



CONFÉDÉRATION SUISSE

OFFICE FÉDÉRAL DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE

⑪ CH 651 448 A5

⑤① Int. Cl. 4: A 01 N 47/38
A 01 N 47/18**Brevet d'invention délivré pour la Suisse et le Liechtenstein**

Traité sur les brevets, du 22 décembre 1978, entre la Suisse et le Liechtenstein

⑫ **FASCICULE DU BREVET** A5

⑳ Numéro de la demande: 1618/82	㉗ Titulaire(s): Rhône-Poulenc Agrochimie, Lyon (FR)
㉒ Date de dépôt: 15.03.1982	
㉓ Priorité(s): 20.03.1981 FR 81 05798 05.02.1982 FR 82 02020	㉘ Inventeur(s): Margossian, Albert, Chennevières-sur-Marne (FR)
㉔ Brevet délivré le: 30.09.1985	
㉕ Fascicule du brevet publié le: 30.09.1985	㉙ Mandataire: Kirker & Cie SA, Genève

⑤④ **Composition fongicide à base d'iprodione.**

⑤⑦ La composition contient:

a - de 20 à 40 % d'iprodione,
b - une émulsion huile-dans-eau comprenant 50 à 160 %
en poids par rapport à l'iprodione d'une huile de valeur
de balance hydrophile/lipophile d'une valeur de 9 à 12,
c - de 0,1 à 2 % en poids d'un émulsifiant de type alcool
gras éthoxylé.

Elle est utilisée pour la protection des plantes contre
les maladies fongiques.

REVENDECATIONS

1. Composition fongicide agricole à base d'iprodione, caractérisée en ce qu'elle contient, en poids:

- a) de 20 à 40% d'une matière active à base d'iprodione,
- b) une émulsion huile-dans-eau comprenant de 50 à 160% en poids par rapport à l'iprodione d'une huile de balance hydrophile/lipophile (BHL) d'une valeur de 8 à 12 sur l'échelle de valeur BHL pour la préparation d'une émulsion huile-dans-eau, et
- c) de 0,1 à 2% d'un émulsifiant non ionique de type alcool gras éthoxylé.

2. Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce qu'elle contient en outre, en poids, de 0,5 à 2,5% d'une silice hydrophile sensiblement neutre.

3. Composition selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisée en ce que l'huile a une balance hydrophile/lipophile d'une valeur de 10 à 11.

4. Composition selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que l'huile peut dissoudre de 1 à 5 g d'iprodione par litre.

5. Composition selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que l'huile est une huile minérale.

6. Composition selon l'une des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que l'huile est une huile végétale.

7. Composition selon l'une des revendications 1 à 6, caractérisée en ce que l'émulsifiant non ionique est un condensat d'un ou de plusieurs alcools gras contenant de 12 à 14 atomes de carbone et de 8 à 12 mol d'oxyde d'éthylène.

8. Composition selon la revendication 7, caractérisée en ce que l'émulsifiant est un condensat d'alcools synthétiques à 13 atomes de carbone et de 9 ou 10 mol d'oxyde d'éthylène.

9. Composition selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisée en ce que la silice est une silice précipitée hydratée, de surface spécifique BET de 200 à 300 m²/g.

10. Composition selon l'une des revendications 1 à 8, caractérisée en ce que la matière active est un mélange d'iprodione et de carbendazime.

11. Procédé pour la protection des cultures, caractérisé en ce qu'on applique une composition selon l'une des revendications 1 à 6.

La présente invention concerne une nouvelle composition fongicide à base d'iprodione.

L'iprodione est le nom connu pour désigner un fongicide agricole connu sous la dénomination chimique d'isopropylcarbamoyl-1 (dichloro-3,5 phényl)-3 hydantoïne. Ce fongicide présente une excellente activité contre les maladies fongiques des plantes, en particulier le botrytis de la vigne.

Jusqu'à présent, cette matière active a été commercialisée essentiellement sous forme de poudre mouillable. Cette formulation présente l'inconvénient de la dispersion des poussières dans l'atmosphère au moment de la manipulation soit lors de l'ensachage, soit lors de la dilution de la poudre mouillable dans l'eau lors de la préparation de la bouillie. Par ailleurs, cette formulation peut être délavée de la surface des feuilles ou des grains en cas de grosses pluies.

