

P.- 20.486

A 4361



263280

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

formulada el 16 de Diciembre de 1960, con el nº 263.280

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de NORDDEUTSCHE AFFINERIE y CHEMISCHE FABRIK C.F. SPIESS & SOHN, entidades alemanas, establecidas en Alsterterasse 2, Hamburgo, la 1ª y la 2ª en Kleinkarlbach (Rhpf.), ambas en la República Federal Alemana, por:

» MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA FABRICACION DE AGENTES PARA EVITAR O ELIMINAR QUIMICAMENTE EL CRECIMIENTO VEGETAL INDESEADO »

---

El invento concierne a medios para la eliminación química del crecimiento de plantas indeseadas que se caracterizan por un contenido en derivados clorados de N-fenil-pirazolonas sus sales y/o productos de sustitución. Las combinaciones se obtie  
5 nen según un método que no reivindicamos, por acción de cloro elemental o medios portadores de cloro sobre la N-fenil-pirazolona-(5), en el que las sustancias de partida pueden estar una o más veces sustituidas tanto en el anillo bencenico co-

263280



mo en las posiciones 2,3 y 4.

Estos materiales de partida son en parte productos intermedios conocidos de la síntesis de medicamentos, de otra parte son baratos y fácilmente asequibles como productos farmacéuticos obtenidos en escala técnica. La acción destructiva de las N-fenil-pirazolonas cloradas, sorprendentemente encontrada, sobre el crecimiento de numerosas clases de plantas permite, según el invento, el empleo de estas combinaciones para detener o impedir el crecimiento de plantas indeseadas. La lucha química, que ahorra trabajo, contra la maleza juega hoy un papel importante en la agricultura y el bosque, en el trazado de pistas, zonas industriales, márgenes de carreteras, aguas útiles, etc. La extensa variabilidad química y biológica de los grupos activos recién encontrados lleva a un valioso complemento y una ampliación de los métodos conocidos hasta ahora.

Como se conoce por la bibliografía, la posición de los halógenos sustituyentes en la introducción, por ejemplo de uno o a veces dos átomos de cloro o bromo en la N-fenil-5-pirazolona, puede indicarse solo con alguna probabilidad. Los diversos tautómeros posibles de estas combinaciones, su propiedad de adicionar fácilmente halógenos, de sustituir y de nuevo separarse y especialmente la capacidad de tomar átomos de halógeno en mayor número del que teóricamente se prevee, hacen a menudo difícil la definición especialmente de los productos más altamente clorados.

Ejemplos de las nuevas combinaciones que tienen acción herbicida según el invento son:

- N-fenil-3-metil-4-cloro-pirazolona (5) (P.F. 180°C.)
- N-fenil-3-metil-4,4-dicloro-pirazolona (5) (P.F. 60-62°C.)

263280



- N-(4-clorofenil)-3-metil-4-cloro-pirazolona(5) (P.F. 184°C)
- N-(4-clorofenil)-3-metil-4,4-di cloro-pirazolona(5) (P.F.48-50°C)
- N-(2,5-diclorofenil)-3-metil-4,4-di cloro-pirazolona(5)
- N-(2,4-di clorofenil)-3-metil-4-cloro-pirazolona(5)
- 5 N-(4-nitrofenil)-3-metil-4,4-di cloro-pirazolona(5) (P.F.116°C)
- N-(2-cloro-4-nitrofenil)-3-metil-4,4-di cloro-pirazolona(5)
- N-(4-cloro-2-nitrofenil)-3-metil-4-cloro-pirazolona(5)
- N-fenil-2,3-dimetil-4-cloro-pirazolona-(5) Clorhidrato (P.F. 140°C).

- 10 N-fenil-2,3-dimetil-4-cloro-pirazolona-(5) (P.F. 130°C.)
- Producto de cloración de la N-fenil-2,3-dimetil-pirazolona-(5) (Antipirina) compuesto desconocido que contiene cuatro átomos de cloro (P.F. 96°C)

- 15 Producto de cloración de la N-fenil-2,3-dimetil-4-dimetil-amino-pirazolona-(5), compuesto desconocido con un contenido en cloro comprendido entre 13 y 45 %.

- Producto de cloración de la N-fenil-2,3-dimetil-4-nitro-pirazolona-(5), compuesto desconocido con un contenido en cloro del 40 % que corresponde a tres átomos de cloro en la molecula.
- 20

- Los ejemplos nombrados y más productos de cloración de las N-fenil-5-pirazolonas o de sus sales de la formulación dada arriba son solubles en agua, cuando se trata de sales de ácidos minerales especialmente de clorhidratos de monocloro-
- 25 derivados. Los productos con dos y más átomos de cloro apenas muestran tendencia a la formación de sales. Son poco solubles en agua y por el contrario como las bases de los monocloroderivados, se disuelven bien en algunos disolventes orgánicos usuales. Una parte de los productos clorados indicados y otros
- 30 mas de acuerdo con el invento no cristalizan, es decir, la

263280



mayor parte solo han sido obtenidos en forma muy siruposa. Según eso, la elaboración de las combinaciones para las preparaciones listas para la aplicación puede realizarse de la manera conocida, bien como solución, como concentrado emulsionable, o  
5 tambien en forma de suspensión rociable empleando las materias auxiliares mas corrientes humectantes, emulsores, disolventes, medios inertes, etc., además pueden obtenerse en forma de polvo o granulado. La aplicación se realiza convenientemente regando las partes verdes de las plantas con la solución diluida,  
10 emulsión acuosa o suspensión o echandolo en el agua de riego para que sea absorbido a través de las raices o introduciendolo en la capa superior del terreno o por distribución en el agua si se trata de plantas sumergidas. En forma de polvo o granulado sirve igualmente para fines especiales de eliminación del  
15 crecimiento de plantas. Según la cantidad empleada y la forma de aplicación se puede lograr la destrucción de todas las plantas (herbicida total) o la destrucción selectiva de algunas clases de plantas solamente.

