticas, arcillas caolíníticas, arci-
20 llas montmorilloníticas, tierras de diatomeas y silicatos pu-
rificados. Los agentes tensoactivos eficaces, que constituyen
del 0,5 al 10 % del peso del polvo mojable, se encuentran en-
tre las ligninas sulfonatadas, los naftalensulfonatos conden-
sados, los naftalensulfonatos, los alquilbencenosulfonatos,
25 los alquilsulfatos y los agentes tensoactivos no iónicos co-
mo aductos de óxido de etileno y fenol.

30 Los concentrados emulsionables típicos de los compues-
tos de piridiltriazinona (I) contienen una concentración con-
veniente de los mismos, por ejemplo alrededor de 10 a 500 g
por litro de líquido, disueltos en un vehículo inerte que es

1 una mezcla de un disolvente no miscible con agua y emulgentes.
Los disolventes orgánicos útiles son productos aromáticos, es-
5 pecialmente xilenos y fracciones del petróleo, especialmente
las fracciones naftalénica y olefínica del petróleo de alto
punto de ebullición. También pueden emplearse otros muchos di-
solventes orgánicos como disolventes terpénicos y alcoholes
complejos como 2-etoxietanol. Los emulgentes adecuados para
los concentrados emulsionables se seleccionan entre los mis-
mos tipos de agentes tensoactivos utilizados para polvos mo-
10 jables.

Cuando los compuestos de piridiltriazinona (I) han
de ser aplicados al terreno, como en el caso de las aplica-
ciones de pre-emergencia, es conveniente utilizar un prepara-
do granulado. Este preparado contiene típicamente el compues-
15 to dispersado en un vehículo inerte granulado tal como arcilla
groseramente molida. El tamaño de partícula de los grán-
ulos oscila habitualmente entre 0,1 y 3 mm. El proceso habi-
tual de formulación de los gránulos consiste en disolver el
compuesto en un disolvente barato y aplicar la solución al
20 vehículo en una mezcladora de sólidos apropiada. Las compo-
siciones granuladas se encuentran habitualmente en las si-
guientes proporciones:

	<u>% en peso</u>
25 Compuesto de piridiltriazinona (I)	1-10
Agente tensoactivo	0- 2
Vehículo inerte	99-88

Algo menos económicamente, los compuestos de piridil-
triazinona (I) pueden ser dispersados en una masa constituida
30 por arcilla húmeda o cualquier otro vehículo inerte y después

1 la dispersión resultante se seca y se muele groseramente para producir el producto granulado deseado.

5 La mejor proporción de aplicación de los compuestos de piridiltriazinona (I) para el control de una mala hierba dada varía naturalmente con el método de aplicación del compuesto, el clima, el tipo de terreno, el agua y la materia orgánica contenida en el terreno y otros factores conocidos por los expertos en plantas. Sin embargo, se encontrará que la proporción de aplicación óptima está comprendida entre 10 0,25 y 300 g/área prácticamente en todos los casos. Las proporciones óptimas habitualmente están comprendidas dentro del intervalo preferido de 0,25 a 100 g/área.

15 El tiempo de aplicación de los compuestos de piridiltriazinona (I) al terreno o a las malas hierbas es muy variable ya que son eficaces como tratamientos de pre-emergencia y de post-emergencia. Se consigue por lo menos cierto control de las malas hierbas aplicando los compuestos en cualquier momento del desarrollo o germinación de las mismas. También pueden ser aplicados al terreno durante la temporada 20 de dormición para destruir las malas hierbas que germinan durante la siguiente estación cálida.

25 Cuando se utilizan los compuestos de piridiltriazinona (I) para controlar la maleza en los cultivos anuales, habitualmente lo mejor es realizar una aplicación de pre-emergencia del compuesto al terreno en el momento de siembra del cultivo. Si el compuesto ha de ser incorporado al terreno, habitualmente será aplicado e incorporado inmediatamente antes 30 de la siembra. Si ha de ser aplicado a la superficie, habitualmente lo más sencillo es aplicar el compuesto inmediatamente después de la siembra.

1 A continuación damos algunos ejemplos específicos de
las composiciones adecuadas para uso como herbicidas, donde
las partes y porcentajes se dan en peso y los números de las
compuestos utilizados como ingrediente activo corresponden
5 a los de la Tabla I.

EJEMPLO A

Polvo mojable

10 Se pulverizan 25 partes de Compuesto nº 6, 5 partes
de un agente tensoactivo (es decir éter polioxietilenaquí-
arílico) y 70 partes de talco y se mezcla bien para formar
un preparado en polvo mojable que contiene el ingrediente
activo a una concentración del 25 %.

EJEMPLO B

Concentrado emulsionable

15 Se mezclan bien 30 partes de Compuesto nº 9, 20 par-
tes de un agente tensoactivo (es decir, éter polietilenglicó-
lico) y 50 partes de ciclohexanona para formar un concentra-
do emulsionable que contiene el ingrediente activo a una con-
centración del 30 %.

EJEMPLO C

Gránulos

20 Se pulverizan y mezclan bien 5 partes de Compuesto nº
1, 40 partes de bentonita, 50 partes de arcilla y 5 partes
de lignosulfonato sódico. La mezcla resultante se amasa bien
25 con agua, se granula y se seca para obtener un preparado gra-
nulado que contiene el ingrediente activo a una concentración
del 5 %.

EJEMPLO D

Gránulos

30 Se pulverizan y mezclan bien 3 partes de Compuesto nú-

1 mero 5 y 97 partes de arcilla para formar un preparado granu-
lado que contiene el ingrediente activo a una concentración
del 3 %.