La présente invention a pour but de pallier ces inconvénients. Elle a pour objet une composition fongicide agricole à base d'iprodione, caractérisée en ce qu'elle contient en poids:

- a) de 20 à 40% d'une matière active à base d'iprodione,
- b) une émulsion huile-dans-eau comprenant 50 à 160% en poids par rapport à l'iprodione d'une huile de balance hydrophile/lipophile (BHL) d'une valeur de 8 à 12, et de préférence de 10 à 11, sur l'échelle des BHL requise pour la préparation d'une émulsion huile-dans-eau,

c) de 0,1 à 2% d'un émulsifiant non ionique du type alcool gras éthoxylé et, le cas échéant,

d) de 0,5 à 2,5% d'une silice hydrophile sensiblement neutre, le complément à 100% étant constitué par de l'eau et des additifs usuels.

Les compositions selon l'invention sont des suspensions concentrées d'iprodione dans une émulsion huile-dans-eau. Ces formulations fluides sont souvent appelées dans la pratique pâtes fluides, crèmes ou, en anglais flowables.

Dans ces compositions, la matière active est à base d'iprodione, sous forme de particules solides dont le diamètre moyen est inférieur à 10 µ, de préférence avec un diamètre moyen de 1 à 5 µ.

Dans ces suspensions, outre l'iprodione, la matière active peut comprendre d'autres matières actives, telles que notamment le carbendazime, le bénomyle ou le méthylthiophanate, ou un composé à base de cuivre, un éthylène bisdithiocarbamate métallique tel que manèbe, zinèbe ou mancozèbe, ou un dérivé de phthalimide tel que le captane, le captafol ou le folpel.

Cependant, d'autres mélanges associant l'iprodione avec d'autres fongicides peuvent être formulés selon la présente invention.

L'huile utilisable dans les compositions selon l'invention peut être de natures diverses pourvu qu'elle puisse dissoudre de 1 à 5 g d'iprodione par litre d'huile à température ordinaire, et qu'elle possède une valeur de balance hydrophile/lipophile (BHL), dans l'échelle des BHL requise pour la préparation d'une émulsion huile-dans-eau, de 8 à 12, et de préférence de 10 à 11, et de préférence d'une viscosité comprise entre 20 et 30 cSt. La balance hydrophile/lipophile est définie et déterminée selon «Pesticide formulation», Wade Van Valkenburg, Ed. Marcel Dekker Inc., New York 1973.

Ces huiles peuvent être minérales comme les huiles de pétrole raffinées, appelées communément huiles blanches, d'intervalle d'ébullition compris entre 300 et 400° C à la pression atmosphérique, à teneur élevée en hydrocarbures paraffiniques avec, de préférence, une teneur minimale de 92% en insulfonables. Certaines huiles végétales, de valeur de balance hydrophile/lipophile comprise dans la gamme définie ci-dessus, peuvent également être utilisées telles que, par exemple, l'huile d'arachides, l'huile de germes de maïs ou l'huile de colza.

Un autre constituant important de la composition selon l'invention est un émulsifiant particulier du type alcool gras éthoxylé, condensat d'un ou de plusieurs alcools gras linéaires ou ramifiés en C₁₂ à C₁₄, et de préférence en C₁₃, avec de 8 à 12 mol, et de préférence de 9 à 10, d'oxyde d'éthylène, qui assure la stabilité de la suspension concentrée d'iprodione dans l'émulsion huile-dans-eau, en agissant à la fois comme dispersant-mouillant de l'iprodione et émulsionnant du système binaire huile-eau.

Dans certains cas, lorsqu'on veut diminuer la quantité d'huile pour diminuer une éventuelle phytotoxicité sans nuire aux propriétés biologiques de la formulation, il peut être avantageux d'y ajouter 0,5 à 2,5% en poids d'une silice hydrophile de préférence sensiblement neutre. Par silice hydrophile, on entend, au sens de l'invention, une silice de préférence synthétique telle qu'une silice précipitée hydratée ultra-fine, de surface spécifique élevée, de l'ordre de 200 à 300 m²/g mesurée selon la méthode BET. Une telle silice est sensiblement neutre, c'est-à-dire que son pH en suspension aqueuse est de 7 ± 0,5. En pratique, on préfère une silice neutre ou faiblement acide.

