



ESPAÑA

19 ES	11 NUMERO	10 A1
21	461633	
22	FECHA DE PRESENTACION	
	16.8.77	20 NOV 1978

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
34346/76	18.8.76	británica

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07D; A01N	

64 TITULO DE LA INVENCION
UN METODO DE PREPARACION DE UNA FORMULACION FUNGICIDA.

71 SOLICITANTE (S)
LILLY INDUSTRIES LIMITED.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Henrietta House, Henrietta Place, London W.L, Gran Bretaña.

72 INVENTOR (ES)

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU.

1

Esta invención se refiere a un método de preparación de una nueva formulación fungicida, especialmente útil en el tratamiento de las infecciones fúngicas de las plantas cultivadas, especialmente cereales y cucurbitáceas.

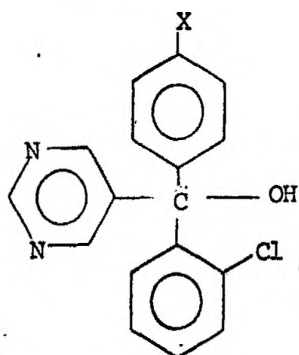
5

De acuerdo con esta invención, se proporciona un método de preparación de una formulación fungicida que consiste en mezclar:

(A) 2,4,5,6-tetracloro-1,3-dicianobenceno y

(B) un pirimidimetanol de fórmula (I):

10



15

donde X es cloro o flúor en proporciones relativas comprendidas entre 1:1,6 y 400:1 en peso, con

20

C) uno o más vehículos inertes no fitotóxicos, a una temperatura comprendida entre -30°C y +100°C.

25

El 2,4,5,6-tetracloro-1,3-dicianobenceno (en adelante abreviado a "DCB") puede ser preparado por el procedimiento descrito en la memoria de las patentes estadounidenses 3.290.353 o 3.331.735 y los pirimidinmetanoles de fórmula (I) pueden ser preparados por el procedimiento descrito en la memoria de la patente inglesa n°1.218.632.

30

La nueva formulación de esta invención es sorprendentemente eficaz para controlar o combatir las infecciones fúngicas tales como mildiú y septoria en las plantas cultivadas, especialmente cereales y cucurbitáceas. Específicamente,

1 la formulación es especialmente activa contra los siguientes patógenos de las plantas: Erysiphe graminis, Septoria nodorum, Puccinia recondita, Fusarium nivale, Puccinia glumarum y Pseudoperonospora cubensis.

5 En uso, las formulaciones preparadas por el método de esta invención se diluyen con agua y se aplican al cultivo que ha de ser tratado después de que éste ha emergido pero antes de la recolección. Es preferible aplicar una cantidad de la formulación diluída suficiente para que la
10 proporción de pirimidinmetanol aplicada sea de 5 a 100 g por hectárea, ventajosamente de 20 a 100 g/Ha y el DCB sea aplicado en una proporción de 60 a 2000g/Ha, ventajosamente 500 a 2000 g/Ha. En el tratamiento de las infecciones fúngicas como Puccinia recondita en los cereales, se ha encontrado que las proporciones ponderales especialmente ventajosas
15 de pirimidinmetanol a DCB están comprendidas entre 1:10 y 1,6:1. En el tratamiento de las infecciones fúngicas como Pseudoperonospora cubensis en curcurbitáceas, se ha encontrado que las proporciones ponderales especialmente ventajosas
20 de pirimidinmetanol a DCB están comprendidas entre 1:400 y 1:20.

25 La formulación preparada por el método de la invención presenta sinergia en el control de la roña de la hoja del trigo causada por Puccinia recondita y del mildiú pulverulento causado por Pseudoperonospora cubensis.

30 Para determinar que el efecto fungicida obtenido por combinación de un pirimidinmetanol de fórmula I como el definido anteriormente y DCB es sinérgico, en comparación con el porcentaje de control del hongo conseguido por las dos sustancias aplicadas independientemente, se utiliza la

1

fórmula puesta a punto por S.R. Colby, Weeds 15, 20-22 (1967). Como saben los que trabajan en el campo de la ciencia de las plantas, si el valor obtenido utilizando la ecuación de Colby es inferior al porcentaje de control producido por aplicación de la combinación, en este caso de DCB y un pirimidinmetanol de fórmula I, entonces se considera que se ha producido sinergismo entre los dos ingredientes activos en su efecto sobre los hongos.

5

10

Las formulaciones fungicidas de la invención contienen preferiblemente de 5 a 90 % en peso de ingredientes activos y habitualmente se utilizan en forma de polvos mojables o polvos finos o de suspensión acuosa.

