

A2

**DEMANDE
DE CERTIFICAT D'ADDITION**

(21)

N° 82 02020

Se référant : au brevet d'invention n° 81 05798 du 20 mars 1981.

(54) Composition fongicide à base d'iprodione.

(51) Classification internationale (Int. Cl. ³). A 01 N 47/34.

(22) Date de dépôt 5 février 1982.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande B.O.P.I. — « Listes » n° 32 du 12-8-1983.

(71) Déposant : RHONE-POULENC AGROCHIMIE. — FR.

(72) Invention de : Albert Margossian.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : François Chrétien, Rhône-Poulenc Agrochimie,
BP 9163, 69263 Lyon Cedex 1.

Certificat(s) d'addition antérieur(s) :

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'isopropyl carbamoyl-1 (dichloro-3,5 phényl)-3 hydantoïne. Ce
5 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.
10 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
15 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
20 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 %
25 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,
- 30 d - éventuellement 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
35

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 microns, de préférence avec
5 un diamètre moyen de 1 à 5 microns.

Dans ces suspensions, outre l'iprodione, la matière active peut comprendre d'autres matières actives, telles que notamment le carbendazime, le bénomyl ou le méthylthio-
10 phanate ou un composé à base de cuivre, un éthylène bis-dithiocarbamate métallique tel que manèbe, zinèbe ou mancozèbe ou un dérivé de phtalimide 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
15 présente invention.

L'huile utilisable dans les compositions selon l'invention peut être de nature diverse pourvu qu'elle puisse dissoudre de 1 à 5 g d'iprodione par litre d'huile à
20 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
25 balance hydrophile/lipophile est définie et déterminée selon "Pesticide formulation" - Wade Van Valkenburg - Edition Marcel Dekker Inc. - New York 1973.

Ces huiles peuvent être minérales comme les huiles de pétrole raffinées, appelées communément huiles blanches,
30 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
35 définie ci-dessus, peuvent également être utilisées telles que, par exemple, l'huile d'arachide, l'huile de germe 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 plusieurs alcools gras linéaires ou ramifiés en C_{12} à C_{14} , et de préférence en C_{13} , avec de 8 à 12 moles, et de préférence de 9 à 10, oxydes 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 m^2/g mesurée selon la méthode B.E.T. Une telle silice est sensiblement neutre, c'est-à-dire que son pH en suspension aqueuse est de $7 \pm 0,5$. 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 hétéropolysaccharides résultant de la fermentation d'hydrates de carbone par un microorganisme du type xanthonomas, des dispersants-fluidifiants du type polyarylpénol éthoxylé, de préférence sous forme phosphate acide (en général de 0,5 à 2,5 % en poids), des antigels tels que éthylène glycol ou propylène glycol (en général de 5 à 10 % en poids), des antimousses telles que émulsions d'huiles silicones (généralement de 0,2 à 0,6 % en poids) et agent conservateur vis-à-vis des proliférations microbiennes (en général de 0,1 à 0,2 % en poids) tel

que 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, tomate, 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, en pourcentage, suivante :

- iprodione de diamètre de particules de
l'ordre de 2 microns 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
5	- émulsifiant à base d'alcools synthétiques en C ₁₃ éthoxylés à 9-10 moles d'oxyde d'éthylène	0,8
	- phosphate de polyarylpénol éthoxylé	2,5
	- polyalcoylphénol éthoxylé	0,5
	- éthylène glycol	5,0
	- hétéropolysaccharide (Rhodopol 23)	0,065
10	- formol (solution aqueuse à 40 %)	0,15
	- émulsion d'huile silicone	0,5
	- eauq.s.p.	100

On procède d'abord, dans une cuve, au mélange de l'eau, du glycol, de l'émulsion silicone, des agents tensioactifs 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 broye avec un broyeur DYNO-MILL pour obtenir une suspension concentrée d'iprodione.

Dans la troisième et dernière étape, l'agent de viscosité (hétéropolysaccharide), pré-dispersé 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 pourcentages :

30	- 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
35	- éthylène glycol	5,0

	- alcools synthétiques en C ₁₃ éthoxylés à 8-10 moles	0,8
	- phosphate acide de polyarylphénol éthoxylé	1,2
	- hétéropolysaccharide (Rhodopol 23)	0,065
5	- émulsion d'huile silicone	0,5
	- silice hydrophile neutre synthétique (surface BET 200 m ² /g)	2,0
	- eau	q.s.p. 100