Les compositions selon l'invention peuvent, en outre, contenir des adjuvants classiques comme des agents de viscosité (en général de 0,05 à 0,1% en poids) du type polysaccharide, notamment hétéro-polysaccharides résultant de la fermentation d'hydrates de carbone par un micro-organisme du type xanthomonas, des dispersants-fluidifiants du type polyarylphénol, notamment polystyrylphénol-éthoxylé, de préférence sous forme phosphate acide (en général de 0,5 à 2,5% en poids), des antigels tels l'éthylèneglycol ou le propylèneglycol (en général de 5 à 10% en poids), des antimousses telles des émulsions d'huiles silicones (généralement de 0,2 à 0,6% en poids), et un agent conservateur vis-à-vis des proliférations microbiennes (en général de 0,1 à 0,2% en poids) tel le formol.

Les compositions selon l'invention peuvent être préparées par exemple en trois étapes.

La première consiste à préparer l'émulsion huile-dans-eau dans une cuve équipée d'une agitation vigoureuse, en coulant l'huile dans l'eau contenant les autres additifs hydrosolubles et éventuellement l'émulsifiant.

Dans une seconde étape, on disperse l'iprodione, en poudre fine, dans l'émulsion huileuse, toujours sous agitation. La suspension obtenue est ensuite affinée dans un broyeur, par exemple du type à billes comme le broyeur Dyno-Mill.

Dans la troisième et dernière étape, l'agent de viscosité de type hétéropolysaccharide est dispersé dans une petite quantité d'eau contenant l'agent conservateur (formol à 40% en solution aqueuse) et/ou la silice hydrophile neutre. Cette dispersion est incorporée dans la suspension d'iprodione décrite précédemment.

Les compositions huileuses d'iprodione selon l'invention présentent, outre l'avantage d'une formulation fluide, de manipulation plus aisée qu'une poudre mouillable, l'intérêt d'avoir une efficacité fongicide accrue quand elle est appliquée en traitement de pulvérisation pour lutter contre les maladies fongiques des plantes (vigne, laitues, tomates, fraisiers, arbres à petits fruits, etc.) et, en particulier, contre le botrytis (*Botrytis cinerea*) sans présenter de phytotoxicité.

Les exemples suivants sont donnés à titre non limitatif pour illustrer les compositions selon l'invention et leurs propriétés biologiques remarquables.

Exemple 1:

On prépare une suspension huileuse concentrée de composition pondérale suivante, en pourcentage:

Iprodione de diamètre de particules de l'ordre de 2 µ	25,0
Huile minérale paraffinique à plus de 70% de paraffine, de valeur de balance hydrophile/lipophile égale à 10,5 et solubilisant 1 g d'iprodione par litre	33,0
Emulsifiant à base d'alcools synthétiques en C ₁₃ éthoxylés à 9 ou 10 mol d'oxyde d'éthylène	0,8
Phosphate de polystyrylphénol éthoxylé	2,5
Polyalcoylphénol éthoxylé	0,5
Ethylèneglycol	5,0
Hétéropolysaccharide (Rhodopol 23)	0,065
Formol (solution aqueuse à 40%)	0,15
Emulsion d'huile silicone	0,5
Eau q.s.p.	100

On procède d'abord, dans une cuve, au mélange de l'eau, du glycol, de l'émulsion silicone, des agents tensio-actifs dont l'émulsifiant. Le mélange est agité jusqu'à totale dispersion, puis on coule l'huile sur le mélange.

Ensuite on ajoute l'iprodione, toujours sous agitation. On obtient une émulsion que l'on broie avec un broyeur Dyno-Mill pour obtenir une suspension concentrée d'iprodione.

Dans la troisième et dernière étape, l'agent de viscosité (hétéropolysaccharide), prédispersé dans une petite quantité d'eau contenant l'agent conservateur (formol à 40%), est incorporé dans la suspension d'iprodione pour obtenir finalement une pâte fluide ou dispersion concentrée prête à l'emploi.

