

271845

Memoria Descriptiva

para

una Patente de Invención,
por veinte años en España

a favor de

r.s. The Upjohn Company - (socie-
dad del Estado de Delaware, EE.UU.)

residente en

Kalamazoo-Michigan (Estados Unidos)
301 Henrietta Street,

por:

" METODO PARA IMPEDIR LA GERMINACION DE SEMILLAS Y
CONTROLAR EL CRECIMIENTO DE PLANTAS "

=====

PRIORIDADES

Solicitud Pte. EE.UU. Serial nº 75.689 del 14 de Diciembre 1960.
Solicitud Pte. EE.UU. Serial nº 81.702 del 10 de Enero de 1961.

=====

INVENTOR: Don Alan James Lemin (británico)

=====



071845

El presente invento se refiere a nuevos herbicidas, a composiciones que contienen el mismo y a un procedimiento. Más particularmente el invento se refiere a N,N-disustituidas- α,α -difenilacetamidas herbicidas, a compuestos herbicidas conteniendo las mismas, al procedimiento para preparar dichos compuestos y al procedimiento para evitar la germinación de semillas de plantas parásitas y controlar el crecimiento de cizaña.

El problema del daño de la cizaña a las cosechas agrícolas y reducen la productividad compitiendo con las plantas agrícolas respecto a los elementos minerales nutritivos, nitrógeno, agua y luz solar. Además del daño económico a las cosechas agrícolas, la cizaña, tal como diente de león y hierba de cangrejo, frustra el establecimiento y conservación de superficies de hierba uniformes en el césped doméstico, campos de golf, cementerios y parques públicos. Entre los métodos para combatir la cizaña que se han ensayado, la inhibición química selectiva parece cumplir las promesas de ser eficaz y económica, y se idearon muchos herbicidas químicos.

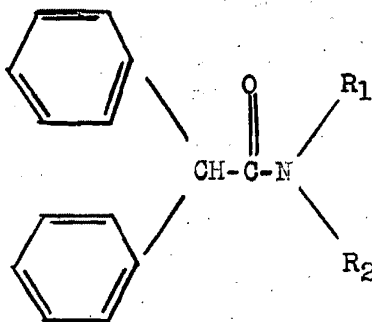
Un objeto de este invento es proveer a nuevos compuestos, a composiciones, a un procedimiento para preparar los mismos y a un procedimiento para impedir la germinación de semillas de plantas indeseables. Otro objeto del invento es proveer a un medio para impedir la germinación de semillas de plantas indeseadas y para controlar el crecimiento



271845

de cizaña nociva en las cosechas agrícolas y en el césped.
Otro objeto del invento es proveer a un medio para controlar
cizaña nociva tal como hierba de Johnson, hierba de cangrejo,
cenizo, ansarino, avena silvestre, hierba de cola de zorra,
5 mostaza (ajenabo amarillo), verdolaga, aleluya, acederilla y
semejantes en cultivos tales como granos de cereales, algo-
dón, cacahuetes, alubias y fresas y en césped.

Ahora se ha hallado, de acuerdo con el inven-
to, que N,N-disustituidas- α,α -difenilacetamidas, represen-
10 tadas por la fórmula



en que R_1 y R_2 son alquilo de 1 a 3 átomos de carbono, esto es
metilo, etilo, n-propilo e isopropilo o alquenilo con 3 a 4
átomos de carbono, es decir alilo, metalilo, 3-butenilo y cro-
15 tilo son herbicidas eficaces de pre-emergencia y pueden emple-
arse para prevenir la geminación de semillas y para controlar
el crecimiento de plantas poniendo en contacto dichas semillas
y plantas con una cantidad de los mismos herbicidamente eficaz.

Las nuevas N,N-dialquenil- α,α -difenilaceta-
20 midas de este invento se preparan facilmente por reacción de
sustitución entre un haluro de difenilacetilo, por ejemplo,



271845

5 cloruro de difenilacetilo, y la deseada dialquenilamina [por ejemplo, dialilamina, dimetalilamina (Tamela y otros, Ind.Eng.-Chem. 33, 115-120, 1941), N-matalilcrotilamina, idem, di-3-butenilamina (Reppe y otros, Ann. 596, 80-158, 1955) y dicrotilamina (Berthold, Chem Ber. 90, 2743-2747, 1957)] en presencia de un disolvente orgánico inerte. Los disolventes orgánicos inertes adecuados incluyen al benceno, dietil-éter, dioxano y tolueno. Estequiométricamente la reacción requiere un mol de amina por cada mol de haluro ácido. Sin embargo, la sustitución libera un mol de cloruro de hidrógeno; así deberá proveerse a un exceso de amina, preferentemente por lo menos un mol de exceso. En lugar de un exceso de amina puede utilizarse otro aceptador adecuado de ácido, por ejemplo trietilamina, piridina, picolina, hidróxido sódico y análogos. La reacción puede efectuarse a temperaturas en la región de alrededor de 0°C hasta alrededor de 100°C ó hasta la temperatura de reflujo del disolvente. El producto de N,N-dialquenil- α , α -difenilacetamida se recupera por métodos convencionales, por ejemplo, filtrado, lavado para eliminar sales de amina, y recristalización.