5 EJEMPLO E

Gránulos finos

Se amasan en una mezcladora de cinta 5 partes de Com-
puesto nº 2, 4 partes de lignosulfonato sódico, 86 partes de
arcilla ("Fubasami clay" marca registrada de Fubasami Clay
Co., Ltd) y 5 partes en peso de agua y se seca para obtener
10 un preparado granulado fino que contiene el ingrediente acti-
vo a una concentración del 5 %.

Los compuestos de piridiltriazinona (I) pueden contro-
lar las enfermedades de las plantas y son especialmente efi-
caces en el control o exterminio de las enfermedades de las
15 plantas tales como podredumbre del tallo de las hortalizas
(Sclerotinia sp.) y moho gris de las hortalizas (Botrytis
sp.). Además, ejercen una intensa actividad protectora contra
las enfermedades patógenas de las plantas como añublo del
arroz (Pyricularia oryzae), roya de la vaina del arroz
20 (Pellicularia sasakii), manchas de las hojas del arroz causa-
das por esporas de helmintos (Cochliobolus miyabeanus), añu-
blo bacteriano de las hojas del arroz (Xanthomonas oryzae),
podredumbre marrón del melocotón (Sclerotinia cinerea), roya
del capullo del manzano (Sclerotinia mali), amarilleamiento
25 y humedecimiento del rábano japonés (Fusarium oxysporum f.
raphani), roya del sur de la judía blanca (Corticium rolfsii),
mildíu pulverulento del pepino (Sphaerotheca fuliginea),
antracnosis del pepino (Colletotrichum sp.), podredumbre del
tomate (Phytophthora infestans), manchas negras de la pera
30 (Alternaria kikuchiana), mancha de la hoja del manzano

1 (Alternaria mali), podredumbre madura de la vid (Glomerella
2 cingulata), roya temprana del tomate (Alternaria solani) y
3 cancro bacteriano de los cítricos (Xanthomonas citri). Por
4 consiguiente, son útiles como fungicidas en agricultura.

5 Los compuestos de piridiltriazinona (I) también pre-
6 sentan una intensa actividad antimicrobiana sobre otros micro-
7 organismos distintos de los patógenos antes descritos. Así,
8 pueden ser utilizados en combinación con diversos artículos
9 o productos industriales como resinas sintéticas, pinturas,
10 productos de papel y fibra para protegerlos de la infestación
11 o daños bacterianos o fúngicos. Además, pueden ser utiliza-
12 dos como aditivos antimicrobianos, agentes de lavado, agentes
13 antisépticos y similares. Asimismo pueden controlar o exter-
14 minar légamos, algas y otros organismos dañinos que atacan a
15 diversos cuerpos en el mar y los perjudican, de forma que
16 pueden ser aplicados, en varias preparaciones, a las aguas
17 industriales, refrigeración y fabricación de papel, controlan-
18 do así los légamos, algas y similares que se producen en el
19 agua.

20 Los compuestos de piridiltriazinona (I) tienen la ven-
21 taja de ser muy poco tóxicos para los mamíferos y peces y
22 apenas irritar la piel incluso a la concentración de uso. Por
23 lo tanto, son muy seguros y muy prácticos.

24 Para exterminar las algas y microorganismos para con-
25 trolar la vida acuática perjudicial, pueden ser utilizados en
26 cualquiera de las formas de preparación comunes como polvos
27 finos, polvos mojables, aceites para rociadas, aerosoles, ta-
28 bletas, concentrados emulsionables, gránulos, gránulos finos
29 y fumigantes. En general, el contenido preferido de ingredien-
30 te activo (opcionalmente con otros componentes activos) en el

1 preparado es de 0,1 a 95,0 % en peso, preferiblemente de 0,2
a 90,0 % en peso y la cantidad preferida de ingrediente o in-
gredientes activos utilizada es habitualmente de 1 a 3000 g/
5 10 áreas, preferiblemente de 10 a 2000 g/10 áreas. En aplica-
ción en el campo, el ingrediente activo se utiliza generalmen-
te a una concentración de 1,0 a 0,01 % en peso de acuerdo con
el objeto de aplicación. La cantidad y concentración utiliza-
da depende de las formas de preparación, del tiempo de aplica-
10 ción, de los métodos de aplicación, de los lugares y objetos
de aplicación y similares, de manera que pueden ser modifica-
dos libremente con independencia de los intervalos antes ci-
tados. Los preparados mencionados pueden ser utilizados eficaz-
mente por cualquiera de los métodos de aplicación corrientes,
15 por ejemplo espolvoreo (dispersión de polvos), rociada, dis-
persión de gránulos, tratamientos del terreno, untado, reves-
timiento, inmersión y similares.

Los compuestos de piridiltriazinona (I) también pueden
ser aplicados por el método de rociada con un volumen ultra-
pequeño, por ejemplo a una concentración tan alta como el
20 95 % en peso de ingrediente activo o el 100 % en peso de in-
grediente activo. En el caso de los gránulos, el tamaño de
partícula debe ser uniforme, del orden de 250 mallas y se apli-
can de acuerdo con el objeto de la aplicación.