Exemple 3

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

	- iprodione	37,5
	- huile minérale à plus de 70 % de paraffines de valeur de balance hydrophile/lipophile égale à 11 .	20,0
15	- éthylène glycol	5,0
	- alcools synthétiques éthoxylés en C ₁₃ à 9-10 moles	1,0
	- phosphate acide de polyarylphénol éthoxylé	1,5
20	- émulsion d'huile silicone	0,5
	- silice précipitée hydrophile neutre (surface BET 300 m ² /g)	1,25
	- eau	q.s.p. 100

Exemple 4

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

	- iprodione	37,5
	- huile d'arachide industrielle solubilisant 3,5 g d'iprodione par litre	20,0
30	- éthylène glycol	5,0
	- alcools synthétiques en C ₁₃ éthoxylés à 9-10 moles	1,0
	- phosphate acide de polyarylphénol éthoxylé	2,0
35	- émulsion d'huile silicone	0,5
	- silice hydrophile neutre	1,0

- eaug.s.p... 100

Exemple 5

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

5	- 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
10	- émulsifiant à base d'alcools synthétiques en C ₁₃ éthoxylés à 9-10 moles d'oxyde d'éthylène	0,8
	- phosphate de polyarylpénoléthoxylé	2,5
	- polyalcoylphénol éthoxylé	0,5
	- propylène glycol	5,0
15	- hétéropolysaccharide (Rhodopol 23)	0,65
	- formol (solution aqueuse à 40 %)	1,5
	- eaug.s.p. 1000	

Exemple 6

Selon le procédé de l'exemple 1, on prépare une suspension huileuse concentrée de composition pondérale suivante, en pourcentages, 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
25	- carbendazime	9,5
	- huile minérale paraffinique	28,0
	- émulsifiant à base d'alcools synthétiques en C ₁₃ éthoxylé à 9-10 moles d'oxyde d'éthylène.....	0,8
	- phosphate de polyarylpénol éthoxylé	2,5
30	- polyalcoylphénol éthoxylé	0,5
	- propylène glycol	5,0
	- hétéropolysaccharide (Rhodopol 23)	1,3
	- formol (solution aqueuse à 40 %)	3,0
	- eaug.s.p. 1000	

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, 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 à l'hectare.

La contamination par le Botrytis s'est faite naturellement au cours des mois de septembre et 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 %, 5
- 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 %. 10

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. 15

Ces essais ont été conduits sur des parcelles plantées de haricots de 5 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 suivant, chaque traitement étant effectué, en pulvérisation pneumatique à bas volume/ha (de 100 à 300 l/ha), à la dose de 750 g/ha. 20

. 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. 25

La contamination s'est faite naturellement.

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

- les parcelles témoins ont été attaquées à environ 27 %, 30
- 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. 35

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 litres. 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 feuille sont prélevés pour chaque cas de pluie et inoculés avec des tampons de mycelium de Botrytis cinerea, puis laissés à incuber pendant 4 jours 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 :

- a - dès l'arrosage à 5 mm de pluie, les témoins sont complètement contaminés,
- b - 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.
- c - 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.

REVENDEICATIONS

- 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,
 - 5 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",
 - 10 c - de 0,1 à 2 % d'un émulsifiant non ionique de type alcool gras éthoxylé,
 - d - éventuellement de 0,5 à 2,5 % d'une silice hydrophile sensiblement neutre.
- 2 - Composition selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'huile a une balance hydrophile/lipophile
- 15 d'une valeur de 10 à 11.
- 3 - Composition selon l'une des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que l'huile peut dissoudre de 1 à 5 g d'iprodione par litre.
- 20 4 - Composition selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que l'huile est une huile minérale.
- 5 - Composition selon l'une des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que l'huile est une huile végétale.
- 25 6 - Composition selon l'une des revendications 1 à 5, caractérisée en ce que l'émulsifiant non ionique est un condensat d'un ou plusieurs alcools gras contenant de 12 à 14 atomes de carbone et de 8 à 12 moles d'oxyde d'éthylène.
- 30 7 - Composition selon la revendication 6, caractérisée en ce que l'émulsifiant est un condensat d'alcools synthétiques à 13 atomes de carbone et de 9-10 moles d'oxyde d'éthylène.
- 8 - Composition selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que la silice est une silice précipitée hydratée, de surface spécifique BET de 200 à 300 m²/g.
- 35 9 - Composition selon l'une des revendications 1 à 7, caractérisée en ce que la matière active est un mélange

d'iprodione et de carbendazime.

10 - Procédé pour la protection des cultures, caractérisé en ce qu'on applique une composition selon l'une des revendications 1 à 5.