



248269

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a

la solicitud de

una PATENTE de INVENCION por VEINTE AÑOS en ESPAÑA, a favor de
DIAMOND ALKALI COMPANY, Entidad norteamericana, residente en
300 Union Commerce Building - CLEVELAND 14 (Ohio), por

"METODO PARA CONTROLAR DESARROLLOS VEGETALES NO DESEABLES"

INVENTOR: Robert F. Lindemann, de nacionalidad norteamericana.

PRIORIDAD: Sol. Pat. norteamericana, Ser. 726.357 del 4-4-58

;) :

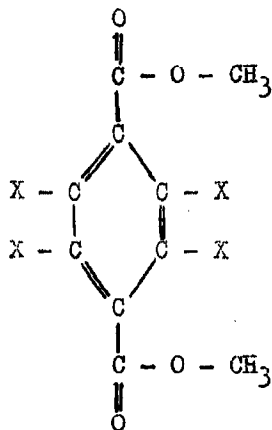


248269

Esta invención se relaciona con mejoras en materiales biológicamente activos y más particularmente con composiciones y métodos perfeccionados para el control del desarrollo vegetal.

5.- Más concretamente, se relaciona esta invención con reguladores del desarrollo de plantas, es decir composiciones herbicidas, que contienen como ingrediente activo dimetil 2,3,5,6-tetrahalotereftalatos de la estructura:

10.-



15.-

en la que X es un halógeno, es decir flúor, cloro, bromo o iodo, siendo preferible el cloro.

20.-

Hasta ahora se han propuesto y usado como herbicidas muchas sustancias, tanto orgánicas como inorgánicas. Sin embargo, aun persiste el problema de controlar determinados desarrollos vegetales indeseables. El control selectivo de ciertos desarrollos vegetales indeseables está adquiriendo una creciente importancia ante la utilización, cada vez mayor, de terrenos para la agricultura, jardinerías, praderías y otras aplicaciones en las que es esencial un control de vegetación indeseable incluyendo las muchas variedades de hierbajos. En consecuencia, aunque hasta ahora se ha propuesto un gran número de herbicidas que han logrado un variable grado de aceptación comercial, todavía está en pie el problema complicado de controlar selectivamente el desarrollo vegetal.

25.-

30.-

Como ilustración de los anteriores materiales herbicidas figuran tales sustancias orgánicas como el 2,4-D y el 2,4,5-T, carbonatos



248269

tales como el isopropil N-(3clorofenil) carbamato, el pentaclorofenol, el ácido 2,2-dicloropropiónico y similares. También se han propuesto y usado materiales inorgánicos tales como la sal de bórax, arsenita, cianuro, cianato, clorato, sulfamato, etc. En muchos casos, estos mate-
5.- riales son satisfactorios en aplicaciones determinadas; sin embargo, en otras aplicaciones no han resultado enteramente adecuados. Muchos de los herbicidas orgánicos más efectivos propuestos hasta ahora han sido o muy costosos para un eficaz y amplio uso o no han sido selectivos, atacando lo mismo a los vegetales deseables como a los no deseables; o
10.- bien han implicado la manipulación de sustancias tóxicas o materiales peligrosos o de aplicación no deseable. Por otra parte, muchas de las sustancias inorgánicas tales como el bórax o la sal, aunque más econó-
15.- micas en muchos casos, son relativamente ineficaces. Además, tales com-
puestos son en ocasiones no selectivos y presentan tal toxicidad que esterilizan el terreno durante prolongados períodos en que no es desea-
ble tal acción.

En consecuencia, es un objeto de esta invención proporcionar nuevas y mejoradas composiciones selectivamente reguladoras del de-
20.- sarrollo vegetal que no sólo son económicas de producir y emplear sino que además son singularmente eficaces.

Otro objeto de la invención es la provisión de nuevas y mejoradas composiciones herbicidas y métodos para controlar el desarro-
llo vegetal.

Otro objeto más es proporcionar nuevas y mejoradas composi-
25.- ciones reguladoras del desarrollo vegetal caracterizadas por una acti-
vidad selectiva herbicida previa, es decir anterior a la aparición de los hierbajos cuya eliminación se persigue.

Estos objetos y ventajas de la invención, y otros más, se ofrecen con mayor detalle en la siguiente descripción.