25 Además, los compuestos de piridiltriazinona (I) pueden
ser aplicados en combinación con otros productos químicos co-
mo blasticidina-S, kasugamicina, polioxina, validamicina,
celocidina, 3-[2-(3,5-dimetil-2-oxociclohexil)-2-hidroxietyl]
glutarimida, estreptomina, griseofluvina, pentacloronitro-
30 benceno, pentaclorofenol, nexaclorobenceno, tricloronitrometa-

1

5

10

15

20

25

30

no, 1,1,1-tricloro-2-nitroetano, diclorodinitrometano, tricloro-
ronitroetileno, 1,1,2,2-tetracloronitroetano, metilen-bis-
tiocianato, 2,6-dicloro-4-nitroanilina, etilen-bis-ditiocar-
bamato de cinc, dimetilditiocarbamato de cinc, etilen-bis-
ditiocarbamato manganoso, disulfuro de bis(dimetiltiocarba-
moilo), 2,4,5,6-tetracloroisofalonnitrilo, 2,3-dicloro-1,4-
naftoquinona, tetracloro-p-benzoquinona, p-dimetilaminoben-
cenodiazosulfonato sódico, 4,6-dinitrofenilcrotonato de 2-(1-
metilheptilo), acetato de 2-heptadecilimidazolina, 2,4-diclo-
ro-6-(o-cloroanilino)-S-triazina, acetato de dodecilguanidi-
na, S,S-ditiocarbonato cíclico de 6-metil-2,3-quinoxalindi-
tiol, tritiocarbonato cíclico de 2,3-quinoxalinditiol, N-tri-
clorometiltio-4-ciclohexen-1,2-dicarboxiimida, N-(1,1,2,2-te-
tracloroetiltio)-4-ciclohexen-1,2-dicarboxiimida, N-(diclo-
rofluormetiltio)-N-(dimetilsulfamoil)anilina, 1,2-bis(3-meto-
xicarbonil-2-tioureido)benceno, 1,2-bis(3-etoxicarbonil-2-tio-
ureido)benceno, 2-amino-1,3,4-tiadiazol, 2-amino-5-mercapto-
1,3,4-tiadiazol, O-fenilfenol, N-(3,5-diclorofenil)maleimida,
N-(3,5-diclorofenil)succinimida, N-(3,5-diclorofenil)itaconi-
mida, 3-(3,5-diclorofenil)-5,5-dimetiloxazolidin-2,4-diona,
4,4-dióxido de 2,3-dihidro-5-carboxanilido-6-metil-1,4-oxa-
tiina, 2,3-dihidro-5-carboxanilido-6-metil-1,4-oxatiina, 1-
(N-n-butylcarbamoil)-2-metoxicarbonilaminobencimidazol, S-ben-
cil-fosforotioato de O,O-di-isopropilo, S,S-difenilfosforodi-
tioato de O-etilo, S-bencil-S-etil-fosforoditioato de O-bu-
tilo, O-fenil-O-(2,4,5-triclorofenil)fosfato de O-etilo, O-(3-
metil-4-nitrofenil)fosforotioato de O,O-dimetilo, O,O-dimetil-
fosforoditioato de S-[1,2-bis(etoxicarbonil)etilo], S-(N-metil-
carbamoilmetil)fosforoditioato de O,O-dimetilo, O-(2-isopro-
pil-6-metil-4-pirimidil)ti fosfato de O,O-di etilo, N-metilcar-

1 bamato de 3,4-dimetilfenilo, metanoarsonato de hierro, metano-
arsonato de hierro y amonio, 2-cloro-4,6-bis(etilamino)-S-
triazina, ácido 2,4-diclorofenoxiacético (incluidos sus sales
5 y sus ésteres), ácido 2-metil-4-clorofenoxiacético (incluidos
sus sales y sus ésteres), éter 2,4-diclorofenil-4'-nitrofení-
lico, pentaclorofenolato sódico, N-(3,4-diclorofenil)propio-
namida, 3-(3,4-diclorofenil)-1,1-dimetilurea, α, α, α -trifluor-
2,6-dinitro-N,N-di-n-propil-p-toluidina, 2-cloro-2',6'-dietil-
N-(metoximetil)acetamida, N-metilcarbamato de 1-naftilo, N-
10 (3,4-diclorofenil)carbamato de metilo, N,N-dimetiltiolcarba-
mato de 4-clorobencilo, N,N-dialil-2-cloroacetamida, O-(3-me-
til-6-nitrofenil)-N-sec-butilfosforotioamidato de O-etilo,
S'-(p-terc-butilbencil)-N-(3-piridil)imidoditiocarbonato de
S-n-butilo y S'-(p-terc-butilbencil)-N-(3-piridil)imidoditio-
15 carbonato de S-n-heptilo.

En estos casos, el ingrediente activo individual en el
preparado mixto no experimenta ninguna reducción de su propio
efecto de control, de manera que es posible controlar dos o
20 más tipos de organismos dañinos al mismo tiempo. Además, con
algunas combinaciones se observa un efecto sinérgico debido
a la mezcla que se espera que sea suficientemente efectivo.

Los compuestos de piridiltriazinona (I) también pue-
den ser utilizados en combinación con otros productos quími-
cos agrícolas como fungicidas, nematocidas y acaricidas y/o
25 fertilizantes.

Para uso industrial, los compuestos de piridiltriazi-
nona (I) pueden ser aplicados en forma pura sin adición de
otros componentes inertes. Son solubles en la mayoría de los
disolventes de manera que los compuestos pueden ser formulados
30 en forma de preparados adecuados como soluciones, junto con

1 otros componentes inertes (diversos vehículos) y aplicados
por mezcla con los productos industriales o por revestimien-
to, inyección, inmersión o similares según las necesidades.

5 Cuando los compuestos de piridiltriazinona (I) se
utilizan con fines industriales, pueden ser incorporados di-
rectamente a los materiales que han de ser protegidos, por
ejemplo productos fibrosos (especialmente mezclas de celulo-
sa o viscosa), materiales que contienen substratos de resinas
10 sintéticas como poliamidas o poli(cloruro de vinilo), pintu-
ras o lacas que contienen caseína, pigmentos orgánicos o in-
orgánicos, agentes espesadores preparados a partir de deriva-
dos de almidón o celulosa, materiales viscosos o aceites ani-
males, apósitos permanentes que contienen alcohol poliviní-
lico como substrato, cosméticos como jabones o cremas, ungüen-
15 tos, polvos, polvos dentífricos y similares. Además, los com-
puestos de esta invención pueden ser utilizados en forma de
aerosol, líquidos para la limpieza en seco, soluciones orgáni-
cas para uso como impregnantes de madera y soluciones emulsio-
nadas.