15

20

25

30

Los polvos mojables o los polvos finos están constituidos por una mezcla íntima de los ingredientes activos, uno o más vehículos inertes y agentes tensoactivos apropiados. El vehículo inerte puede seleccionarse entre las arcillas atapulgíticas, las arcillas montmorilloníticas, las tierras de diatomeas, los caolines, las micas, los talcos y los silicatos purificados. Pueden encontrarse agentes tensoactivos eficaces entre las ligninas sulfonadas, los naftalensulfonatos y los naftalensulfonatos condensados, los alquilsuccinatos, los alquilbencenosulfonatos, los alquil sulfatos y los agentes tensoactivos no iónicos como los aductos de óxido de etileno y fenol. Son ilustrativos de los polvos mojables comprendidos dentro de esta invención los que presentan las siguientes composiciones:

1

POLVOS MOJABLES

% en peso

5

Pirimidinmetanol	0,25 a 10
DCB	25 a 80
Agente tensoactivo	0 a 10
Agente dispersante	0 a 10
Agente antiapelmazante	0 a 10
Sustancias inertes hasta	100

10

15

20

Las suspensiones acuosas contienen los ingredientes activos suspendidos en agua junto con cualquier agente tensoactivo, agente espesante, agente anticongelante o preservativo deseado. Los agentes tensoactivos adecuados pueden seleccionarse entre los mencionados anteriormente en relación con los polvos mojables. Los agentes espesantes, en caso de utilizarlos, están seleccionados normalmente entre materiales celulósicos apropiados y gomas naturales mientras que en general se utilizan glicoles cuando se requiere un agente anticongelante. Los preservativos pueden seleccionarse entre una amplia gama de materiales tales como los diversos parabens antibacterianos, fenol, o-clorocresol, nitrato-fenilmercúrico y formaldehído. Son ilustrativas de las suspensiones acuosas comprendidas dentro de esta invención las que presentan las siguientes composiciones:

25

SUSPENSIONES ACUOSAS (fluídas)

% en peso

30

Pirimidinmetanol	0,2 a 8
DCB	20 a 60
Agente tensoactivo	0 a 15
Agente espesante	0 a 3
Agente anticongelante	0 a 20

1

% en peso

Preservativo	0 a 1
Agente antiespumante	0 a 0,5
Agua hasta	100

5

Aunque los ejemplos generales anteriores muestran adecuadamente a los expertos en este campo, los tipos de composiciones concentradas que se utilizan de acuerdo con esta invención, incluimos los siguientes ejemplos específicos no limitativos para ilustrar mejor la invención. En estos ejemplos, CCPM representa al compuesto α -(2-clorofenil)- α -(4-clorofenil)-5-pirimidinmetanol y CFPM representa al compuesto α -(2-clorofenil)- α -(4-fluorfenil)-5-pirimidinmetanol. Los Ejemplos 1 y 2 ilustran realizaciones de polvos mojables de acuerdo con la invención mientras que los Ejemplos 3 y 4 se refieren a suspensiones acuosas.

10

15

EJEMPLO 1

CFPM	2
DCB	60
Nonilfenol etoxilado	4
Ligninsulfonato sódico	3
Sílice	6
Caolín	25

20

25

Los ingredientes activos CFPM y DCB se muelen y después se mezclan con los otros ingredientes en un equipo mezclador convencional. Después la mezcla se muele en un molino de energía fluída hasta un intervalo de tamaños de 1 a 10 micras y finalmente la mezcla se vuelve a combinar y se desairea antes de envasarla.

30

De forma similar se prepara el siguiente concentrado:

1

EJEMPLO 2

CCPM	2,5
DCB	50
Alquilsuccinato sódico	3
Ligninsulfonato sódico	3
Talco	41,5

5

EJEMPLO 3

% en peso

CFPM	2
DCB	50
Naftalensulfonato sódico	3
Goma arábiga	1
Propilenglicol	10
O-clorocresol	0,3
Agua hasta	100

10

15

20

25

Ambos ingredientes activos, reducidos de tamaño por medios convencionales si es necesario, se dispersan en agua que contiene el sistema tensoactivo, el preservativo y parte del agente espesante. El tamaño de partícula de ambos componentes se reduce de nuevo por molienda en fase líquida, se agrega el resto del agente espesante, se deja hidratar y se diluye el producto con agua hasta el volumen deseado.

De forma similar se prepara la siguiente suspensión acuosa:

EJEMPLO 4

% en peso

CCPM	1
DCB	50
Nonilfenol etoxilado	2,0

30

1

% en peso

Goma de xantano	0,2
Emulsión de silicona	0,1
Agua hasta	100

5

Mediante los siguientes ensayos se pone de manifiesto el efecto sinérgico de la combinación de DCB y los pirimidinmetanoles de fórmula I definida anteriormente.

Ensayo 1

10

Se determina en el invernadero la eficacia de las combinaciones de DCB y α -(2-clorofenil)- α -(4-clorofenil)-5-pirimidinmetanol (denominado en lo que sigue fenarimol) para el control de la roña de la hoja del trigo (Puccinia recondita), utilizando concentraciones de fenarimol de 10, 20 o 40 ppm en combinación con 25, 50 o 150 ppm de DCB. También se evalúa el fenarimol solo en una proporción de 10, 20 o 30 ppm y el DCB solo en una proporción de 25, 50 y 100 ppm de ingrediente activo.

