



ESPAÑA

10 ES	11	NUMERO	10 A1
21	22	FECHA DE PRESENTACION	
49	50	51	

## PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
75-25.210	13 de Agosto de 1975	Francia

47 FECHA DE PUBLICIDAD	48 CLASIFICACION INTERNACIONAL	49 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07D; A01N	

54 TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE NUEVAS COMPOSICIONES FUNGICIDAS A BASE DE (DICLORO-2,4 HIDROXI-5 FENIL)-3 TERCIOBUTIL-5 OXADIAZOLINA-1,3,4 ONA-2.

61 SOLICITANTE (S)
PHILAGRO.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
14-20, rue Pierre Balzet, 69009 LYON, Francia.

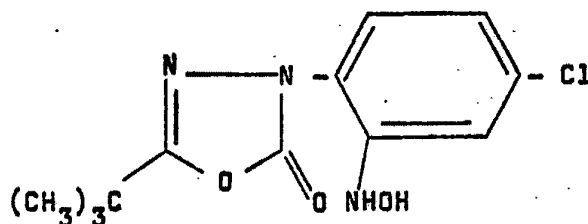
73 INVENTOR (ES)
Laurent LACROIX.

74 TITULAR (ES)

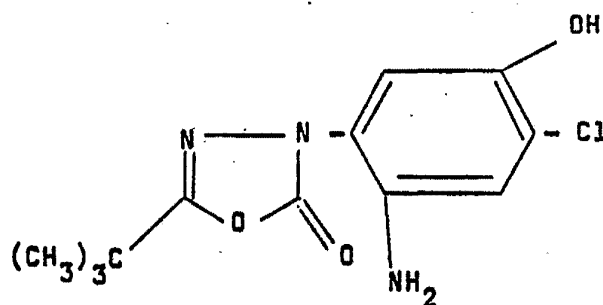
75 REPRESENTANTE
D. Jaime Gómez-Acebo y Modet.

La presente invención se refiere a la obtención de nuevas composiciones fungicidas, de uso agrícola que contienen, a base de la (dicloro-2,4 hidroxí-5 fenil)-3 terciobutil-5 oxadiazolina-1,3,4 ona-2, en asociación con uno o varios diluyentes o adyuvantes compatibles y utilizables en agricultura,

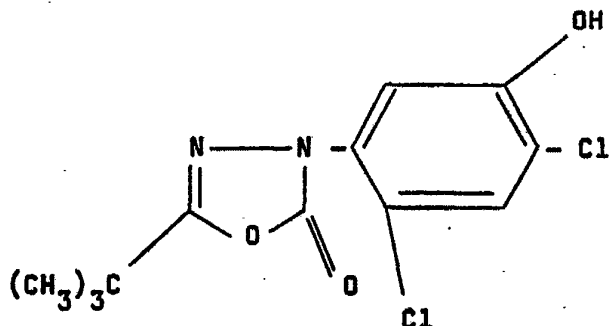
La presente invención se caracteriza por el procedimiento inventivo que comprende en una primera etapa, se trata el compuesto de fórmula:



por un ácido mineral fuerte tal como el ácido sulfúrico a una temperatura inferior a 25° C., para dar el compuesto de fórmula



porque se trata a continuación entre 0 y 10° C. por nitrito de sodio para dar la sal de diazonio correspondiente que se separa y después se trata con cloruro cuproso en medio ácido clorhídrico concentrado para dar el compuesto de fórmula:



5 y porque en una segunda etapa se mezcla este producto a razón de 0,005 % a 95 % de la composición con 0 a 20 % de un agente tensioactivo, siendo constituido el resto por un soporte sólido o diluyente líquido inerte:

La actividad fungicida de la (dicloro-2,4 hidroxil-5 fenil)-3 terciobutil-5 oxadiazolina-1,3,4 ona-2 se manifiesta en numerosos hongos, en particular los que son fitopatógenos.

10 Los ejemplos siguientes se dan a título no limitativo, respectivamente para ilustrar la actividad fungicida de las composiciones según la invención.

#### EJEMPLO 1.

##### Ensayo in vitro de la actividad fungicida.

15 Para este ensayo, se utiliza una serie de tubos de ensayo que contienen cada uno 4 ml. de un medio de cultivo artificial (gelosa de Sabouraud).

Después de la esterilización en autoclave, se añade a cada tubo 2 ml. de una suspensión que contiene la materia activa, a diferentes concentraciones (en materia activa).

5 Para diferentes especies de hongos, se prepara una suspensión de spora en agua destilada esteril, a razón de  $4.10^6$  esporas/ml. y se siembra cada tubo con 0,25 ml. de esta suspensión, Después de la siembra, los tubos son mantenidos en una estufa a 25° C. durante nueve días.