20 Los compuestos de piridiltriazinona (I) también pueden
ser utilizados para proteger sustancias susceptibles de pu-
drirse fácilmente, por ejemplo cuero, papel y similares, en
forma de suspensión acuosa junto con un agente humectante o
dispersante.

25 La aplicación preferida de los compuestos de piridil-
triazinona (I) es en la desinfección de productos lavados y
protección de los productos contra el ataque de los microorga-
nismos. Para este fin se prefiere utilizar los compuestos de
piridiltriazinona (I) en forma de líquido de lavado que los
30 contiene a una concentración de 0,1 a 500 ppm. Pero la con-

1 centración no siempre se limita a este intervalo.

5 Los compuestos de piridiltriazinona (I) son solubles en la mayoría de los disolventes orgánicos, independientemente de que se trate de un disolvente hidrofílico o de un disolvente no miscible con agua, por ejemplo benceno, xileno, éter, dioxano, acetona, metil-isobutil-cetona, ciclohexanona, isoforona, cloroformo, tricloroetano, metilcellosolve, etilcellosolve, butilcellosolve, dimetilformamida, dimetilsulfóxido, acetonitrilo, metilnaftaleno y similares.

10 Es preferible utilizar los compuestos de piridiltriazinona (I) de esta invención en combinación con los siguientes fungicidas que han sido convencionalmente utilizados para fines industriales y en este caso el efecto de control de los
15 ingredientes activos no se reduce debido a la combinación sino que más bien cabe esperar un cierto efecto sinérgico debido a esta combinación: fenoles halogenados como pentaclorofenol, 2,4,5-triclorofenol, 2,4,6-triclorofenol y sus sales, compuestos de cobre como óxido cuproso, óxido cúprico y nafte-
20 nato de cobre, compuestos de estaño como óxido de bis(tributilestaño), cloruro de bis(tributilestaño), acetato de bis(tributilestaño) e hidróxido de bis(tributilestaño) (en este caso, el grupo tributilo puede ser sustituido por un grupo
25 trialquilo o trifenilo), ésteres aminobenzoicos como p-amino-benzoato de butilo, derivados de ácido salicílico como salicilanilida y salicilanilida halogenada, clorhexidina, monoalquil-bis(aminoetil)glicina y sus sales, 1,2-benzoisotiazolin-3-ona, bromoacetato de bencilo, 2-(4-tiazolil)bencimidazol, p-cloro-m-xilenol, 2,2'-dihidroxi-5,5'-diclorofenilmetano, ácido deshidroacético, formalina, nitrofuranos, oxiquinolinas, o-fenilfenol, bifenilo, jabón de cresol, creosota,

30

1 dimetilcinc, ditiocarbamatos, benzotiazoles, metilen-bis-tio-
cianato, etc.

5 A continuación damos algunos ejemplos específicos de
composiciones adecuadas para uso fungicida, donde las partes
y porcentajes se dan en peso y los números de los compuestos
utilizados como ingrediente activo responden a los de la
Tabla I.

EJEMPLO O

Polvo mojable

10 Se pulverizan y mezclan bien 50 partes del Compuesto
nº 1, 5 partes de un agente humectante (es decir, alquilben-
cenosulfonato) y 45 partes de tierra de diatomeas para formar
un preparado en polvo mojable que contiene el ingrediente
activo a una concentración del 50 %.

15 EJEMPLO P

Polvo fino

20 Se pulverizan y mezclan bien 7 partes de Compuesto
nº 2 y 93 partes de arcilla para formar un preparado en pol-
vo fino que contiene el ingrediente activo a una concentra-
ción del 7 %.

EJEMPLO Q

Gránulos cilíndricos

25 Se pulverizan y mezclan bien 8 partes de Compuesto
nº 3, 35 partes de bentonita, 52 partes de arcilla y 5 par-
tes de ligninsulfonato sódico. La mezcla se amasa con agua
y se granula para formar un preparado de gránulos cilíndri-
cos que contiene el ingrediente activo a una concentración
del 8 %.

30

1

EJEMPLO R

Concentrado emulsionable

5

Se mezclan bien 20 partes del Compuesto nº 4, 15 partes de un emulgente (es decir éter polioxietilenglicólico) y 65 partes de ciclohexanol para formar un preparado concentrado emulsionable que contiene el ingrediente activo a una concentración del 20 %.

EJEMPLO S

Gránulos

10

Se pulverizan suficientemente y se mezclan bien 5 partes de Compuesto nº 5, 93,5 partes de arcilla y un ligante (es decir, alcohol polivinílico). La mezcla resultante se amasa con agua, se granula y se seca para obtener un preparado granulado que contiene el ingrediente activo a una concentración del 5 %.

