

267101
PATENTE DE INTRODUCCION

I.C.I. Case PP.12272.

267101



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la preparación de composiciones para el tratamiento de las plantas".

=====

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa, residente en Imperial Chemical House, Millbank, Londres, Inglaterra.

=====

La presente invención se refiere a un procedimiento para el tratamiento de las plantas.

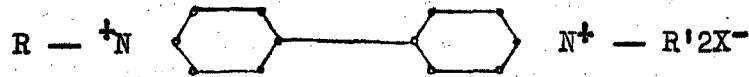
La presente invención proporciona un procedimiento para el tratamiento de las plantas en crecimiento, que consiste en aplicar a dichas plantas en crecimiento,

5.



267101

una composición herbicida que comprende como ingrediente activo por lo menos un compuesto de la fórmula



en la que R y R' que pueden ser iguales o diferentes, representan unos radicales alquilo de 4 átomos de carbono como máximo que pueden ser sustituidos a elección y X representa un radical aniónico, en tal cantidad que dichas plantas queden muy deterioradas o destruidas.

5.

10.

15.

20.

25.

Como se ha indicado anteriormente, los radicales alquilo (R y R') pueden ser sustituidos a elección, y como sustituyentes particulares se pueden mencionar, por ejemplo, grupos halógeno, hidroxilo, carboxilo, alcoxi, carboalcoxi, carbamilo, o carbamilo N-sustituido y grupos amino di- o tri-sustituidos. Como compuestos particularmente interesantes, se pueden citar por ejemplo el 4:4'-dipiridil dimetoyoduro, el 4:4'-dipiridil dimetobromuro, el 4:4'-dipiridil dimetocloruro, el 4:4'-dipiridil dimetilmetosulfato, el 4:4'-dipiridil dietoyoduro, el 4:4'-dipiridil-di-beta-hidroxietobromuro, el 4:4'-dipiridil dicarboximetocloruro, el 4:4'-dipiridil-di-beta-cloroetobromuro, el 4:4'-dipiridil dicarboetoximetocloruro, el 4:4'-dipiridil di-(beta-carboxietocloruro), el 4:4'-dipiridil di(gama-carboetoxipropobromuro) y el 4:4'-di-piridil di-N:N-diethylcarbamilmetocloruro).

Se sabe que ciertos compuestos de la fórmula anteriormente citada son compuestos conocidos, por ejemplo



26713

el 4:4'-dipiridil dimetiyoduro, el dimetocloruro, el dimetobromuro, el dimetilmetosulfato, el dietiyoduro, el dietocloruro, el dietiletosulfato, el di-n-propiyoduro, el di-n-propocloruro, el di-n-propobromuro, el diisobutiyoduro, el di-carboximetocloruro, y el 4:4'-dipiridil-N-metiyoduro-N'-n-propiyoduro.

5.

Estas composiciones herbicidas pueden aplicarse fácilmente a las plantas en crecimiento en forma de una solución acuosa de uno o varios compuestos de la fórmula antes citada. Esta solución acuosa puede contener también de modo conveniente, algunos ingredientes complementarios conocidos en la práctica, por ejemplo, un agente de mojadura y/o un agente humectante.

10.

Los agentes de mojadura apropiados pueden ser por ejemplo, un producto de condensación de óxido de etileno con, por ejemplo, un alquil fenol, por ejemplo el octil cresol, tal como este producto de condensación contiene una proporción molecular de octil cresol condensado con aproximadamente 8-10 proporciones moleculares de óxido de etileno.

15.

20.

El humectante en estas composiciones herbicidas es interesante porque impide, por ejemplo, la evaporación de reducidos volúmenes pulverizados y porque favorece la penetración del ingrediente activo en la planta. Agentes humectantes apropiados pueden ser por ejemplo, el cloruro de calcio, el glicerol, el glicol etilénico y los glicoles polietilénicos solubles en agua.

25.

Estas soluciones acuosas pueden contener también ingredientes complementarios, por ejemplo, agentes que mejoren las propiedades adherentes de estas soluciones

30.

26710

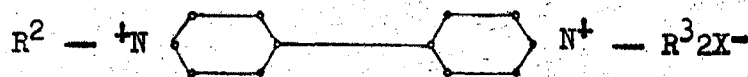


acuosas a las plantas, por ejemplo, la carboximetil-celulosa de sodio y el polimetacrilato de amonio.