10 Al noveno día de cultivo, se evalúa el porcentaje de inhibición del desarrollo en cada especie de hongo para diversas concentraciones en materia activa. A partir de estos resultados, se determina, para cada especie de hongo, la concentración mínima del producto que provoca 95 a 100 % de inhibición del crecimiento de los hongos, denominada "concentración mínima inhibidora". Esta concentración se expresa en ug de materia activa por ml. de medio de cultivo; los resultados observados se encuentran en el cuadro siguiente.

Hongos	Concentración mínima inhibidora ug/ml.
<u>Fusarium oxysporum</u>	500
20 <u>Saccharomyces pastorianus</u>	500
<u>Botrytis cinerea</u>	100
<u>Trichophyton mentagrophytes</u>	10
<u>Candida albicans</u>	750
<u>Penicillium digitatum</u>	750
25 <u>Aspergillus niger</u>	200
<u>Colletotrichum lindemuthianum</u>	500

Hongos	Concentración mínima inhibidora ug/ml.
<u>Erysiphe cichoracearum</u>	2000
<u>Puccinia glumarum</u>	2000

Ejemplo 2.

5 Este ejemplo describe la preparación de una composición utilizable en agricultura para los tratamientos fungicidas, según la invención.

10 A una solución de 25 partes en peso de (dicloro-2,4 hidroxil-5 fenil)-3 terciobutil-5 oxadiazolina-1,3,4 ona-2 en 65 partes de una mezcla en partes iguales de tolueno y de acetofenona, se añaden 10 partes de un producto de condensación de octilfenol y de óxido de etileno a razón de 10 moléculas de óxido de etileno por molécula de octilfenol. La solución obtenida es utilizada, tras la dilución en agua a razón de 100 cm<sup>3</sup> de esta solución para 100 litros de agua, para inhibir el desarrollo y el crecimiento de los hongos.

15 Las composiciones agrícolas que contienen como materia activa la (dicloro-2,4 hidroxil-5 fenil)-3 terciobutil-5 oxadiazolina-1,3,4 ona-2 son particularmente útiles para la eliminación de los hongos parásitos del suelo. Ensayos complementarios a pleno aire han mostrado además, que estas composiciones eran activas frente a Rhizoctonia solani, hongo parásito de la araquita (cacahuete).

25 Además de la materia activa, las composiciones según la invención comprenden un soporte y/o un agente tensioactivo.

El término "soporte" en el sentido de la presente

descripción designa una materia, orgánica o mineral, natural o sintética, con la cual la materia activa se asocia para facilitar su aplicación sobre la planta, sobre simientes o sobre el suelo, o su transporte, o su manipulación. El soporte puede ser sólido (arcillas, silicatos naturales o sintéticos, resinas, ceras, abonos sólidos ...) o fluido (agua, alcoholes, cetonas, fracción de petróleo, hidrocarburos clorados, gas licuado).

El agente tensoactivo puede ser un agente emulsionante, dispersante o humectante, pudiendo ser cada uno iónico o no iónico. Por ejemplo se pueden citar sales de ácidos poliacrílicos, de ácidos lignina sulfónicos, condensados de óxido de etileno sobre alcoholes grasos, ácidos grasos o aminas grasas.

Las composiciones según la invención pueden prepararse bajo la forma de polvos humectables, de polvos para espolvoreo, de soluciones, de concentrados emulsionables, de emulsiones, de concentrados en suspensión y de aerosoles.

Según la forma de presentación utilizada, la proporción en materia activa de las composiciones según la invención puede variar de 0,005 % a 95 % en peso.

Los polvos humectables son habitualmente preparados de forma que contengan de 20 a 95 % en peso de materia activa y contienen habitualmente, además de un soporte sólido, de 0 a 5 % de agente humectante, de 3 a 10 % en peso de un agente dispersante, y cuando es necesario, de 0 a 10 % en peso de uno o de estabilizantes y/o de otros adhesivos como agentes de penetración, adhesivos o agentes antiapelmazantes, coloreantes, etc.

A título de ejemplo, he aquí la composición de un polvo humectable, estando expresados los porcentajes en peso:

materia activa (compuesto de fórmula I) .....	50 %
lignosulfato de calcio (defloculante) .....	5 %

isopropilnaftaleno sulfonato (humectante) .....	1 %
sílice antiapelmazante .....	5 %
carga caolín .....	39 %

5 Los polvos para tratamiento de siembras o para es-  
 polvoreo son habitualmente preparados bajo la forma de un concen-  
 trado en polvo que tiene una composición similar a la de un pol-  
 vo humectable, pero sin agente dispersante; y pueden diluirse en  
 el lugar de utilización con ayuda de una cantidad complementaria  
 de soporte fluido de modo que se obtenga una composición que pue-  
 10 da recubrir cómodamente los granos a tratar y que contenga habi-  
 tualmente de 0,5 a 10 % en peso de materia activa.