15

20

Algunos de los resultados de los ensayos que confirman los efectos herbicidas y fungicidas de los compuestos de piri-diltriazinona (I) se encuentran en los siguientes ejemplos, donde las partes se dan en peso. En estos ejemplos, los números de los compuestos de la invención corresponden a los indicados en la Tabla I mientras que los números de los compuestos conocidos, incluidos con fines comparativos, corresponden a los indicados en la siguiente tabla:

25

30

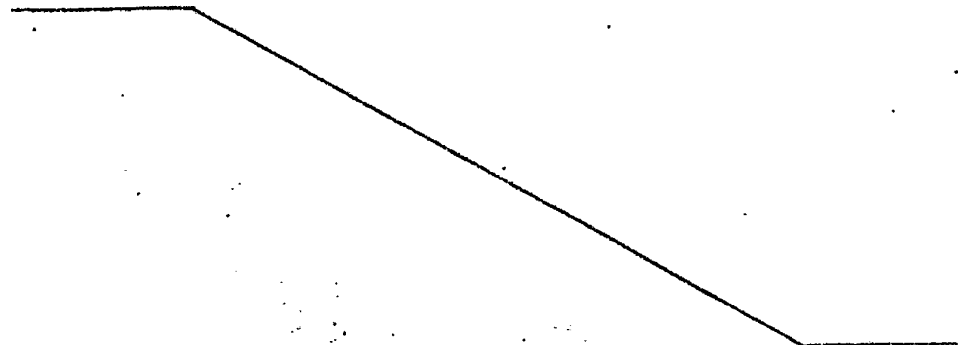
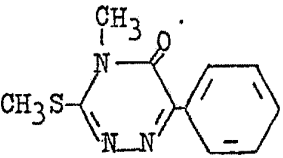
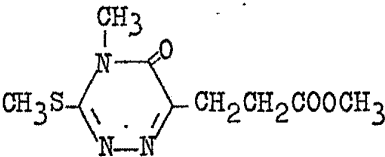
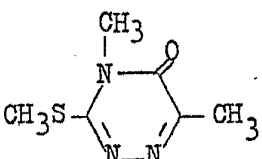
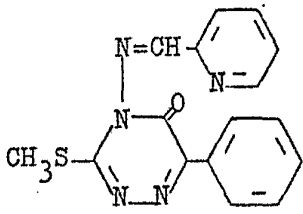
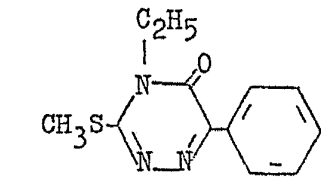
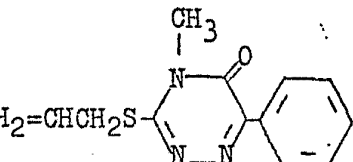


TABLA II

Compues to nº	Estructura química	Bibliografía
1		
5	i 	Publicación de patente japone sa nº 20106/1970
	ii 	Publicación de patente japonesa nº 20106/1970
10	iii 	Publicación de patente japonesa nº 20106/1970
15	iv 	Publicación de patente japonesa nº 315/1969
20	v 	Publicación de patente japonesa nº 20106/1970
25	vi 	Publicación de patente japonesa nº 20106/1970
30		

1.

EJEMPLO 1

Aplicación de pre-emergencia

5

Tomando pata de gallina gigante (Digitaria sanguinalis) como representativa de las malas hierbas, bledo de raíz roja (Amaranthus retroflexus) y cenizo común

10

(Chenopodium album) como representativos de la maleza de hoja ancha y el trigo y rábanos como representativos de cultivos, se siembran en unas macetas de 10 cm unas semillas de las hierbas y de los cultivos y se cubren con tierra. Los concentrados emulsionables que contienen el compuesto de ensayo se diluyen con agua y se aplican al terreno mediante un pulverizador manual. Todas las hierbas y las cosechas se culti-

15

tivan en un invernadero y se determina la actividad herbicida de los compuestos 20 días después de la aplicación. La actividad herbicida se evalúa mediante los siguientes números, de 0 a 5:

20

<u>Numero</u>	<u>Porcentaje de inhibición (%)</u>
0	0
1	20
2	40
3	60
4	80
5	100

25

Los resultados se encuentran en la Tabla III.

30

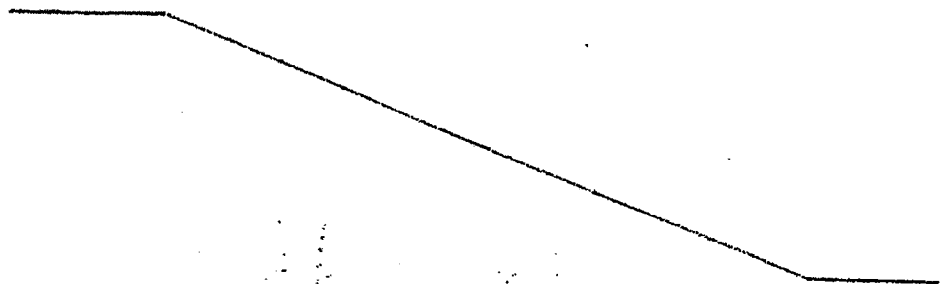


TABLA III

<u>Compos</u> <u>to n°</u>	<u>Cantidad</u> <u>aplicada</u> <u>(g/a)</u>	<u>Pata de ga</u> <u>llina gi-</u> <u>gante</u>	<u>Rábano</u>	<u>Bledo de</u> <u>raíz roja</u>	<u>Trigo</u>	
1	20	5	0	5	0	
5	10	5	0	5	0	
2	20	5	2	5	0	
	10	5	0	5	0	
3	20	5	1	5	0	
	10	5	0	5	0	
10	4	100	5	5	0	
	50	5	0	5	0	
5	20	5	1	5	0	
	10	5	0	5	0	
6	20	5	2	5	0	
	10	5	0	5	0	
15	7	20	5	0	5	0
	10	4	0	3	0	
8	20	5	0	5	0	
	10	3	0	3	0	
20	9	20	5	0	5	0
	10	4	0	3	0	
10	100	5	0	5	0	
	50	5	0	5	0	
i	20	4	4	4	4	
	10	3	4	2	4	
25	v	20	4	4	4	1
	10	3	3	2	0	
vi	20	4	4	3	4	
	10	2	4	2	3	

30

EJEMPLO 2

Aplicación por inundación con agua

Una maceta Wagner de 14 cm de diámetro se llena con 1,5 kg de tierra de arrozal y se lleva al estado de un arrozal. A la maceta se transplantan unas matitas de arroz que se encuentran en la fase de 3 hojas y además se siembran semillas de cerreig (Echinochloa crus-galli). Se aplica la cantidad requerida del compuesto de ensayo al terreno inundado de agua. Veinticinco días después de la aplicación, se comprueba la actividad herbicida y la fitotoxicidad del compuesto de ensayo en las plantas transplantadas y sembradas y en las malas hierbas de hoja ancha que han germinado espontáneamente como la monocoria (Monochoria vaginalis Presl.), falsa pamplina (Linderna pyxidaria) y Rotala indica Koehne.