Una ventaja muy importante y un progreso frente a los  
20 medios de eliminación de hierbas hasta ahora conocidos, es la aplicación de los nuevos productos, especialmente de las sales de 1-fenil-2,3-dimetil-4-cloro-pirazolona-(5) en el cultivo de maiz. El maiz (maiz Tea) no se perjudica con dosis altas de sustancias activas, por ejemplo 30 grs. de sustancia activa  
25 por hectareas, mientras la cizaña, que se presenta habitualmente en el cultivo del maiz, se destruye con seguridad. Además ataca a las distintas clases del género Panicum como por ejemplo Panicum sanguinale, Setaria italica y Panicum crusgalli, que no son afectadas por los herbicidas del grupo de la  
30 triacina que se emplean habitualmente en el maiz, ni pueden



253280

eliminar por otros medios de destrucción de hierbas que al mismo tiempo no ataquen al cultivo de maiz.

Los nuevos medios pueden tambien combinarse unos con otros o encontrar aplicación conjuntamente con uno o más herbicidas ya conocidos, como por ejemplo: derivados de triacina o triazol, derivados de la urea, ácido carbámico, ácido fenoxi-carbónico o halogenados de ácidos grasos, con lo que se observan efectos crecientes de las mezclas con las N-fenil-pirazolonas cloradas.

10

#### EJEMPLO 1

Se obtiene el clorhidrato de 1-fenil-2,3-dimetil-4-cloropirazolona-(5) (P.F. 138-140°C. de acetona), introduciendo gas cloro seco en una solución de Antipirina (1-fenil-2,3-dimetil-pirazolona) en cloruro de metileno hasta que comienza el desprendimiento de cloruro de hidrogeno y separando el disolvente por evaporación. 1 Kg. de los cristales centrifugado algo higroscópicos se amasan con 1 Kg. de Kieselgula altamente dispersante con lo que se obtiene un polvo casi seco que se mezcla en un recipiente agitador con 18 Kg. de arena de grano fino hasta formar una mezcla homogénea que contiene un 5 % de sustancia activa. Si se utiliza de esto, según los utensilios empleados, eventualmente después de una mayor dilución con arena, 5-10 Kg. de sustancia activa por hectarea, en el proceso previo, en los cultivos de maiz, no se causa al maiz ningun daño, mientras la tierra queda libre de cizaña durante semanas o meses según las condiciones climatológicas.

25

30

20 grs. del clorhidrato de 1-fenil-2,3-dimetil-4-cloro-

263280



pirazolona-(5), obtenido como antes se disuelve en 200 c.c. de agua y, a la solución se añade bajo agitación, una solución de carbonato sódico al 50% hasta reacción alcalina. El precipitado se recoge y se seca: se obtienen 16 grs. de 1-fenil-2,3-dimetil-4-cloropirazolona(5) P.F. 130°C. Se agita la sustancia con un exceso de tricloroacético al 50% formandose un aceite que se transforma por adición de agua, en la sal cristalina de la base y tricloroacético de P.F. 79-81°C. 25 partes en peso de esta sal se mezclan homogeneamente por molido con 10 partes de lejía residual de sulfito y 65 partes de caolin. La mezcla forma facilmente una suspensión en agua. Si se reparte una suspensión acuosa de la anterior formula en un cultivo de maiz infestado de cizaña, en una proporción de 20 kg. por hectarea se consigue una señalada acción por ejemplo: contra la pata de ganso blanca (*chenopodium album*), (*Estellaria media*), manzanilla comun (*matricarda ssp.*), (*Vicia ssp.*) y las clases de *Panicum* (*Panicum ssp.*), mientras el maiz no sufre daño alguno.

### EJEMPLO 3

5 partes en peso de 1-(4-clorofenil)-3-metil-4-cloro-pirazolona(5) se muelen hasta polvo homogeneo con 95 partes de talco. Empleando 50 kg. por hectarea, el polvo actua en los cultivos de algodón como deshojante.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana el 3 de Febrero de 1960, con el n° N 17839 IVa/45 1, se acoge a los beneficios del articulo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.



263280

N O T A

5

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

10 1ª.- Mejoras introducidas en la fabricación de agentes para evitar o eliminar químicamente el crecimiento vegetal indeseado, caracterizadas porque dichos agentes contienen, como sustancias activas, N-fenil-5-pirazolona o sus sales o productos de sustitución, que están clorosustituídos de modo simple o múltiple en el anillo de pirazolona.

15 2ª.- Mejoras según el punto 1ª, caracterizadas porque contienen dos o más N-fenil-pirazolonas clorosustituídas en el anillo de pirazolona.

20 3ª.- Mejoras según los puntos 1ª y 2ª, caracterizadas porque, además de N-fenil-pirazolonas clorosustituídas contienen otros compuestos de acción herbicida.

4ª.- Mejoras introducidas en la fabricación de agentes para evitar o eliminar químicamente el crecimiento vegetal indeseado.

25 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

263280



Esta Memoria consta de ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

P. A.

*[Handwritten signature]*