- 5. Estas composiciones herbicidas pueden también aplicarse perfectamente a las plantas en crecimiento, en forma de polvos en los cuales el ingrediente activo puede mezclarse a un diluyente pulverulento inerte, por ejemplo, talco, caolín, yeso o escoria básica.

- 10. Estas composiciones herbicidas pueden contener igualmente ingredientes activos complementarios que son agentes herbicidas conocidos, por ejemplo, pueden contener sustancias que exterminan las malas yerbas por ejemplo del tipo hormona, pueden contener ácidos clorofenoxiacéticos, por ejemplo, el ácido 2:4-dicloro fenoxiacético, el ácido 2:4:5-tricloro fenoxiacético,
- 15. el ácido 2-metil-4-clorofenoxiacético y/o los ácidos correspondientes 2:4-dicloro-, 2:4:5-tricloro- y 2-metil-4-cloro-gama-fenoxibutírico.

- 20. Según otra característica de la presente invención, con ella se obtienen nuevas composiciones acuosas herbicidas que comprenden como ingrediente activo por lo menos un compuesto de la fórmula



- 25. en la que R² y R³ que pueden ser iguales o diferentes, representan unos radicales alquilo de 4 átomos de carbono como máximo o unos radicales carboximetilo y en la que X representa un radical aniónico, en presencia de un agente de mojadura y/o humectante.

Los agentes de mojadura apropiados pueden ser

267101



5. por ejemplo; un producto de condensación de óxido de etileno con, por ejemplo, un alquil fenol como el octilcresol, tal que dicho producto de condensación contiene una proporción molecular de octilcresol condensado con aproximadamente 8-10 proporciones moleculares de óxido de etileno.

10. El humectante en estas composiciones herbicidas es interesante porque impide, por ejemplo, la evaporación de reducidos volúmenes pulverizados y porque favorece la penetración del ingrediente activo en la planta. Humectantes apropiados pueden ser por ejemplo, el cloruro de calcio, el glicerol, el glicol etilénico y los glicoles polietilénicos solubles en agua.

15. Estas composiciones herbicidas acuosas nuevas pueden contener también ingredientes complementarios, por ejemplo, agentes que mejoren las propiedades adherentes de estas soluciones acuosas a la planta, por ejemplo la carboxi metil celulosa de sodio y el polimetacrilato de amonio.

20. Estas composiciones herbicidas acuosas pueden contener también ingredientes complementarios activos conocidos como agentes herbicidas, por ejemplo, pueden contener sustancias que exterminen las malas yerbas del tipo hormona, por ejemplo, pueden contener ácidos clorofenoxi acéticos, como el ácido 2:4-diclorofenoxiacético, 25. el ácido 2:4:5-tricloro-fenoxiacético, el ácido 2-metil-4-clorofenoxiacético y/o los ácidos correspondientes 2-4-dicloro-2:4:5-tricloro y 2 metil-4-cloro-gama-fenoxibutírico y/o sus sales.

30. Como se ha indicado anteriormente, ciertos de los

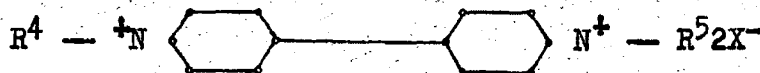
267101



compuestos de la fórmula dada anteriormente son compuestos conocidos. Los compuestos restantes de la fórmula anteriormente indicada, son nuevos compuestos.

Según otra característica, la invención proporciona nuevos compuestos de la fórmula:

5.



en la que R^4 y R^5 que pueden ser iguales o diferentes, representan unos radicales alquilo sustituidos de 4 átomos de carbono como máximo y X representa un radical aniónico, siempre que R^4 y R^5 no representen radicales carboximetilo.

10.

Como compuestos particularmente interesantes, es preferible recurrir a los compuestos de la fórmula antedicha en la que R^4 y R^5 , que como ya queda indicado, pueden ser iguales o diferentes, representan radicales, alquilo de 4 átomos de carbono como máximo sustituidos

15.

por uno o varios halógenos o por uno o varios grupos hidroxilo, carboxilo, alcoxi, carboalcoxi carbamilo o carbamilo-N-sustituido, amino di o tri-sustituidos y en la que X representa un radical aniónico.

20.