Se aplica un polvo mojable que contiene una cantidad predeterminada del compuesto de ensayo, en una proporción de 15 ml/maceta, mediante una pipeta. La actividad herbicida se evalúa mediante los siguientes números, de 0 a 5.

	<u>Números</u>	<u>Porcentaje de inhibición (%)</u>
	0	0
	1	20
	2	40
	3	60
	4	80
	5	100

En cuanto a la evaluación de la fitotoxicidad, se comprueban los tres factores (es decir, altura de la hierba, número de retoños y peso total (peso seco)) y se calcula para cada factor una relación entre la parcela tratada y la

1 parcela no tratada. La fitotoxicidad se evalúa basándose en el valor mínimo de las tres relaciones que se clasifica en los siguientes grados, de 0 a 5.

5	<u>Grado</u>	<u>Relación de la parcela no tratada (%)</u>
	0	100
	1	80
	2	60
	3	40
10	4	20
	5	0

Los resultados se encuentran en la Tabla IV.

TABLA IV

15	<u>Compuesto nº</u>	<u>Cantidad aplicada (g/a)</u>	<u>Actividad herbicida</u>		<u>Fitotoxicidad (trigo)</u>
			<u>Cerreig</u>	<u>Hojas anchas</u>	
	1	20	5	5	1
		10	5	5	0
	2	20	5	5	1
		10	5	5	0
20	3	20	5	5	0
		10	5	3	0
	4	100	4	5	0
		50	4	4	0
	5	20	5	5	1
25		10	5	5	0
	6	20	5	5	1
		10	5	5	0
	7	20	5	4	1
		10	4	4	0
30					

TABLA IV (continuación)

Compues to nº	Cantidad aplicada (g/a)	Actividad herbicida			
		Cerreig	Hojas anchas	Fitotoxicidad (trigo)	
5	8	20	5	4	1
		10	3	4	0
	9	20	5	4	1
		10	4	4	0
10	10	100	5	5	0
		50	5	5	0
	i	20	3	2	2
		10	2	1	1
	v	20	3	3	3
		10	1	2	2
15	vi	20	3	3	2
		10	3	2	1

EJEMPLO 3

Actividad protectora sobre el añublo del arroz (*Pyricularia oryzae*)

20 Se cultivan unas plantitas de arroz (variedad Wase-Asahi) hasta la fase de 3 hojitas, en una maceta de 10 cm. Sobre las plantitas de arroz se pulveriza cada una de las soluciones que contienen una cantidad predeterminada de los compuestos de ensayo en una proporción de 7 ml/maceta. Al 25 cabo de un día, se inocula por pulverización una suspensión de esporas de *Pyricularia oryzae* y se comprueba la actividad fungicida de los compuestos de ensayo. El porcentaje de control se calcula a partir de la siguiente ecuación:

30

$$\text{Porcentaje de control (\%)} = \frac{\left(\frac{\text{Número de manchas en la parcela no tratada}}{\text{Número de manchas en la parcela no tratada}} \right) - \left(\frac{\text{Número de manchas en la parcela tratada}}{\text{Número de manchas en la parcela tratada}} \right)}{\text{Número de manchas en la parcela no tratada}} \times 100$$

Los resultados se encuentran en la Tabla V.

TABLA V

Compuesto nº	Concentración de ingrediente activo (ppm)	Porcentaje de control	Fitotoxicidad
1	100	100,0	nula
2	100	100,0	"
3	100	100,0	"
4	100	93,7	"
5	100	100,0	"
6	100	98,8	"
7	100	99,2	"
8	100	96,4	"
9	100	97,5	"
10	100	92,6	"
i	100	5,4	"
Parcela no tratada	-	0	-

EJEMPLO 4

Uso en líquidos de lavado

Se disuelve una parte del compuesto de ensayo (es decir, Compuestos núms. 1, 2, 5, 6 o 9) en 20 partes de dimetilsulfóxido y la solución resultante se agrega a un líquido de lavado que contiene jabón sódico a razón de 1,5 g/l, de forma que se alcance una concentración de 25 mg del compuesto de ensayo por litro. Se sumerge una parte de tejido de algodón blanco en 20 partes del líquido resultante y el baño se calienta a 80°C. El tejido se trata a la misma temperatura durante 20

1 minutos y se aclara primero durante 40 minutos y después du-
rante 3 minutos con agua blanda. A continuación se centrifuga
el tejido para expulsar el agua y después se seca y se plan-
cha. El tejido acabado se corta en piezas de ensayo redondas
5 de 20 mm de diámetro. Estas piezas de ensayo se colocan en
un medio de ágar con una placa Petri inoculada con
Staphylococcus aureus 209P o con Escherichia coli K-12 y se
incuba durante 24 horas, realizándose la incubación a 37°C
durante 24 horas. Una vez terminada la incubación, se encuen-
tra que los microorganismos no viven en las piezas de ensayo
10 tratadas con los Compuestos núms. 1, 2, 5, 6 y 9 y que se ha
formado una zona donde no hay microorganismos en la parte ex-
terna de las piezas de ensayo colocadas sobre el ágar.