20 N,N-dialquil- α , α -difenilacetamidas son compuestos conocidos. Pueden prepararse fácilmente calentando ácido difenilacético con cloruro de difenilacetilo; y formando después las amidas haciendo reaccionar el cloruro de difenilacetilo con un exceso de una amina secundaria, es decir, dime-
25 metilamina, dietilamina, di-n-propilamina y diisopropilamina.



27-1845

Las composiciones herbicidas según el invento incluyen soluciones, emulsiones, suspensiones polvos dispersables, concentrados emulsionables, fórmulas granulares y polvos. Todas estas composiciones comprenden la N,N-disustituida-

5 , -difenilacetamida en forma dispersda o facilmente dispersable y un soporte con o sin adjuvantes. En general la inhibición selectiva de especies indeseadas de cizaña en presencia en cultivos agrícolas o en césped se obtiene empleando un soporte fitonómico, es decir un soporte que puede aplicarse a las
10 plantas sin fitotoxicidad u otros efectos adversos. Por otra parte, cuando se desee actividad herbicida general puede utilizarse un soporte fitotóxico, por ejemplo fracciones de aceite mineral de alto punto de ebullición o cloro-hidrocarburos.

15 La eficacia de N,N-disustituidas- α,α -difenilacetamidas como herbicidas de pre-emergencia es de orden elevado y los compuestos pueden aplicarse en grados relativamente bajos por acre para impedir la germinación de semillas y controlar el crecimiento de plantas. Por ejemplo, N,N-dimetil-N,N-dialil- y N,N-distil- α,α -difenilacetamida dieron una inhibición completa o sustancialmente completa de hierba de cangrejo, hierbas de cola de zorra, hierba de Johson, cenizo y ansarino cuando se aplican en la proporción de 2,5 á 5 lbs por acre a parcelas recién sembradas, Resulta aparente muy poco o ningún efecto fitotóxico entre las plantas de cultivo agrícola
20 como maíz, trigo, centeno, soja y cacahuetes en estas o en proporciones más altas de aplicación. A proporciones altas de aplicación, es decir a 15 a 30 lbs por acre los compuestos son
25



1845

fitotóxicos para maíz, trigo y centeno; pero las leguminosas tales como cacahuetes no son exterminadas. Como ilustración puede mencionarse que se ha obtenido un excelente control de la hierba de cangrejo en céspedes utilizando concentraciones de N,N-dialil- y N,N-dietil- α , α -difenilacetamida variando de 5 700 partes por millón á 12.000 partes por millón en la proporción de 0,25 a 4 lbs. por acre sin daño para el césped. En general puede conseguirse una proporción deseada de aplicación distribuyendo sobre la zona a ser tratada una composición acuosa de acuerdo con el invento conteniendo desde alrededor de 10 700 partes por millón hasta alrededor de 30.000 partes por millón de ingrediente activo. Se entenderá, naturalmente que una elección de concentración del ingrediente activo depende del método de aplicación, así como del tipo de composición y del 15 grado de control herbicida deseado. En general, la concentración no es crítica dentro de la proporción indicada, puesto que una cantidad efectiva de ingrédiente activo puede aplicarse a una zona dada aplicando mayores cantidades de una concentración baja que de una concentración más alta. La concentración de ingrediente activo en el polvo dispersible y en 20 concentrados emulsionables, de los que se preparan las composiciones acuosas, puede ser tan alta como 99,5% por peso. La concentración de ingrediente activo en el polvo y en fórmulas granulares del invento puede variar desde alrededor de 0,25% hasta 25 alrededor de 80% o más, pero ventajosamente es del orden de 0,50% a 20% por peso.

Las fórmulas granulares de este invento se pre-



271845

5 paran con alrededor de 0,25% hasta alrededor de 80%, preferen-
temente 0,50% a 20% por peso, de ingrediente activo y un soporte
granular, por ejemplo, vermiculita, pirofilita y atapulgita.
El ingrediente activo puede disolverse en un disolvente volá-
til tal como dicloruro de etileno, cloruro de metileno, aceto-
na y semejantes y puede pulverizarse sobre el soporte granular
según se está mezclando y revolviendo. Los gránulos se secan
después. El soporte granular puede variar en tamaño de partí-
culas desde alrededor de 60 mallas, preferentemente alrededor
10 de 30 a 60 mallas.

15 Las composiciones de polvo herbicida del in-
vento se preparan por la mezcla íntima de alrededor de 0,25%
a alrededor de 80% por peso, preferentemente 0,50% a 20% del
ingrediente activo, con un soporte sólido pulverulento que man-
tiene la composición en un estado seco, libremente fluido. Pues-
to que las N,N-disustituidas- α , α -difenilacetamidas son sólidos
a temperaturas ordinarias, los polvos herbicidas del inven-
to pueden prepararse por mezcla con un diluyente sólido y des-
pués por molienda. Preferentemente, sin embargo, el ingredie-
nte activo se disuelve en un disolvente orgánico volátil, de
20 las clases arriba indicadas, y después se pulveriza sobre el
soporte sólido de modo que se asegure una cuidadosa distribu-
ción. La mezcla se seca y muele después al tamaño deseado, por
ejemplo, menos de alrededor de 60 micras.