Los compuestos particularmente interesantes son por ejemplo, el 4:4'-dipiridil di-beta-hidroxietobromuro, el 4:4'-dipiridil di:beta-cloroetobromuro, el 4:4'dipiridil di-beta-etoxi-etioduro, el 4:4'-dipiridil-di-carboetoximetocloruro, el 4:4'-dipiridil di-(beta-carboxietocloruro), el 4:4'-di-piridil di-(gama-carboetoxi propobromuro) y el 4:4'-dipiridil di-(N:N-dietilcarbamil-

25.

metocloruro).



Según otra característica la invención proporciona un procedimiento de preparación de estos nuevos compuestos que comprende la cuaternización ya sea del 4:4'-dipiridilo ya sea de una sal monocuaternaria del 4:4'-dipiridilo.

5.

Se puede ejecutar el procedimiento según la invención en presencia de un diluyente o de un disolvente inerte, por ejemplo, la acetona, o un alcohol alifático inferior, el metanol o el etanol o el nitrobenzono: los agentes de cuaternización apropiados pueden ser por ejemplo, la bromhidrina de etileno, el yoduro de beta-etoxietilo, el cloroacetato de etilo, el ácido-beta-cloropropiónico, el gama-bromobutirato de etilo y la N:N-dietilcloroacetamida. La reacción puede acelerarse u obtenerse bajo la acción del calor.

10.

15.

Según otra característica, la invención proporciona un procedimiento de preparación de estos compuestos nuevos en los que R⁴ y/o R⁵ representan un radical alquilo que contenga uno o varios átomos de halógeno que comprenden la halogenación de los compuestos correspondientes en los que R⁴ y/o R⁵ representan un radical alquilo que contenga uno o varios grupos hidroxílicos.

20.

25.

Como agente de halogenación apropiado se puede citar por ejemplo, el cloruro de tionilo y la reacción puede acelerarse u obtenerse bajo la acción del calor.

Según otra característica de la invención, se obtienen nuevas composiciones herbicidas en las cuales el ingrediente activo es por lo menos uno de estos compuestos nuevos.

30.

Como compuestos nuevos particularmente intere-

267101



santes, se pueden mencionar, por ejemplo, el 4:4'-dipiridil di-beta-hidroxi-etobromuro, el di-beta-cloro-etobromuro, el di-beta-etoxi-etoyoduro, el di-carboetoxi metocloruro, el di-beta-carboxi-etocloruro, el di-gama-carboetoxi-propobromuro y el di-(N:N'-diethylcarbamilmetocloruro).

5.

Estas nuevas composiciones herbicidas pueden ser en forma de soluciones acuosas que pueden contener, a voluntad, uno o varios agentes de mojadura y/o uno o varios humectantes.

10.

Los agentes de mojadura apropiados pueden ser, por ejemplo, productos de condensación del óxido de etileno con, por ejemplo, un alquil fenol, como el octilcresol tales que estos productos de condensación contienen una proporción molecular de octilcresol condensada con aproximadamente 8-10 proporciones moleculares de óxido de etileno.

15.

El humectante en estas composiciones herbicidas es particularmente interesante porque impide por ejemplo, la evaporación de reducidos volúmenes pulverizados y porque favorece la penetración del ingrediente activo en la planta. Estos humectantes pueden ser, por ejemplo, el cloruro de calcio, el glicerol, el glicol etilénico y los glicoles polietilénicos en agua.

20.

Estas soluciones acuosas pueden contener también ingredientes complementarios, por ejemplo, agentes que mejoran las propiedades adherentes de estas soluciones acuosas a la planta, como la carboximetilcelulosa de sodio o el polimetacrilato de amonio.

25.

Estas nuevas composiciones herbicidas pueden prepararse también en forma de polvos en los que los

30.



267101

ingredientes activos pueden mezclarse con un diluyente pulverulento inerte, por ejemplo, el talco, el caolín, el yeso o una escoria básica.

Estas nuevas composiciones herbicidas pueden

5. también contener ingredientes suplementarios activos que son agentes herbicidas conocidos, por ejemplo, pueden contener sustancias que exterminan las malas yerbas del tipo hormona, por ejemplo, pueden contener ácidos clorofenoxiacéticos, como el ácido 2:4-diclorofenoxiacético,
10. el ácido 2:4:5-triclorofenoxiacético y el ácido 2-metil-4-clorofenoxiacético y/o los ácidos correspondientes 2:4-dicloro-2:4:5-tricloro- y 2-metil-4-clorogama-fenoxibutírico y/o sus sales.

