



N° 892.177

Classif. Internat. : A61N

Mis en lecture le :

17 -08- 1982

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la loi du 24 mai 1854 sur les brevets d'invention ;

Vu le procès-verbal dressé le 17 février 1982 à 15 h. 15
au Service de la Propriété industrielle;

ARRÊTE :

Article 1. — *Il est délivré* ~~à~~ aux Stés dites : NIPPON KAYAKU KABUSHIKI
KAISHA et RHONE-POULENC AGROCHIMIE
resp. : New Kaijo Bldg., 2-1, Marunouchi 1-Chome, Chiyoda-ku
Tokyo (Japon)
et : 14-20 Rue Pierre Baizet, F-690009-Lyon (France)
repr. par le Bureau Gevers S.A. à Bruxelles,

un brevet d'invention pour : Composition fongicide pour l'agriculture
et l'horticulture,

Article 2. — *Ce brevet lui est délivré sans examen préalable, à ses risques et périls, sans garantie soit de la réalité, de la nouveauté ou du mérite de l'invention, soit de l'exactitude de la description, et sans préjudice du droit des tiers.*

Au présent arrêté demeurera joint un des doubles de la spécification de l'invention (mémoire descriptif et éventuellement dessins) signés par l'intéressé et déposés à l'appui de sa demande de brevet.

Bruxelles, le 17 août 1982

PAR DÉLÉGATION SPÉCIALE :

Le Directeur

L. SALPETEUR

892177

MEMOIRE DESCRIPTIF

déposé à l'appui d'une demande de

BREVET D'INVENTION

formée par

NIPPON KAYAKU KABUSHIKI KAISHA

et

RHONE-POULENC AGROCHIMIE

pour :

"Composition fongicide pour l'agriculture et l'horticulture"

b

La présente invention concerne une composition fongicide pour l'agriculture et l'horticulture comprenant comme matières actives le méthylsulfonyloxy-4-phényl-N-méthylthiolcarbamate et l'isopropylcarbamoyl-1-(dichloro 3,5 phényl)

5 -3 hydantoïne.

Le méthylsulfonyloxy-4-phényl-N-méthylcarbamate (désigné ci-après par "composé A") est un composé connu décrit dans la demande japonaise publiée 47527/78. Ce composé a un large spectre anti-microbien et est efficace pour la lutte
10 contre diverses maladies de plantes et de gazon causées par les champignons du sol tels que Fusarium sp., Pythium sp., Rhizopus sp., Phytophthora sp., Trichoderma sp., Rhizoctonia sp. et analogue. Cependant, l'effet fongique n'est pas toujours suffisant.

15 L'isopropylcarbamoyl-1-(dichloro 3,5 phényl)-3 hydantoïne (ci-après désigné comme "composé B") est un produit connu décrit dans la demande de brevet japonais publiée 8097/72 et développé comme fongicide contre la pourriture grise, les sclérotinioses etc...

20 Bien que le composé B soit efficace contre les maladies causées par les champignons du sol tels que Trichoderma sp., Rhizopus sp., Rhizoctonia sp., Fusarium sp., Helminthosporium sp., Puccinia sp., on ne peut obtenir une efficacité suffisante lorsque ce composé B est utilisé à une concentration suffisamment basse pour ne pas être phytotoxique
25 sur les cultures et les gazons.

Il a maintenant été découvert qu'une composition (ci-après désignée par "la présente composition") comprenant comme matières actives à la fois le composé A et le composé B
30 présente un effet synergique dans la lutte contre les maladies des plantes dues aux champignons du sol, en comparaison de l'effet de chacun des composants, et ce sans la moindre phytotoxicité sur les cultures. La présente invention est donc basée sur cette découverte.

35 En particulier la présente composition présente un degré

✓

d'efficacité élevé et inattendu par rapport à celui des constituants contre les maladies des plantes telles que la fonte des plants de riz et de pousses de concombre causée par Agaricules (corticium), Pythium (Pythium patch).

- 5 et la rouille des gazons à une concentration suffisamment faible pour ne causer aucune phytotoxicité sur les plants de riz et les légumes.

Le rapport pondéral du composé A au composé B est généralement compris entre 8/1 et 1/8, de préférence entre 1/1 et
10 5/1.

La présente composition peut être utilisée comme composition fongicide pour l'agriculture et l'horticulture tel que ou en mélange avec un adjuvant agricole qui améliore l'efficacité ou stabilise la composition selon le but de
15 l'utilisation. La composition peut être utilisée, par exemple, sous forme de poudres, de microgranulés, granulés, poudres mouillable, suspensions, concentrés fluides, compositions à très bas volume (U.L.V) ou concentrés émulsionnables, préparés de manière usuelle dans l'industrie agro-
20 chimique.