15

20

El fenarimol se formula como concentrado emulsionable a razón de 1 libras/galón (120 g/litro (1 CE) y el DCB como polvo mojable al 75 % (75 PM). Las soluciones de tratamiento se preparan por dilución del fenarimol 1 CE o del DCB 75 PM con agua corriente hasta las concentraciones necesarias.

25

30

Se cultivan unas plantas de trigo de la variedad Monon en macetas de plástico, conteniendo cada maceta aproximadamente 50 plantas. Cada tratamiento se aplica por pulverización sobre las plantas en dos macetas de plástico cada vez cuando las plantas tienen 7 días de edad, pulverizando continuamente hasta chorrear. Después de secas, se inoculan las plantas con esporas del hongo de la roña del trigo y

1 las macetas y las plantas se introducen en una cámara húme-
da durante unas 40 horas y después se pasan al invernadero
para que se desarrolle la enfermedad.

5 Dos semanas después de haber introducido las plan-
tas en el invernadero, se examina visualmente para determi-
nar el porcentaje de incidencia de la enfermedad y esta ci-
fra se convierte en porcentaje de control de la enfermedad.
Los resultados se encuentran en la siguiente Tabla I.

TABLA I

10

Tratamiento	ppm	Porcentaje de control de la roña de la hoja del trigo, DCB			
		0	25	50	100
Fenarimol	0	*	36	45	84
	10	40	91	100	100
15	20	77	100	100	100
	40	92	92	100	100

* Porcentaje de incidencia de la enfermedad en el control
no tratado.

Ensayo 2

20

25

30

Siguiendo el procedimiento descrito en el Ensayo 1,
se determina en el invernadero la eficacia de las combinacio-
nes de α -(2-clorofenil)- α -(4-fluorfenil)-5-pirimidinmetanol
(denominado en lo que sigue nuarimol) y DCB para el control
de Puccinia recondita, utilizando concentraciones de nuari-
nol de 10, 20 o 40 ppm en combinación con 25, 50 o 100 ppm
de clorotalonil. El nuarimol también se evalúa solo a concen-
traciones de 10, 20 o 40 ppm de ingrediente activo y el DCB
se evalúa también solo a concentraciones de 25, 50 o 100 ppm
de ingrediente activo.

Las formulaciones de los compuestos de ensayo, so-

1 los y en combinación, se preparan de la misma forma que en
el Ensayo 1, utilizando agua corriente como diluyente, sien-
do preparadas las formulaciones que contienen el nuarimol
5 a partir de un concentrado emulsionable que contiene 0,75
libras/galón (90 g/litro) de nuarimol (0,75 CE).

Se preparan las plantas de trigo experimentales,
de la variedad Monon y se tratan con los productos químicos
de ensayo en la forma descrita en el Ensayo 1 y después se
inoculan con esporas del hongo de la roña del trigo como
10 se ha descrito en el Ensayo 1. Los controles están constitu-
dos por plantas tratadas con el disolvente solo.

Dos semanas después de introducir las plantas en
el invernadero, se examinan visualmente para determinar el
porcentaje de incidencia de la enfermedad y esta cifra se
15 convierte en porcentaje de control de la enfermedad. Los re-
sultados se encuentran en la siguiente Tabla II.

TABLA II

Tratamiento	ppm.	Porcentaje de control de la roña de la hoja del trigo, DCB			
		0	25	50	100
Nuarimol	0	*	36	45	84
	10	4	81	93	100
	20	44	100	100	100
	40	79	**	100	100

25 * Porcentaje de incidencia de la enfermedad en el control
no tratado

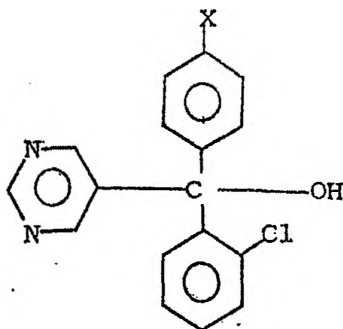
** No realizado.

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

REIVINDICACIONES

1.- Un método de preparación de una formulación fungicida, caracterizada porque consiste en :

(A) combinar 2,4,5,6-tetracloro-1,3-dicianobenceno con un pirimidinmetanol de fórmula (I):



donde X es cloro o flúor, en proporciones relativas comprendidas entre 1:1,6 y 400: 1 en peso;

(B) moler la composición anterior;

(C) combinar la composición anterior con uno o más vehículos inertes no fitotóxicos, a una temperatura comprendida entre -30°C y $+100^{\circ}\text{C}$ en un equipo mezclador;

(D) Opcionalmente dispersar la composición de la etapa B, en agua justo con los vehículos inertes y someter de nuevo a molienda en fase líquida.

2.- Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita por: UN METODO DE PREPARACION DE UNA FORMULACION FUNGICIDA.

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

Madrid, 16 Agosto 1.977

BERNARDO UNGRIA

P.P.

1
5
10
15
20
25
30