Los compuestos según la presente invención son

15. agentes herbicidas particularmente interesantes para el tratamiento de plantas en crecimiento, por ejemplo, son eficaces en forma de composiciones herbicidas descritas anteriormente produciendo deterioros serios o una destrucción total de las malas yerbas, que afectan a las plantas
20. de la patata, de la yerba pajarrera (*stellaria media*) de la verónica (*veronica chamaedrys*) de las plantas del tipo *chenopodium album*, de armuelle (*atriplex patula*), de la campanilla negra (*polygonum convolvulus*), malas yerbas (*poa. spp*) *calendula officinalis*, el trébol encarnado salvaje (*trifolium pratense*), del galio de enredadera (*galium aparine*), de la mostaza (*Brassica alba*),
25. ortiga (*urtica urens*), cabezas de cardo trepador (*Cirsium arvense*), campanilla de los campos (*convolvulus arvensis*) y velosilla (*picris hieracioides*).

30. Los ejemplos, no limitativos, siguientes ilustran



267101

la invención; en estos ejemplos, las partes se han dado en peso:

EJEMPLO 1.

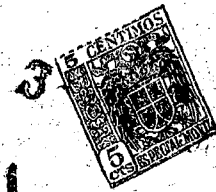
5. Se calientan a reflujo durante 16 horas, diez partes de hidrato de 4:4' dipiridilo y 50 partes de bromihidrina de etileno. La mezcla reaccional se filtra después y el residuo sólido se lava con acetona. Se le cristaliza en el seno de metanol que contenga un poco de agua para dar el 4:4'-dipiridil di-beta-hidroxi etobromuro
10. en forma de un sólido cristalino incoloro, de punto de fusión de 281°C con descomposición.

EJEMPLO 2.

15. Se añaden siete partes de 4:4'-dipiridil di-beta-hidroxi-etobromuro preparado como se ha descrito en el ejemplo 1, a 25 partes de cloruro de tionilo. La mezcla reaccional se calienta después a reflujo durante 90 minutos y se extrae el exceso de cloruro de tionilo por destilación. El residuo se tritura en presencia de 40 partes de acetona y se filtra la mezcla. El residuo
20. sólido se decolora por ebullición en presencia de 50 partes de agua y una parte de carbono, se le filtra y se evapora el filtrado hasta la sequedad. El residuo así obtenido se cristaliza en el seno de una mezcla de ácido acético y de acetona para dar el 4:4'-dipiridil
25. di-beta-cloroetobromuro en forma de un sólido cristalino incoloro, de punto de fusión superior a 350°C.

EJEMPLO 3.

30. Se calienta una mezcla de 5 partes de yoduro de beta-etoxietilo y de 1,6 partes de hidrato de 4-4'-dipiridilo a 140°C. durante 10 horas. La mezcla reaccional



267101

5. se enfría después, se tritura en 20 partes de acetona y se filtra. El residuo sólido se cristaliza en el seno de etanol para dar el 4:4'-dipiridil di-beta-etoxietoyoduro en forma de un sólido cristalino naranja-rojo que se hace rojo intenso exponiéndole al aire y posee un punto de fusión de 218 a 220°C.

EJEMPLO 4.

10. Se hace hervir una mezcla de 4 partes de hidrato de 4:4'-dipiridilo y de 20 partes de etilcloroacetato durante 5 minutos. La mezcla reaccional caliente se vierte en 160 partes de acetona y se filtra. El residuo sólido así obtenido es el 4:4'-dipiridil di-carboetoximetocloruro en forma de un sólido higroscópico.

15. EJEMPLO 5.

20. Se calienta una mezcla de 3,9 partes de hidrato de 4:4'-dipiridilo y de 10 partes de ácido beta-cloropropiónico hasta 130°C. y se la mantiene después a 150-160°C. hasta el final de la reacción exotérmica. Después se mantiene a 140-150°C. durante 15 minutos y después se enfría. El producto sólido se tritura en presencia de acetona, y la suspensión así obtenida se filtra. El residuo sólido se lava con acetona y se obtiene así el 4:4'-dipiridil di-(beta-carboxietocloruro), de punto de fusión de 314°C. con descomposición.