30.- La presente invención comprende una selectiva composición



7 48269

- herbicida que contiene un portador y una cantidad tóxica activa de un dimetil 2,3,5,6-tetrahalotereftalato, preferiblemente dimetil 2,3,5,6-tetraclorotereftalato, y el método de controlar el desarrollo vegetal mediante el empleo de tal composición. Esas composiciones pueden emplearse
- 5.- se solas o en combinación con otros materiales biológicamente activos, tales como los exterminadores de plagas a base de fosfatos orgánicos o hidrocarburos clorados, otros herbicidas de amplia y selectiva aplicación antes y después del brote del objeto a que se destinan, fungicidas de follajes y tierras vegetales, nematocidas, bactericidas y similares.
- 10.- El dimetil 2,3,5,6-tetrahalotereftalato puede prepararse mediante la halogenación de dicloruro de tereftalilo, por ejemplo por la cloración de dicloruro de tereftalilo según se describe por N. Rabjohn en el "Journal of the American Chemical Society", volumen 70, página 3518 (1948) y haciendo reaccionar el resultado dicloruro de tetrahalotereftalilo con metanol, preferiblemente al reflujo. El producto puede purificarse mediante su recristalización de un disolvente orgánico, si se desea,
- 15.-
- 20.- Se comprende, naturalmente, que el dimetil 2,3,5,6-tetrahalotereftalato, especialmente el dimetil 2,3,5,6-tetraclorotereftalato, puede utilizarse en diversas formulaciones, incluyendo polvos finamente divididos y materiales granulares, así como líquidos, tales como soluciones, concentrados, concentrados emulsionables, mezclas pastosas y similares, según sea la aplicación que se pretenda y los medios de formulación deseados.
- 25.- Así, deberá tenerse en cuenta que el dimetil 2,3,5,6-tetrahalotereftalato de esta invención puede emplearse para formar sustancias biológicamente activas que contengan tales compuestos como esenciales ingredientes activos, cuyas composiciones pueden incluir también diluentes secos finamente divididos o líquidos, extendedores, rellenos, acondicionadores, incluyendo diversas arcillas, tierra de dia-
- 30.-



248269

5.- tomeas, talco, catalizador gastado, materiales de alúmina y sílice, líquidos, disolventes, diluentes, etc., incluyendo agua y diversos líquidos orgánicos, tales como keroseno, benceno, tolueno, benceno clorado, acetona, ciclohexanona, disulfuro de carbono, alcoholes y diversas mezclas de ellos.

10.- Cuando se emplean formulaciones líquidas o se preparan materiales secos que han de usarse en forma líquida, es deseable en ciertos casos emplear adicionalmente un agente humedecedor, emulsionador, dispersador u otro superficialmente activo para facilitar el uso de la formulación, por ejemplo Triton X-155 (alcohol de alquil aril poliéter, patente estadounidense nº 2.504.064), sales amónicas cuaternarias catiónicas y sulfonatos de alquil arilo.

15.- El término "portador" aquí empleado se aplica genéricamente a materiales que constituyen una proporción mayor de una formulación biológicamente activa u otra, incluyendo por tanto materiales finamente divididos, tanto sólidos como líquidos, según se explica su uso general en tal solicitud.

20.- A fin de que los versados en la materia puedan comprender de manera más completa la presente invención y los métodos preferentes con que puede llevarse a efecto, se ofrecen los siguientes ejemplos específicos.

EJEMPLO I

Preparación de Dimetil 2,3,5,6-tetraclorotereftalato.

25.- Se somete a reflujo durante 12 horas 2.500 ml. de metanol y 100 gr. de dicloruro de 2,3,5,6-tetraclorotereftalato en un matraz de reacción. Luego se evapora la mezcla hasta la mitad de su volumen y se enfría para precipitar el producto deseado. Tras su recristalización de 1000 ml. de metanol, se obtienen 90 grs. del deseado 2,3,5,6-tetraclorotereftalato, con punto de fusión a 155-156°C. La solubilidad de este producto en agua es inferior al 5%, siendo superior a este porcenta-

30.-



248269

je en acetona, ciclohexanona y xileno, poseyendo el siguiente contenido de cloro, que evidencia así la preparación del compuesto deseado:

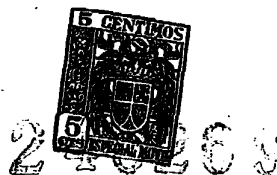
Elemento	Porcentaje efectivo por peso	Porcentaje calculado por peso
Cl	41,7	42,9