A título de ejemplo, he aquí la composición de un  
 polvo para el tratamiento de siembras:

materia activa (compuesto de fórmula I) .....	50 %
15 agente humectante aniónico .....	1 %
sílice antiapelmazante .....	6 %
caolín (carga) .....	43 %

20 Los concentrados emulsionables aplicables después  
 de la dilución en agua, en pulverización contienen habitualmente  
 además de disolvente y, cuando es necesario, un co-disolvente,  
 de 10 a 50 % en peso/volumen de materia activa, de 2 a 20 % en  
 peso/volumen de agentes emulsionantes y de 0 a 20 % en peso/volu-  
 men de aditivos apropiados, como estabilizantes, agentes de pe-  
 netración, inhibidores de corrosión, y coloreantes y adhesivos.

25 A título de ejemplo la composición de un concentra-  
 do emulsionable, estando expresadas las cantidades en g/litro:

materia activa (compuesto de fórmula I) .....	400 g/l
dodecibenceno sulfonato .....	24 g/l
nonilfenol oxietilado a 10 moléculas .....	16 g/l
30 ciclohexanona .....	200 g/l

disolvente aromático ..... q.s.p. 1 litro

Los concentrados en suspensión, igualmente aplicables en pulverización, se preparan en forma que se obtenga un producto fluido estable que no se deposita y contienen habitualmente de 10 a 75 % en peso de materia activa, de 0,5 a 15 % en peso de agentes tensoactivos, de 0,1 a 10 % en peso de agentes anti-sedimento como coloides protectoras y agentes tixótrpos, de 0 a 10 % en peso de aditivos apropiados, como anti-musgos, inhibidores de corrosión, estabilizantes, agentes de penetración y adhesivos, y como soporte, agua o un líquido orgánico en el que la materia activa es sensiblemente insoluble; algunas materias sólidas orgánicas o sales minerales pueden disolverse en el soporte para ayudar a impedir la sedimentación o como anti-geles para el agua.

Las dispersiones y emulsiones acuosas, por ejemplo las composiciones obtenidas siluyendo con ayuda de agua un polvo humectable o un concentrado emulsionable según la invención, a razón de 10 a 500 g. de materia activa por hectólitro de agua, están comprendidas también en el marco general de la presente invención. Estas emulsiones pueden ser del tipo agua en aceite o del tipo aceite en agua, y pueden tener una consistencia espesa como la de una "mayonesa".

Para una aplicación denominada "a muy bajo volumen" con una pulverización en muy finas gotas, se preparan soluciones en disolventes orgánicos que contienen de 70 a 95 % de materia activa.

Las composiciones según la invención pueden contener otros ingredientes, por ejemplo, coloides protectores, adhesivos o espesativos, agentes tixótrpos, estabilizantes o secuestrantes así como materias activas conocidas de propiedades pes-

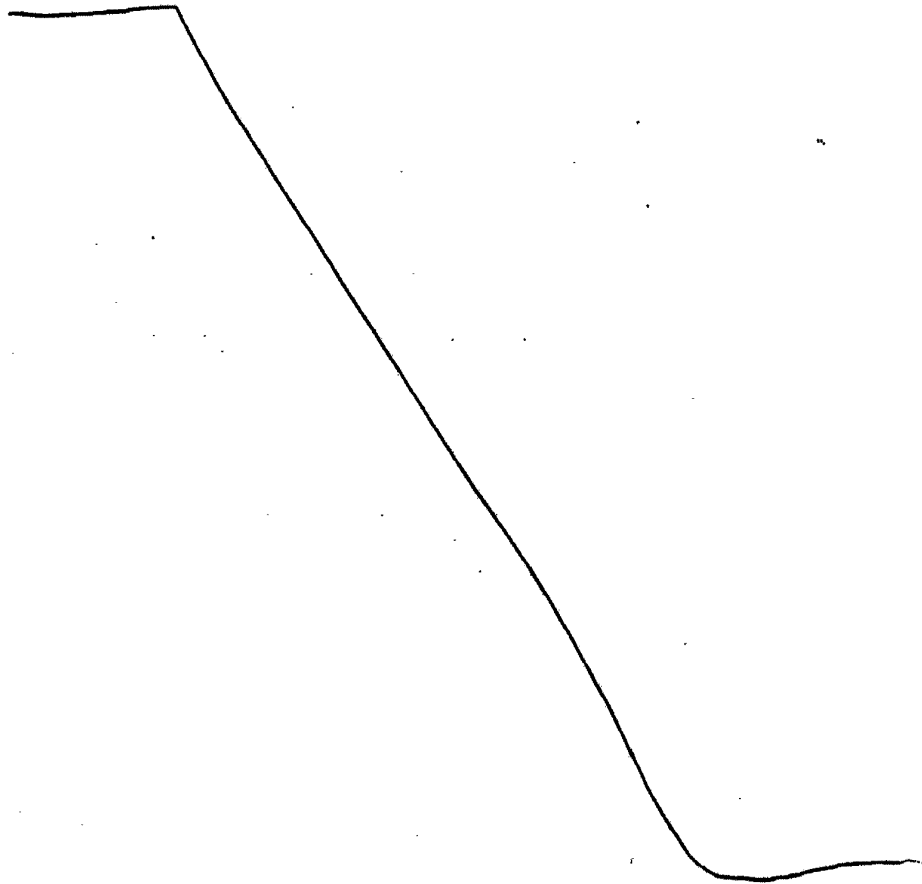
ticidas, en particular insecticidas o fungicidas.