25. EJEMPLO 6.

30. Se calienta una mezcla de 5 partes de hidrato de 4:4'-dipiridilo y de 20 partes de gama-bromobutirato de etilo a 150-160°C. durante 30 minutos. La mezcla reaccional se vá vertiendo después en 100 partes de



acetona y la suspensión se filtra. El residuo sólido se disuelve en etanol caliente, la solución se trata por medio de carbón de madera y se diluye después por medio de éter. La mezcla se filtra y el residuo sólido se compone de 4:4'-dipiridil di-(gama-carboetoxipropo-

5. bromuro) con punto de fusión de 216-218°C.

EJEMPLO 7.

Se calienta una mezcla de 3,3 partes de hidrato de 4:4'-dipiridilo y de 10 partes de N:N-dietilcloroacetamida a 135°C-140°C durante 15 minutos. La mezcla reaccional se tritura después por medio de acetona y la suspensión así obtenida se filtra. Se obtiene así el 4:4'-dipiridilo di-(N:N-dietilcarbamilmetocloruro) en forma de un polvo higroscópico de punto de fusión de 296°C.

10.

15.

EJEMPLO 8.

Se calienta una mezcla de 15 partes de dihidrato de 4:4'-dipiridilo y de 90 partes de yodhidrato de alfa-yodo-gama-ciclotetramil-eneaminopropano a 130-140°C. durante 12 horas. La mezcla reaccional se enfría después y se añaden 30 partes de acetona. La mezcla se filtra y el residuo sólido se cristaliza en el seno de etanol que contenga un poco de agua para dar el diyodhidrato de 4:4'-dipiridil di-(gama-ciclo-tetra-metilelencamino-propiyoduro).

20.

25.

EJEMPLO 9.

Se calienta a 150°C. durante 6 horas una mezcla de 17,6 partes de dihidrato de 4:4'-dipiridilo, de 53 partes de bromuro de gama-bromo propiltrimetilamonio y de 100 partes de nitrobenceno. La mezcla reaccional se

30.



267101

5. enfria después, la masa de nitrobenceno se decanta y el residuo se tritura con 200 partes de acetona y la mezcla se filtra después. El residuo sólido se disuelve en 50 partes de metanol hirviendo, la solución se clarifica con negro de carbono y se filtra y el filtrado se trata por medio de 100 partes de acetona y se filtra. Se obtiene así el tetrabromuro de N:N'-bis-(gama-trimetil amonio propil)-4:4'-dipiridilio, de punto de fusión de 290°C con descomposición.

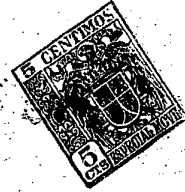
10. EJEMPLO 10.

15. Se aplica en forma de pulverización una mezcla de 1 parte de dimetiyoduro de 4:4'-dipiridilo, de 1 parte del producto de condensación obtenido a partir de una proporción molecular de octilcresol y de aproximadamente 8-10 proporciones moleculares de óxido de etileno y de 1.000 partes de agua a razón de 450 l. por 0,5 hectárea de plantas en germinación. Al cabo de 7 días, el tratamiento permite exterminar totalmente la grama (triticum vulgare), la remolacha (beta vulgaris), el 20. calendula officinalis y el trébol encarnado (trifolium pratense) y ocasiona destrucciones muy enérgicas en las plantas del tipo galium aparine.

EJEMPLO 11.

25. Cuando el dimetiyoduro de 4:4'-dipiridilo se aplica como materia prima en el procedimiento descrito en el ejemplo 10, se reemplaza por una parte de dietiyoduro de 4:4'-dipiridilo, se observa igualmente que el tratamiento permite exterminar completamente la grama (triticum vulgare), la remolacha (beta vulgaris), 30. la calendula officinalis y el trébol encarnado (trifolium

267101



pratense) y provoca enérgicas destrucciones en las plantas del género "galium aparine".

EJEMPLO 12.-

- Se aplica por medio de pulverización una
5. mezcla de 1 parte de dimetiyoduro de 4:4'-dipiridilo, de 0,33 parte del producto de condensación, obtenido a partir de una proporción molecular de octilcresol y de aproximadamente 8-10 proporciones de óxido de etileno, de 340 partes de glicerol y de 58 partes de agua a razón
10. de 22,5 l. por hectárea a las mezclas de las plantas en germinación. Al cabo de 7 días el tratamiento permite exterminar totalmente la grama (*triticum vulgare*), la *calendula officinalis* y la remolacha (*beta vulgaris*) y provoca enérgicas destrucciones en
15. el trébol encarnado (*trifolium pratense*).