Pour leur application pratique, ces diverses formes de formulation peuvent être utilisées telles quelles ou après dilution dans l'eau à la concentration désirée.

Comme adjuvant agricoles utilisés, on peut citer un support (diluant) ainsi que des agents d'étalement, des émulsifiants, des mouillants, des dispersants, des liants et désintégrants etc....
25

Comme supports ou véhicules liquides, on peut citer des fractions de pétrole tels que kérosène et huile légère, hydrocarbures aromatiques tels que toluène et xylène, des
30 alcools tels que le méthanol, le butanol et le glycol, des cétones telles que l'acétone, des amides tels que le diméthylformamide, des sulfoxydes tels que le diméthylsulfoxyde, ainsi que le méthylnaphtalène, le cyclohexane, des
35 huiles végétales et animales, des acides gras et esters

✓

d'acides gras, etc...

Comme supports solides, on peut citer l'argile, le kaolin, le talc, la terre de diatomée, le silice, le carbonate de calcium, la montmorillonite, la bentonite, le feldspath, le quartz, l'alumine et la sciure.

Comme émulsifiants ou agents dispersants, on utilise généralement des agents tensio-actifs. Ils comprennent des tensio-actifs anioniques, cationiques, non ioniques ou amphotères tels que les sels de sodium de sulfate d'alcool supérieur, le chlorure de stéaryltriméthylammonium, les éthers de polyoxyéthylènealcoylphényle ou la laurylbétaïne.

Ces formulations peuvent être utilisées seules ou en mélange avec d'autres fongicides, germicides, herbicides, modificateurs du sol et nématicides. En outre, elles peuvent être appliquées sur le sol ou dedans par mélange avec un engrais ou un autre fongicide agricole et horticole.

Lorsque ces formulations sont utilisées sous les diverses formes décrites, les concentrations des composés servant de matières actives varient selon le type de formulation et les adjuvants agricoles et se situent généralement entre 4 et 95 % en poids.

Lorsque la présente composition est utilisée dans des terrines pépinières de plants de riz, la teneur en matière active est généralement de 0,1 à 2,0 g, de préférence de 0,2 à 1,0 g par terrine (longueur 60 cm x largeur 30 cm x profondeur 3 cm). (cf. page 11)

Les exemples suivant illustrent des formulations selon la présente invention. Les types d'adjuvant et les proportions ne doivent pas être limitées à ceux et celles illustrés mais peuvent être étendus. Dans ces exemples, les parties sont données en poids.

Exemple de formulation 1 - Poudres

6 parties de A, 4 parties de B, 40 parties de talc, 50 parties d'argile sont mélangées et broyées pour donner une poudre.

✓

Exemple de formulation 2 - Poudres mouillables

40 parties du composé A, 30 parties du composé B sont mélangées avec 25 parties de kaolin, 3 parties de sels de sodium de sulfate d'alcools supérieurs et 2 parties de polyacrylate de sodium ; le mélange est ensuite finement
5 broyé pour donner une poudre mouillable.

Exemple de formulation 3 - Granulés

2 parties de composé A préalablement finement broyé et 3 parties de composé B préalablement finement broyé sont mélangés avec 93 parties d'argile et 2 parties d'alcool polyvinyle, 15 parties d'eau sont ajoutées pour humidifier le mélange de manière homogène. Puis le mélange est extrudé en fondu en granulés à l'aide d'un granulateur. Après finissage dans un finisseur, on obtient des granulés de
10 diamètre de 0,6 à 1 mm.
15

Exemple de formulation 4 - Microgranulés

5 parties de composé A préalablement finement divisé et 5 parties de composé B préalablement finement divisé sont mélangés de manière homogène avec 11 parties d'argile et 1 partie d'alcool polyvinyle pour obtenir un mélange concentré en poudre des matières actives. Séparément, 78 parties d'une poudre minérale brute non absorbante de dimension de 74 à 105 microns sont placés dans un mélangeur rotatif propre et additionnés de 20 parties d'eau pour humidifier le mélange. Le mélange pulvérulent ci-dessous est ajouté à ce dernier mélange. Après séchage, on obtient des microgranulés.
20
25

Les exemples expérimentaux ci-dessous sont donnés pour illustrer les effets de la présente invention.

30 Exemple expérimental 1

Test sur la fonte des semis de plantes de riz causée par Fusarium sp.