EJEMPLO II

- 5.- Se lleva a cabo una evaluación herbicida para detectar la absorción y translocación de las raíces, en la que se tratan tomates, variedad "Bonny Best" de 5 a 7 pulgadas de altura, y judías, variedad "Tendergreen", vertiendo 51 ml. de una formulación acuosa de prueba de 2000 p.p.m. (2000 p.p.m. de dimetil 2,3,5,6-tetraclorotereftalato, 5% de acetona, 0,01% de Triton X-155 y el resto de agua) sobre el terreno en vasijas de 4 pulgadas, es decir 102 mg. por vasija o, aproximadamente equivalente a 128 libras por acre, en cuyo terreno se desarrollan esas plantas. Estas se mantienen bajo condiciones controladas de invernadero durante 10 días antes del examen, después de cuyo tiempo se evalúa la fitotoxicidad sobre una escala de 0, para la ausencia de todo daño, a 11, para la destrucción de la planta. Usando este procedimiento se observan evaluaciones de 0 para las plantas de tomate y las de judías, indicando la falta de todo daño a las mismas.

EJEMPLO III

- 20.- Para demostrar el efecto del dimetil 2,3,5,6-tetraclorotereftalato sobre la germinación de semillas en la tierra vegetal, se siembra a voleo una mezcla de semillas de seis plantas en recipientes metálicos de 8 x 5 x 2 pulgadas llenados hasta media pulgada de su parte superior con tierra abonada.
- 25.- La mezcla de semillas contiene muestras de tres hojas anchas, nabo, lino y alfalfa y tres hierbas, trigo, mijo y centeno. La semilla se cubre uniformemente con un cuarto de pulgada aproximadamente de tierra vegetal y luego se riega. Después de 24 horas, se vierten 80 ml. de una formulación acuosa de prueba (16 libras por acre de dimetil



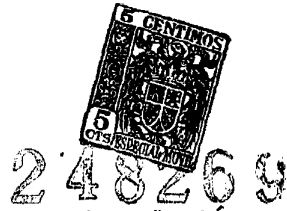
5.- 2,3,5,6, tetraclorotereftalato, 5% de acetona, 0,01% de Triton X-155 y el resto de agua) uniformemente sobre la superficie del recipiente. Dos semanas después del tratamiento se toman anotaciones sobre la situación de la germinación comparada con los controles sin tratar. Usando este procedimiento los resultados indican una continuidad del 100% para las hojas anchas y una continuidad del 10% para las hierbas, evidenciándose así un elevado grado de actividad herbicida selectiva previa.

EJEMPLO IV

10.- Se lleva a cabo otra prueba de evaluación de la actividad herbicida empleando semillas de hierba de centeno perenne y rábano, que son tratadas en platos Petri con suspensiones acuosas de dimetil 2,3,5,6-tetraclorotereftalato en concentraciones de 100 y 1000 p.p.m. del producto del ejemplo I, 5% de acetona, 0,01% de Triton X-155 y el
15.- resto de agua. Se reparten lotes de 25 semillas de cada tipo en platos separados que contienen discos de papel filtro humedecidos con 5 ml. de la formulación de prueba en cada concentración. Después de 7 a 10 días bajo condiciones controladas, el producto del ejemplo I recibe una evaluación que corresponde a la concentración mínima inhibidora de la germinación de la mitad de las semillas de la prueba. Usando esta
20.- prueba, el producto del ejemplo I recibe evaluaciones superiores a 1000 p.p.m. para el rábano e inferiores a 10 p.p.m. para la hierba de centeno, indicando una vez más un elevado grado de actividad herbicida selectiva previa.

EJEMPLO V

25.- A fin de demostrar la eficacia del producto del ejemplo I contra la hierba áspera (*Digitaria sanguinalis*), se lleva a cabo una evaluación del poder herbicida previo comparando el producto del ejemplo I con isopropil N-(3-clorofenil) carbamato y ácido 2,2-dicloropropióni-
30.- co. En esta prueba cada uno de los anteriores compuestos es aplicado con



5.- una concentración de 2 y 0,5 libras por acre en una formulación que contiene un 10% de acetona y el resto agua. Se efectúan varias comprobaciones en esta evaluación, anotándose los resultados 4 semanas después de la plantación, comparando el peso fresco de las plantas de prueba con las plantas de comprobación. Empleando tal procedimiento, los resultados indican que el compuesto de la presente invención despliega una mejor actividad previa que los tipos comunes empleados. Estos datos comparativos aparecen en la siguiente tabla.