EJEMPLO 13.

- Se aplica una mezcla de una parte de di-beta-hidroxi-etobromuro de 4:4'-dipiridilo, de 2 partes del producto de condensación obtenido a partir de una
20. proporción molecular de octilcresol y de aproximadamente 8-10 proporciones de óxido de etileno y de 2.000 partes de agua en forma de pulverización a razón de 450 l. por hectárea a una mezcla de plantas en germinación. En el espacio de 7 días, el tratamiento ha producido
25. un exterminio completo de la grama (*triticum vulgare*), de mostaza (*brassica alba*), de la *calendula officinalis* y de la "lechuga" (*lactuca sativa*) y provoca unas enérgicas destrucciones de ortigas (*urtica urens*), de la remolacha (*beta vulgaris*) de trébol encarnado
30. (*trifolium pratense*) y de "galium aparine".

MAY.

267101

EJEMPLO 14.

Se aplica una mezcla de pulverización compuesta de 1 parte de di-carboximetocloruro de 4:4'-dipiridilo, de 1 parte del producto de condensación obtenido a partir de una proporción molecular de octilcresol y de aproximadamente 8-10 proporciones de óxido de etileno y de 1000 partes de agua, en la proporción de 450 l. por hectárea en las plantas en germinación. En el espacio de 7 días el tratamiento permite exterminar totalmente la grama (*triticum vulgare*), la calendula *officinalis*, la remolacha (*beta vulgaris*), el trébol encarnado (*trifolium pratense*) y las plantas del tipo *galium aparine*.

Cuando el di-carboximetocloruro de 4:4'-dipiridilo aplicado como materia prima en el procedimiento descrito anteriormente se reemplaza por 1 parte de di-carboetoximetocloruro de 4:4'-dipiridilo, se comprueba asimismo que el tratamiento permite exterminar totalmente la grama (*triticum vulgare*), la calendula *officinalis*, la remolacha (*beta vulgaris*), el trébol encarnado (*trifolium pratense*) y las plantas del tipo "*galium aparine*".

EJEMPLO 15.

Se aplica una mezcla de pulverización de 1 parte de di-beta-etoxietiyoduro de 4:4'-dipiridilo, de 0,5 parte del producto de condensación obtenido a partir de una proporción molecular de octilcresol y de 8-10 proporciones de óxido de etileno y de 500 partes de agua a razón de 450 l. por hectárea a las plantas en germinación. Al cabo de 7 días, el tratamiento provoca destrucciones enérgicas de la grama (*triticum vulgare*) de



227101

calendula officinalis, de mostaza, (brassica alba), de la remolacha (beta vulgaris) y extermina totalmente el trébol encarnado (trifolium pratense).

EJEMPLO 16.

5. Se aplica una mezcla de pulverización de 1 parte de di-beta-cloroetobromuro de 4:4'-dipiridilo de 1 parte del producto de condensación obtenido a partir de una proporción molecular de octilcresol y aproximadamente de 8-10 proporciones de óxido de etileno y de 1.000 partes de agua a razón de 450 l. por hectárea a las plantas en germinación. Al cabo de 7 días el tratamiento permite exterminar totalmente la grama (triticumvulgare), la "beta vulgaris", la calendula officinalis, el trébol encarnado (trifolium pratense) y provoca destrucciones muy enérgicas de plantas del tipo "galium aparine".
- 10.
- 15.

EJEMPLO 17.

20. Se aplica una mezcla de pulverización de 1 parte de dimetiyoduro de 4:4'-dipiridilo, de 0,33 parte del producto de condensación obtenido partiendo de una proporción molecular de octilcresol y de aproximadamente 8-10 proporciones moleculares de óxido de etileno y de 200 partes de agua a razón de 90 l. por hectárea en una recolección de patatas. En el espacio de 10 días
25. tiene lugar una destrucción completa del doriforo de la patata, provocando la destrucción total de las raíces siguientes: la yerba pajarera (stellaria media) la "veronica chamaedrys", el "chenopodium album", armuelle, (atriplex patula) la campanilla negra (polygonum
30. convolvulus) y las malas yerbas (poa spp.) y las cabezas



267101

de cardo trepador (cirsium arvense) las campanillas de los campos (convolvulus arvensis) y la velosilla (picris hieracioides).