Les terrines pépinières, de 60 cm de long, 30 cm de large et 3 cm de profondeur, sont remplies de terre. Une matrice de son de blé ayant servi de culture pour Fusarium roseum
35

- est uniformément inoculée à la dose de 200 g par terrine. Puis la poudre selon l'invention préparée comme à l'exemple de formulation 1 est ajoutée en quantité prédéterminée puis mélangée uniformément avec la terre. Ensuite, on sème
- 5 0,3 l de graines de riz (Nihonbare) en bandes dans chaque terrine. On porte le tout à 32°C (dans une chambre d'incubation) pendant 3 jours puis les graines sont maintenues dans un phytotron maintenu à 25°C le jour et 20°C la nuit pendant 3 jours puis en chambre à 3-5°C pendant 3 autres
- 10 jours.
- Les terrines sont ensuite laissées dans un phytotron à 20°C le jour et 15°C la nuit, pendant 9 jours, après quoi on fait le contrôle de l'infestation.
- Le résultat du test est consigné dans le tableau 1 exprimé
- 15 en degré de protection calculé comme suit :
- degré de protection =
- $$\frac{\text{proportion de pousses saines dans la zone traitée}}{\text{proportion de pousses saines dans la zone non traitée}} \times 100$$
- avec :
- 20 proportion de pousses saines (%) = $\frac{\text{nombre de pousses saines}}{\text{nombre de pousses examinées}} \times 100$

89217

6

TABLEAU I

	Matières actives	Quantité de matière active en g/terrine	Degré de protection	Phytotoxicité
témoin	Composé A	1,0	81	néant
	Composé A	0,5	40	néant
	Composé A	0,25	18	néant
selon l'invention	Composé B	1,0	50	constatée
	Composé B	0,5	38	néant
	Composé A	0,5 + 0,5	92	néant
	+ Composé B	0,25 + 0,5	76	néant

NB : Composé A : méthylsulfonyloxy-4-phényl-N-méthylthiocarbamate

Composé B : isopropylcarbamoyl-1-(dichloro 3,5 phényl)-
3-hydantoïne



Exemple expérimental 2Test sur la fonte des semis de pousses de riz causé par
Rhizopus sp.

5 Les terrines pépinières de 60 cm de long, 30 cm de large
et 3 cm de profondeur sont remplis de terre. Puis un sol
en poudre de riz, dans lequel on a cultivé la bactérie de
fonte des semis (*Rhizopus chinensis*), est inoculé dans la
terre à une dose de 500 g/terrine. Ensuite la poudre selon
10 l'invention préparée de la même manière que dans l'exemple
de formulation 1 est ajoutée en quantité prédéterminée et
mélangée uniformément à la terre.

Des grains de riz (*Nihonbare*) sont alors semés en bandes à
une dose de 0,3 g par terrine, et portés pendant 3 jours à
35°C (dans une terrine d'incubation) puis laissés pendant 3
15 jours dans un phytotron maintenu à 25°C le jour et 20°C la
nuit. Les grains sont laissés encore dans un phytotron main-
tenu à 20°C le jour et 15°C la nuit pendant 9 jours après
quoi on observe la maladie.

20 Le résultat du test est consigné dans le tableau 2 exprimé
en degré de protection défini comme suit :

degré de protection =

$\frac{\text{proportion de pousses saines dans la surface traitée}}{\text{proportion de pousses saines dans la surface non traitée}} \times 100$

avec :

25 $\text{proportion de pousses saines (\%)} = \frac{\text{nombre de pousses saines}}{\text{nombre de pousses examinées}} \times 100$



TABLEAU II

	Matières actives	Quantité de matière active en g/terraine	Degré de protection	Phytotoxicité
témoin	Composé A	0,5	67	néant
	Composé A	0,25	38	néant
	Composé B	0,5	31	observée
	Composé B	0,25	16	néant
selon l'invention	Composé A + Composé B	0,25 + 0,25	87	néant

Exemple expérimental 3Test sur la fonte des semis de pousses de riz causée par Trichoderma sp.

Les terrines pépinières de 60 cm de long, 30 cm de large et 3 cm de profondeur sont remplies de terre, 200 g/terraine d'une matrice de son de blé uniformément inoculée, dans laquelle on a cultivé la bactérie responsable de la fonte (Trichoderma Viride). On porte le tout à 30°C pendant 3 jours dans une boîte d'incubation puis on continue le test comme dans l'exemple expérimental 2.