Exemple 2:

Selon le procédé de l'exemple 1, on prépare une suspension huileuse concentrée de composition pondérale suivante, en pourcentage:

Iprodione	30,0
Huile minérale à plus de 70% de paraffine de valeur de balance hydrophile/lipophile égale à 10 et dissolvant 1,2 g d'iprodione par litre d'huile	20,0
Ethylèneglycol	5,0
Alcools synthétiques en C ₁₃ éthoxylés à 8 à 10 mol	0,8
Phosphate acide de polystyrylphénol éthoxylé	1,2

Emulsion d'huile silicone	0,5
Silice hydrophile neutre synthétique (surface BET 200 m ² /g)	2,0
Eau q.s.p.	100

Exemple 3:

Selon le procédé de l'exemple 1, on prépare une suspension huileuse concentrée de composition pondérale suivante, en pourcentage:

Iprodione	37,5
Huile minérale à plus de 70% de paraffines, de valeur de balance hydrophile/lipophile égale à 11 et solubilisant 1 g d'iprodione par litre d'huile	20,0
Ethylèneglycol	5,0
Alcools synthétiques en C ₁₃ éthoxylés à 9 ou 10 mol	1,0
Phosphate acide de polyarylphénol éthoxylé	1,5
Emulsion d'huile silicone	0,5
Silice précipitée hydrophile neutre (surface BET 300 m ² /g)	1,25
Eau q.s.p.	100

Exemple 4:

Selon le procédé de l'exemple 1, on prépare une suspension huileuse concentrée de composition pondérale suivante, en pourcentage:

Iprodione	37,5
Huile d'arachides industrielle solubilisant 3,5 g d'iprodione par litre	20,0
Ethylèneglycol	5,0
Alcools synthétiques en C ₁₃ éthoxylés à 9 ou 10 mol	1,0
Phosphate acide de polystyrylphénol éthoxylé	2,0
Emulsion d'huile silicone	0,5
Silice hydrophile neutre	1,0
Eau q.s.p.	100

Exemple 5:

Selon le procédé de l'exemple 1, on prépare une suspension huileuse concentrée de composition pondérale suivante, en pourcentage:

Iprodione	26,0
Huile minérale paraffinique, à plus de 70% de paraffine, de valeur de BHL égale à 10,5 et solubilisant 4,5 g d'iprodione par litre	32,2
Emulsifiant à base d'alcools synthétiques en C ₁₃ éthoxylés à 9 ou 10 mol d'oxyde d'éthylène	0,8
Phosphate de polystyrylphénol éthoxylé	2,5
Polyalcoylphénol éthoxylé	0,5
Propylèneglycol	5,0
Hétéropolysaccharide (Rhodopol 23)	0,65
Formol (solution aqueuse à 40%)	1,5
Eau q.s.p.	100

Exemple 6:

Selon le procédé de l'exemple 1, on prépare une suspension huileuse concentrée de composition pondérale suivante, en pourcentage, dans laquelle l'iprodione est associée à une autre matière active, le carbendazime, et les adjuvants sont identiques à ceux de l'exemple 5:

Iprodione	18,0
Carbendazime	9,5
Huile minérale paraffinique	28,0
Emulsifiant à base d'alcools synthétiques en C ₁₃ éthoxylés à 9 ou 10 mol d'oxyde d'éthylène	0,8
Phosphate de polystyrylphénol éthoxylé	2,5
Polyalcoylphénol éthoxylé	0,5
Propylèneglycol	5,0
Hétéropolysaccharide (Rhodopol 23)	1,3
Formol (solution aqueuse à 40%)	3,0
Eau q.s.p.	100

*Exemple 7:**Essais fongicides en plein air sur Botrytis cinerea de la vigne*

Ces essais ont été conduits sur des parcelles de vigne de 50 m² en appliquant, comparativement à dose égale à l'hectare, une poudre mouillable commerciale à 50% en poids d'iprodione et une composition selon l'exemple 1, selon le programme de traitement suivant:

Premier traitement: A la chute des capuchons floraux, pour assainir les pièces florales desséchées qui peuvent rester accrochées sur les grains et protéger la rafle.