N O T A

- 5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental, siendo
- 10. lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Introducción por 10 años en España: "Procedimiento para la preparación de composiciones para el tratamiento de las plantas"; caracterizándose por lo siguiente:
- 15. 1º.- Procedimiento para la preparación de composiciones para el tratamiento de las plantas, en crecimiento, caracterizándose porque comprende la aplicación a las plantas en crecimiento de una composición herbicida que comprende como ingrediente activo por lo
- 20. menos un compuesto de la fórmula



- 25. en la que R y R' que pueden ser iguales o diferentes, representan unos radicales alquilo de 4 átomos de carbono como máximo que se puede sustituir a voluntad y X representa un radical aniónico, en tal cantidad que las plantas en crecimiento se deterioren en gran medida o

267101



queden destruidas por completo.

5. 2º.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizándose porque los radicales alquilo (R y R') se sustituyen por ejemplo, por medio de grupos halógeno, hidroxilo, carboxilo, alkoxi, carboalcoxi, carbamilo o carbamilo N-sustituído y de grupos amino di- e tri-sustituídos.

10. 3º.- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque el compuesto de la fórmula indicada es el dimetiyoduro, el dimetobromuro, el dimetocloruro, el dimetilmetosulfato, el dietiyoduro, el di-beta-hidroxietobromuro, el dicarboximetocloruro, el di-beta-cloroetobromuro, el dicarbetoxi metocloruro, el di-(beta-carboxi-etocloruro), el di(gama-carboetoxi-propobromuro) o el di-(N:N-dietil carbamilmetocloruro) de 4:4'-dipiridilo.

20. 4º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque se aplica la composición herbicida a las plantas en crecimiento en forma de una solución acuosa.

25. 5º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque la solución acuosa contiene también ingredientes complementarios, por ejemplo, un agente de mojadura o humectante.

30. 6º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque el agente de mojadura es un producto de condensación de óxido de etileno y de un alquil fenol por ejemplo el octilcresol, tal que el producto de condensación contiene una proporción molecular de octilcresol condensada con aproximadamente



267101

de 8 a 10 proporciones moleculares de óxido de etileno.

5. 7º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque el agente humectante es cloruro de calcio, glicerol, glicol etilénico o un glicol polietilénico soluble en agua.

10. 8º.- Procedimiento, según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque los ingredientes complementarios presentes son los agentes que mejoran las propiedades adherentes de las composiciones a las plantas, por ejemplo, la carboximetilcelulosa de sodio o el polimetacrilato de amonio.

15. 9º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque la composición herbicida se aplica a las plantas en crecimiento en forma de polvo en el que el ingrediente activo se mezcla con un diluyente pulverulento inerte.

20. 10º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque el diluyente pulverulento inerte es el talco, el caolín, el yeso, o una escoria básica.

25. 11º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque la composición herbicida contiene ingredientes suplementarios activos que pueden ser agentes herbicidas.

30. 12º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque el ingrediente complementario activo es un ácido clorofenoxiacético, tal como el ácido 2:4-diclorofenoxiacético, 2:4:5-triclorofenoxiacético, 2-metil-4-cloro-fenoxiacético y/o los ácidos correspondientes 2:4-dicloro-, 2:4:5-tricloro-

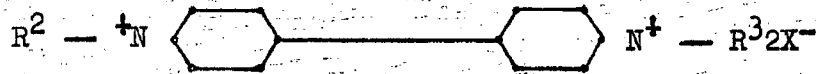
3 MAY



267101

y 2-metil-4-cloro-gama fenoxibutírico y/o una de sus sales.

5. 13º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque el ingrediente activo comprende por lo menos un compuesto de la fórmula siguiente:



10. en la que R² y R³, que pueden ser iguales o diferentes, representan unos radicales alquilo de 4 átomos de carbono como máximo o unos radicales carboximetilo y X representa un radical aniónico, en presencia de un agente de mojadura y/o humectante.