Les résultats de test sont consignés dans la table 3, exprimés en degré de protection ainsi défini :



TABLEAU III

	Matières actives	Quantité de matière active en g/terrine	Degré de protection	Phytotoxicité
témoin	Composé A	1,0	40	néant
	Composé A	0,5	28	néant
	Composé B	1,0	41	observée
	Composé B	0,5	26	néant
selon l'invention	Composé A + Composé B	0,5 + 0,5	64	néant

Essai expérimental 4

Test sur fonte des pousses de concombres causée par Rhizoctonia sp.

- Des pots de 12 cm de diamètre sont remplis de terre agricole et une terre pathogène, dans laquelle on a cultivé la bactérie de la fonte (*Rhizoctonia solani*), a été inoculée sur la surface de la terre uniformément, à raison de 5 g par pot. Ensuite la poudre selon la présente invention et préparée comme dans l'exemple de formulation 1, est ajoutée et mélangée uniformément avec la terre. Après quoi, 10 graines de concombre (*Ohyashima*) sont semées et soumises à l'attaque de la maladie en serre. L'observation est effectuée 20 jours après le semis et la proportion de pousses est calculée selon l'équation suivante :

- proportions de pousses saines (%)
- $$= \frac{\text{nombre de pousses saines dans chaque surface}}{\text{nombre de bourgeons dans la surface non inoculée et non traitée}} \times 100$$



Les résultats sont consignés dans le tableau IV

TABLEAU IV

Matières actives	Quantité de matière active en g/terrine	proportion de pousses saines %	Phytotoxicité
Composé A	0,04	31	néant
Composé A	0,02	16	néant
Composé B	0,01	65	observée
Composé B	0,005	52	néant
Composé A + Composé B	0,02 + 0,005	74	néant

Exemple expérimental V

Test sur la fonte des pousses de concombres causée par
Phytophthora melonis (plein champ)

- Des poudres à 10 % selon l'invention préparée comme dans l'exemple de formulation 1 sont répandues en quantité pré-déterminée sur le champ dans lequel a été préalablement inoculée la bactérie de la fonte (Phytophthora melonis), les poudres étant ensuite mélangées uniformément sur une épaisseur de 10 cm avec la terre de surface.
- 5 Puis on sème des graines de concombre (Ohyashima). L'observation de la maladie est effectuée 20 jours après le semis et la proportion de pousses saines calculée selon l'équation.
- 10 Proportion de pousses saines % =
- $$\frac{\text{Nombre de pousses saines dans chaque surface}}{\text{Nombre de bourgeons dans la surface ni traitée ni contaminée}} \times 100$$
- 15

4

892177

11

Les résultats sont consignés dans le tableau V

TABLEAU V

Matières actives	Quantité de matière active en g/terrine	proportion de pousses saines %	Phytotoxicité
Composé A	20 kg/ha	62	néant
Composé A	30 kg/ha	71	néant
Composé B	15 kg/ha	5	néant
Composé B	20 kg/ha	8	néant
Composé A	20kg/ha + 15kg/ha	98	néant
+ Composé B	30kg/ha + 20kg/ha	100	néant

* (suite de la page 3)

Lorsque la présente composition est utilisée en plein air sur riz, la teneur en matière active est généralement comprise entre 0,5 et 80 kg à l'hectare.

✓

892177

12

REVENDECATIONS

- 1) - Composition fongicide pour la protection des plantes contre les maladies fongiques caractérisée en ce qu'elle contient comme matière active un mélange de méthylsulfonyl-oxy-4-phényl-N-méthyltholcarbamate (composé A) et d'isopropylcarbamoyl-1 (dichloro 3,5 phényl)-3-hydantoïne (composé B).
- 2) - Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que le rapport pondéral A sur B est compris entre 8/1 et 1/8.
- 3) - Composition selon la revendication 2, caractérisée en ce que le rapport pondéral A sur B est compris entre 1/1 et 5/1.
- 4) - Procédé de traitement des plantes contre la fonte des semis de cultures caractérisées en ce qu'on applique une composition selon l'une des revendications 1 à 3.
- 5) - Procédé de traitement de semis de riz selon la revendication 4 caractérisée en ce qu'on applique à des terrines des compositions selon l'une des revendications 1 à 3 à raison de 0,02 à 0,4 kg/m³ de matières actives.
- 6) - Procédé de traitement selon la revendication 4 des cultures en plein air caractérisé en ce qu'on applique une composition selon l'une des revendications 1 à 3 à une dose comprise entre 0,5 et 80 kg/ha.
- 7) Composition fongicide et son utilisation, telles que décrites ci-dessus notamment dans les exemples donnés.

17 Février 1982

Nippon Kayaku Kabushiki Kaisha et
Rhône-Poulenc Agrochimie