Las composiciones según la invención pueden aplicarse por cualquier medio utilizado de forma habitual en agricultura. Generalmente, se obtienen excelentes resultados cuando se utilizan estas composiciones por pulverización del suelo a razón de 0,5 a 5 Kg. de materia activa por hectárea.

5

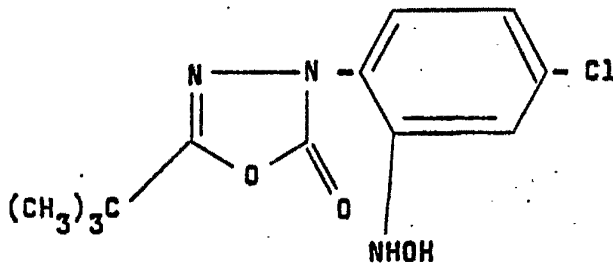
Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

10

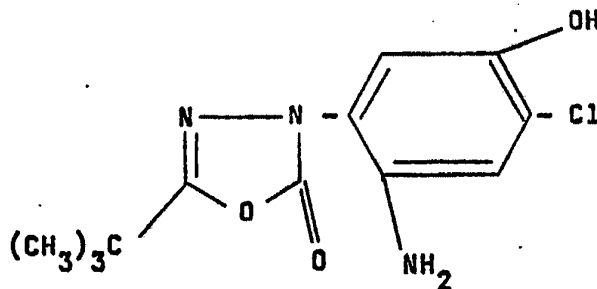


REIVINDICACIONES

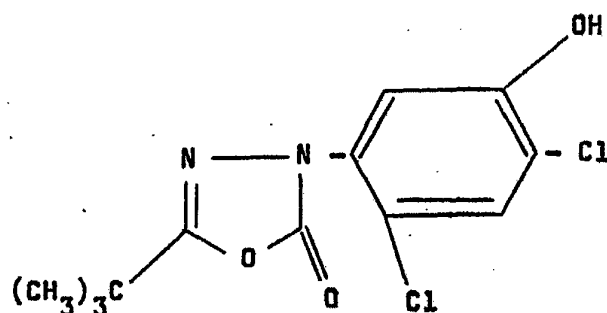
12.- Procedimiento de preparación de composiciones fungicidas, a base de (dicloro-2,4 hidroxil-5 fenil)-3 terciobutil-5 oxadiazolina-1,3,4 ona-2, utilizables para la lucha contra las enfermedades fúngicas de las plantas, caracterizado por que en una primera etapa, se trata el compuesto de fórmula:



por un ácido mineral fuerte tal como el ácido sulfúrico a una temperatura inferior a 250 C., para dar el compuesto de fórmula:



porque se trata a continuación entre 0 y 100 C. por nitrito de sodio para dar la sal de diazonio correspondiente que se separa y después se trata con cloruro cuproso en medio ácido clorhídrico concentrado para dar el compuesto de fórmula:



5 y porque en una segunda etapa se mezcla este producto a razón de 0,005 % a 95 % de la composición con 0 a 20 % de un agente tensioactivo, siendo constituido el resto por un soporte sólido o diluyente líquido inerte.

28.- Procedimiento de preparación de nuevas composiciones fungicidas a base de (dicloro-2,4 hidroxil-5 fenil)-3 terciobutil-5 oxadiazolina-1,3,4 ona-2, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

10 Esta Memoria consta de 11 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 13 Mayo 1976

PHILAGRO.

GARCÍA AGUDO Y MODET  
Firmado: L. García Fernández