15. 14º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque el agente de mojadura es un producto de condensación de óxido de etileno y de un alkil fenol por ejemplo, un octil cresol tal que el producto de condensación contiene una proporción molecular de octil cresol condensada con alrededor de 8-10 proporciones moleculares de óxido de etileno.

20. 15º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque el humectante es un compuesto tal como el que se describe en la reivindicación 1ª.

25. 16º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque los compuestos contienen ingredientes complementarios que mejoran sus propiedades adherentes, tales como se especifican en la reivindicación 1ª.



267101

17^a.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque las composiciones comprenden un ingrediente activo suplementario, tal como el que se especifica en la reivindicación 1^a.

5.

18^a.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque en las composiciones el ingrediente activo es un ácido clorofenoxiacético tal como se especifica en la reivindicación 1^a y/o los ácidos correspondientes fenoxibutíricos y/o una de sus sales.

10.

19^a.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque se obtienen nuevos compuestos de la fórmula



15.

en la que R⁴, R⁵ y X son tales como se definen en la reivindicación 1^a, con la condición de que R⁴ y R⁵ no representen radicales carboxi metilo.

20.

20^a.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque en los compuestos nuevos tales como se especifican en la reivindicación 19^a, los radicales alquilo se sustituyen por uno o varios grupos halógeno, hidroxilo, carboxilo, alcoxi, carboalcoxi, carbamilo, o carbamilo N-sustituídos o por unos grupos amino di- o tri-sustituídos.

25.

21^a.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque los compuestos nuevos especificados en las reivindicaciones 19 y 20, se obtienen en forma de compuestos 4:4'-dipiridílicos.



267101

5. 22º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes para la obtención de los compuestos especificados en la reivindicación 13, caracterizándose porque comprende la cuaternización ya sea del 4:4'-dipiridilo ya sea de la sal monocuaternaria del 4:4'-dipiridilo.
10. 23º.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque el diluyente inerte o el disolvente presente es acetona, un alcohol alifático inferior por ejemplo, el metanol, etanol o el nitro-benceno.
15. 24º.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque el agente de cuaternización es la bromohidrina de etileno, el yoduro de beta-etoxietilo, el cloracetato de etilo, el ácido beta-cloropropiónico, el gama-bromobutirato de etilo o la N:N-dietil-cloro-acetamida.
20. 25º.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque se preparan nuevos compuestos tales como los especificados en la reivindicación 13, en los que R⁴ y/o R⁵ representan un radical alquilo que contiene uno o varios átomos de halógeno, comprendiendo la halogenación de los compuestos correspondientes en los que R⁴ y/o R⁵ representan un radical alquilo que contiene uno o varios grupos hidroxilo.
25. 26º.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque el agente de halogenación es el cloruro de tionilo y la reacción se acelera o termina bajo la acción del calor.
30. 27º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque el ingrediente

267101



activo es por lo menos uno de los compuestos nuevos especificados en la reivindicación 13.

5. 28º.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizándose porque el ingrediente activo es un compuesto del 4:4'-dipiridilo tal como se especifica en la reivindicación 1ª.

10. 29º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque las composiciones en forma de soluciones acuosas contienen, a voluntad, uno o varios agentes de mojadura y/o uno o varios humectantes.

15. 30º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque el agente de mojadura es un producto de condensación de óxido de etileno y de un alquilfenol tal como el que se especifica en la reivindicación 1ª.

20. 31º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque el agente humectante es tal como se especifica en la reivindicación 1ª.

20. 32º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque los ingredientes complementarios que hay presentes mejoran sus propiedades adherentes y son del tipo definido en la reivindicación 1ª.

25. 33º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes caracterizándose porque en las composiciones en forma de polvo el ingrediente activo se mezcla con un diluyente pulverulento inerte tal como el que se especifica en la reivindicación 1ª.

30. 34º.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizándose porque los ingredientes

267101



complementarios activos son del tipo de agentes herbi-
cidas.

35º.- Procedimiento según las reivindicaciones
precedentes, caracterizándose porque el ingrediente
5. complementario activo es un ácido o una sal del tipo
definido en la reivindicación 1ª.

36º.-"Procedimiento para la preparación de
composiciones para el tratamiento de las plantas";
tal y como queda sustancialmente descrito en la presente
10. memoria que consta de veinticuatro hojas escritas a
máquina por una sola cara.

Madrid, 3 de mayo de 1961.

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODE*
S.P.A.