EJEMPLO 5

Preservación del pescado fresco

15 Se prepara una solución acuosa al 1 % del compuesto
de ensayo y se agrega a un agua de mar con objeto de llegar
a una concentración predeterminada del compuesto del ensayo.
Se sumergen unas caballas en este agua de mar durante unos
20 30 minutos, se deshidratan y se preservan a 5°C en un frigo-
rífico. El grado de frescura se decide determinando la canti-
dad de nitrógeno básico volátil contenida en el pescado, por
el método de Kjeldal.

25 Los resultados se encuentran en la Tabla VI.

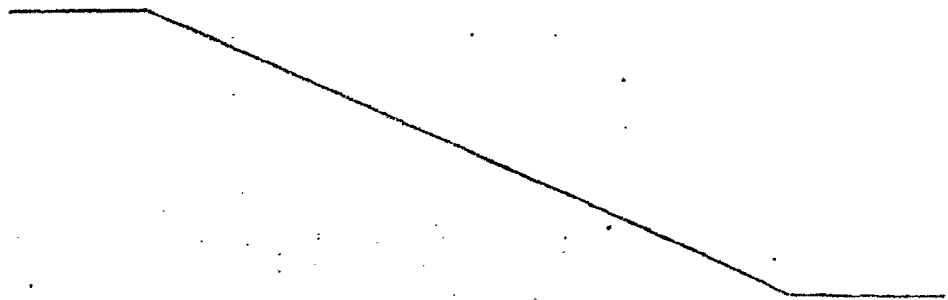


TABLA VI

Com- puestos ²	Concentra- ción de in- grediente activo en el agua de mar (ppm)	Cantidad de nitrógeno básico volá- til(mg %)		
		Al cabo de 3 días	Al cabo de 8 días	Al cabo de 12 días
1	5	10	18	28
2	5	10	21	31
4	5	10	19	30
5	5	10	17	28
6	5	11	20	30
10	5	10	18	29
i	5	15	36	71
iii	5	16	39	73
sin trata- miento	0	18	46	80

EJEMPLO 6

Uso en resinas sintéticas

Se mezclan 65 partes de poli(cloruro de vinilo) en polvo, 35 partes de sebacato de dibutilo, 2 partes de dilaurato de dibutilestaño y 0,5 partes del compuesto de ensayo (es decir, Compuestos núms. 1, 2, 5 o 6). La mezcla se amasa uniformemente a 160°C durante 10 minutos en un juego de rodillos mezcladores y se extruye formando una lámina de 0,3 mm de espesor. La lámina se corta en piezas de ensayo redondas de 20 mm de diámetro y las piezas de ensayo se tratan de la misma forma que en el Ejemplo 4. No se detecta Staphylococcus aureus 209P ni Escherichia coli K-12 en las piezas de ensayo tratadas con los Compuestos 1, 2, 5 y 6 y se forma una zona donde no hay microorganismos en la parte externa de las piezas de ensayo colocadas sobre el ágar.

1

EJEMPLO 7

Actividad protectora de las aguas blancas

5

Se disuelven o suspenden 10 g de cada uno de los compuestos de ensayo (es decir, Compuestos núms. 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9 y 10) en 100 ml de agua y 5 ml de cada una de las soluciones se diluyen con 1 litro del agua blanca resultante de un proceso de producción de pulpa de madera. Se diluyen de nuevo 5 ml de cada una de las soluciones resultantes con 2 litros del agua blanca. A 100 ml de la solución de ensayo así obtenida se añaden 10 g de azúcar de uva, 1 g de peptona, 0,05 g de sulfato magnésico y 0,01 g de cloruro cálcico y la mezcla se esteriliza calentándola y se inocula con Bacillus sp. aislado del lógamo resultante de un proceso de fabricación de papel. No se detecta en absoluto propagación del hongo.

10

15

EJEMPLO 8

Uso en pinturas

20

25

<u>Materiales</u>	<u>Partes</u>
Compuesto de ensayo	10
Oxido de cinc	20
Oxido de hierro rojo	10
Sulfato bórico precipitado	10
Aceite de linaza	10
Resina de madera	20
Nafta	20

30

Se aplican a brocha 3 g de la pintura preparada en la formulación anterior sobre un panel de resina de cloruro de vinilo (30 cm x 20 cm x 5 mm) y se seca. Cada panel se monta sobre un bastidor de madera y se sumerge en el mar (Bahia de Toba, Prefectura de Mie, Japón) de manera que la

1 mitad inferior del panel se encuentra bajo la superficie del
 agua (20 de Junio). Al cabo de 2 meses, se saca el panel y
 se comprueba y evalúa la actividad protectora basándose en
 la proporción de la superficie a la que se ha fijado la vida
 5 marina. El criterio de evaluación es el siguiente:

<u>Indice de eva- luación</u>	<u>Proporción del área</u>
0	No hay vida marina fijada
1	Menos del 2 %
2	2-5 %
3	5-20 %
4	20-60 %
5	Más del 60 %

Los resultados se encuentran en la Tabla VII

TABLA VII

<u>Compues- to nº</u>	<u>Vida marina</u>		
	<u>Légamo</u>	<u>Lechuga marina</u>	<u>Lapas</u>
1	0	0	0
2	0	1	1
3	0	1	1
4	1	1	2
5	0	0	0
6	0	1	1
7	0	1	1
8	1	2	2
9	1	2	2
10	1	1	2
i	3	4	4
ii	4	4	5
iii	3	4	4
iv	4	4	5
sin trata- miento	5	5	5