Deuxième traitement: Avant la fermeture de la grappe, c'est-à-dire tant qu'il est encore possible, à la pulvérisation, d'atteindre la rafle pour la protéger contre une attaque précoce de pourriture.

Troisième traitement: Au début de la véraison, car c'est à partir de ce moment que les baies deviennent sensibles aux attaques du botrytis, responsable de la pourriture grise de la vigne.

Quatrième traitement: Trois semaines environ avant la vendange pour assurer un bon état sanitaire de la récolte, à une période où les conditions physiologiques et climatiques sont souvent très favorables au développement du champignon.

Ces traitements ont été effectués en pulvérisation pneumatique à bas volume/hectare, soit de 100 à 300 l/ha, dirigés vers la zone des grappes (applications localisées) et à une dose par traitement de 750 g de matière active/hectare.

La contamination par le botrytis s'est faite naturellement au cours des mois de septembre et d'octobre, qui ont été humides avec présence de nombreux brouillards nocturnes.

Bien entendu, des parcelles sont laissées sans traitement à titre de témoins.

A la récolte, on évalue le taux de pourriture des baies par rapport à des parcelles témoins de vignes contaminées et non traitées.

Dans ces conditions, on a observé que:

- les parcelles de vignes témoins non traitées ont été attaquées avec une intensité de 41%,
- la composition commerciale d'iprodione en poudre mouillable à 50% a une efficacité ou protection moyenne de 34%, tandis que la composition selon l'exemple 1, appliquée à une même dose/hectare en matière active, exerce une protection de 61%.

Par ailleurs, la composition selon l'exemple 1 s'est révélée totalement sélective sur la vigne.

*Exemple 8:**Essais fongicides en plein air sur Botrytis cinerea sur haricots*

Ces essais ont été conduits sur des parcelles de 5 m², plantées de

haricots, en appliquant comparativement, à dose égale à l'hectare, une poudre mouillable commerciale à 50% en poids d'iprodione et une composition selon l'exemple 1, selon le programme suivant, chaque traitement étant effectué, en pulvérisation pneumatique à bas volume/hectare (de 100 à 300 l/ha, à la dose de 750 g/ha.

Premier traitement: au début de la floraison.

Deuxième traitement: à la fin de la floraison.

Des parcelles sont laissées sans traitement à titre de témoins.

La contamination s'est faite naturellement.

Dans ces conditions on constate, à la récolte, que:

- les parcelles témoins ont été attaquées à environ 27%,
- les parcelles traitées à l'iprodione en poudre mouillable ont été attaquées à environ 15%,
- les parcelles traitées à l'iprodione formulée selon l'invention n'ont été attaquées qu'à 4,5%.

*Exemple 9:**Test de résistance à la pluie*

Des plants de tomates Eurocross B, de 15 cm de haut, sont pulvérisés respectivement avec de l'iprodione en poudre mouillable commerciale à 50% en poids et avec de l'iprodione formulée comme à l'exemple 1, les deux formules étant appliquées à la même dose de 375 g de matière active pour 1000 l. On laisse sécher les feuilles. Puis quelques plants sont soumis à différents niveaux de pluie artificielle à l'aide d'un appareil simulateur de pluie. Des échantillons de feuilles sont prélevés pour chaque cas de pluie et inoculés avec des tampons de mycélium de *Botrytis cinerea*, puis laissés à incuber pendant 4 d à 20° C en atmosphère saturée d'humidité et illuminée. On procède alors au contrôle d'attaque par la maladie.

Dans ces conditions, on observe que:

- dès l'arrosage à 5 mm de pluie, les témoins sont complètement contaminés,
- pour 5 mm de pluie, les échantillons traités avec l'iprodione en poudre mouillable sont attaqués à 56% contre seulement 36% pour ceux traités avec l'iprodione formulé selon l'invention,
- pour 10 mm de pluie, les échantillons traités avec l'iprodione en poudre mouillable sont attaqués à 87% contre seulement 31% pour ceux traités avec l'iprodione formulé selon l'invention.

Les exemples montrent clairement l'importante et surprenante amélioration apportée dans l'efficacité de l'iprodione en utilisant les compositions selon l'invention.