TABLA I

10.-	Material de prueba	Dosificación libras por acre	Peso fresco expresado en porcentaje de las comprobaciones, 4 semanas después de la plantación.
15.-	Dimetil 2,3,5,6-tetraclorotereftalato	2 0,5	Vestigio 8
	Isopropil N-(3-clorofenil) carbamato	2 0,5	38 67
20.-	Acido 2,2-dicloropropiónico	2 0,5	Vestigio 34

20.- Como indican los datos anteriores, el dimetil 2,3,5,6-tetraclorotereftalato permite solamente un 8% de desarrollo, en comparación con las evaluaciones de porcentajes de desarrollo de 67 y 34 de los tipos comunes.

EJEMPLO VI

25.- Se lleva a cabo otra evaluación empleando el producto del ejemplo I y el procedimiento señalado en el ejemplo V, en el que el dimetil 2,3,5,6-tetraclorotereftalato indica una extendida actividad residual superior a 6½ semanas con una dosificación de 2 libras por acre.

30.-



Entiéndase que, aunque se ha descrito la invención con específica referencia a determinadas versiones de la misma, no ha de considerarse limitada a ellas, puesto que pueden introducirse cambios y alteraciones que quedan plenamente dentro del ámbito de la invención, tal como queda definida por las adjuntas reivindicaciones.

5.-

N O T A

En resumen: la Patente de Invención cuyo registro se solicita, recaerá sobre las reivindicaciones siguientes :

10.-

1. Método para controlar desarrollos vegetales no deseables, caracterizado porque incluye la formulación de una composición herbicida de materia comprendiendo un portador y una cantidad herbicida de dimetil 2,3,5,6-tetrahalotereftalato.

15.-

2. Método acorde con la reivindicación 1, caracterizado porque incluye la formulación de una composición herbicida de materia comprendiendo un portador y una cantidad de herbicida de dimetil 2,3,5,6-tetraclorotereftalato.

20.-

3. Método para controlar desarrollos vegetales no deseables, que comprende el poner en contacto a dichos desarrollos vegetales con una cantidad activa de dimetil 2,3,5,6-tetrahalotereftalato.

25.-

4. Método para controlar desarrollos vegetales no deseables, caracterizado porque comprende el poner en contacto a dichos desarrollos vegetales con una cantidad activa de dimetil 2,3,5,6-tetraclorotereftalato.

30.-

5. Método para el control de desarrollos vegetales antes de su aparición, mediante el contacto de la semilla de dichos vegetales con dimetil 2,3,5,6-tetrahalotereftalato.

6. Método para el control de desarrollos vegetales antes de su aparición, que comprende el poner en contacto la semilla de dichos vegetales con dimetil 2,3,5,6-tetraclorotereftalato.

7. Método para el control de desarrollos vegetales antes de

248269



su aparición mediante el contacto de la tierra vegetal que rodea a las semillas de dichos vegetales con dimetil 2,3,5,6-tetrahalotereftalato.

5.- 8. Método para el control de desarrollos vegetales antes de su aparición mediante el contacto de la tierra vegetal que rodea a las semillas de dichos vegetales con dimetil 2,3,5,6-tetraclorotereftalato.

10.- 9. Método para controlar el desarrollo de hierbas no deseables, caracterizado porque comprende el poner en contacto a dichas hierbas con una cantidad activa de dimetil 2,3,5,6-tetrahalotereftalato.

10.- 10.- Método para el control de desarrollos de hierbas no deseables, que comprende el poner en contacto a dichas hierbas con una cantidad activa de dimetil 2,3,5,6-tetraclorotereftalato.

15.- 11. Método para controlar el desarrollo de hierba áspera, caracterizado porque comprende el poner en contacto a dicha hierba con una cantidad activa de dimetil 2,3,5,6-tetrahalotereftalato.

12.- Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención cuyo registro se solicita: "MÉTODO PARA CONTROLAR DESARROLLOS VEGETALES NO DESEABLES".

20.- Todo conforme queda descrito en la presente memoria que consta de diez páginas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 26 de marzo de 1959

ALFONSO UNGRIA