EJEMPLO 9

Actividad antimicrobiana

Se determina la actividad antimicrobiana del compuesto de ensayo (es decir, Compuesto nº 5) contra hongos filamentosos y bacterias por el método de dilución en ágar. Para los hongos filamentosos (mohos), se inocula un inoculum de disco de 5 mm de diámetro en un medio que contiene el compuesto de ensayo (medio ágar de patata) y se incuba a 27°C durante el plazo necesario. A continuación se observa el estado de crecimiento de los hongos. Para las bacterias, se toman 4 ml de la suspensión bacteriana y se inocula en un medio que contiene el compuesto de ensayo (medio ágar infusión de corazón) y se incuba a 37°C durante 18 horas siguiendo el método de Nippon Kagaku Ryoho Gakkai. A continuación se observa el estado de crecimiento de las bacterias.

Los resultados se encuentran en las Tablas VIII y IX.

TABLA VIII

<u>Hongo ensayado</u>	<u>Plazo de incubación (días)</u>	<u>Concentración mínima de inhibición (ppm)</u>
Aspergillus niger	4	100
Penicillium citrinum	4	200
Rhizopus nigricans	2	20
Cladosporium herbarum	4	100
Chaetomium globosum	3	10

TABLA IX

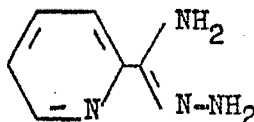
<u>Bacteria ensayada</u>	<u>Concentración mínima de inhibición (ppm)</u>
Sarcina lutea	50
Klebsiella pneumoniae	25
Proteus mirabilis	50
Proteus vulgaris	50
Pseudomonas aeruginosa	50
Xanthomonas oryzae	10

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

REIVINDICACIONES

1.- Un procedimiento para la preparación de una composición herbicida o fungicida, que consiste en:

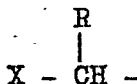
a) hacer reaccionar picolin-amidrazona de fórmula:



con un compuesto de fórmula:



donde R' es un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo de 1 a 3 átomos de carbono y W representa un grupo seleccionado entre las fórmulas siguientes:

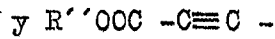


donde R es un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo de 1 a 5 átomos de carbono, un grupo alcóxicarbonilmetilo cuyo alcóxi tiene de 1 a 3 átomos de carbono o un grupo fenilo con por lo menos un portador sólido y un surfactante,

1



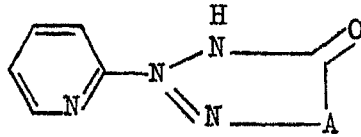
donde R es el definido anteriormente



5

donde R' es un grupo alquilo de 1 a 3 átomos de carbono, en donde el disolvente inerte y, opcionalmente, en presencia de un aceptor de ácidos, para obtener un compuesto de fórmula:

10



15

donde A representa $-NH-\overset{R}{CH}-$ ó $-\overset{R}{N}=\overset{R}{C}-$ en los que el átomo de nitrógeno es el que se une al átomo de nitrógeno de la fórmula anteriormente indicada y R es el definido anteriormente; y, si es necesario, oxidar el compuesto obtenido en el

20

que A es $-\overset{R}{NH}-\overset{R}{CH}-$ para obtener el compuesto en el que A es $-\overset{R}{N}=\overset{R}{C}-$;

25

b) combinar el compuesto obtenido en la etapa anterior con al menos un portador sólido y un surfactante, si es necesario, seguido por la granulación de la mezcla resultante mediante el uso de un granulador, o disolver dicho compuesto de piridiltriazinona en por lo menos un portador líquido y mezclar de forma homogénea la solución resultante con un surfactante.

Handwritten signature or initials

30

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el disolvente inerte de la etapa a) es ben

1 zeno, clorobenceno, tolueno, xileno, ligroin, hexano, éter isopropílico, tetrahidrofurano, dioxano, cloroformo, metanol, etanol, isopropanol o agua.

5 3.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción de la etapa a) se lleva a cabo en presencia de un agente eliminador de ácido.

10 4.- Un procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque el agente eliminador de ácido es hidróxido de sodio, hidróxido de potasio, metóxido de sodio, etóxido de sodio, piridina, trietilamina, himetilalanilina, o dietilnilina.

15 5.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la reacción de la etapa a) se lleva a cabo a una temperatura desde la refrigeración hasta la calefacción.

6.- Un procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque la reacción de la etapa a) se lleva a cabo a una temperatura que va desde la temperatura ambiente a la temperatura de reflujo.

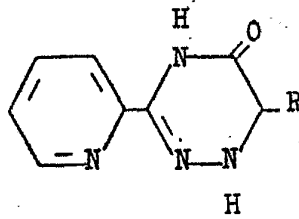
20 7.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el ácido haloacético de la etapa a) se utiliza en su forma de éster.

8.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque R es un átomo de hidrógeno.

25 9.- Un procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el ácido haloacético de la etapa a) se utiliza en su forma de éster.

30 10.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el compuesto de piridiltriazinona obtenido en la etapa a) es uno de fórmula:

1



5

donde R es un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo con 1 a 5 átomos de carbono, un grupo alcoxicarbonilmetilo cuyo alcoxi tiene 1 a 3 átomos de carbono o un grupo fenilo.

10

11.- Un procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado porque R es un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo con 1 a 5 átomos de carbono o un grupo fenilo el cual es utilizado con herbicida.

15

12.- 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
HERBICIDA O FUNGICIDA.

20

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva, que consta treinta y nueve páginas mecanografiadas.

Madrid, 21 de Enero de 1.976 .

BERNARDO UNGRIA

P.P.

25

~~30~~