25 Los soportes sólidos, que pueden usarse en las
composiciones de polvo del invento, incluyen a las arcillas na-
turales tales como arcilla de China y bentonita, minerales en
el estado natural tales como talco, pirofilita, cuarzo, tierra
de diatomáceas, tierra de Fuller, yeso y fosfato de roca, y los



271845

minerales químicamente modificados tales como bentonita lavada, fosfato cálcico precipitado, carbonato cálcico precipitado, silicato cálcico precipitado y sílice coloidal. Los diluyentes sólidos que pueden emplearse en las composiciones también incluyen fertilizantes sólidos compuestos. Tales composiciones sólidas pueden aplicarse a la vegetación en forma de polvos por el uso de maquinaria convencional.

Una composición preferida, de acuerdo con el invento, es un polvo dispersable que se prepara incorporando un activador superficial en una composición de polvo preparada como se ha descrito arriba. Tal polvo dispersable puede ser dispersado en agua a cualquier concentración deseada y aplicarse a la vegetación por medio de equipos pulverizadores convencionales. Convenientemente, los polvos dispersables se formulan con concentraciones de ingrediente activo hasta alrededor de 80%, preferentemente alrededor de 10% a 60% por peso. Los activadores superficiales útiles para preparar tales composiciones de polvo incluyen a sulfatos de alquilo y sulfonatos de alquilo, alquil aril sulfonatos, ésteres de sulfosuccinato, sulfatos de polioxietileno, monolaurato de polioxietileno-sorbitano, sulfatos de alquil aril poliéter, alcoholes de alquil aril poliéter, sulfonatos de alquil naftaleno, sales de amonio alquilocuaternario, ácidos y ésteres grasos sulfatados, amidas de ácido graso sulfatadas, laurato de glicerol manitano, condensados de polialquiléter de ácidos grasos, sulfonatos de lignina y análogos. Una clase preferida de activadores superficiales incluye mezclas de aceites sulfonados y ésteres poli-



274015

alcohólicos de ácido carboxílico (Emcol H-77), mezclas de éteres de polioxietileno y sulfonatos solubles en aceite (Emcol H-400), mezclas de alquil-aril-sulfonatos y alquil-fenoxipolietoxi-etanoles (Tritons X-151, X-171) es decir alrededor de partes iguales de sulfonato kerilbenceno de sodio y de iso-octilfenoxi-polietoxi-etanol conteniendo alrededor de 12 grupos etoxi, y mezclas de sulfonatos de calcio alquilarilo y aceites vegetales polietoxilados (Agrimul N₄S). Se comprenderá naturalmente, que los activadores superficiales de sulfato y sulfonato arriba sugeridos se utilizarán preferentemente en la forma de sus sales solubles, por ejemplo, sus sales de sodio. Todos estos activadores superficiales son capaces de reducir la tensión superficial del agua a menos de alrededor de 40 dinas por centímetro en concentraciones de alrededor de 1% ó menos. Las composiciones dispersables en polvo pueden formularse con una mezcla de activadores superficiales de los tipos indicados si se desea.

Se obtiene una formulación de polvo dispersable adecuada mezclando y moliendo 327 lbs de arcilla de Georgia, 4,5 lbs. de isooctilfenoxi-polietoxi-etanol (Triton X-100) como agente humectante, 9 lbs. de una sal sódica polimerizada de ácido sulfónico benzoídico sustituido de cadena larga (Daxad 27) como agente dispersante, y 113 lbs. del ingrediente activo. La formulación resultante tiene la siguiente composición en tanto por ciento (las partes son aquí por peso a no ser que se especifique de otro modo):



2 0 4 5

	Ingrediente activo	25%
	Isiocctilfenoxi-polietoxi- etanol	1%
5	Sal sódica polimerizada de ácido sulfónico benzóidico	
	sustituido de cadena larga	2%
	Arcilla de Georgia	72%

Esta fórmula, cuando se dispersa en agua a razón de lbs. por 100 galones, da una formulación para pulverización conteniendo alrededor de 0,3% (3000 partes por millón) de ingrediente activo, que puede aplicarse al terreno, a los medios de cultivo de las plantas o al césped en la proporción de 40 galones por acre para dar una aplicación total de ingrediente activo de 1 libra por acre.

Los compuestos de este invento pueden aplicarse al terreno, a los medios de cultivo de plantas y al césped en pulverizaciones acuosas sin soporte sólido. Sin embargo, como los compuestos mismos son relativamente insolubles en agua, los mismos preferentemente se disuelven en un adecuado soporte solvente orgánico inerte. Ventajosamente, el soporte solvente es inmisible con agua de modo que puede prepararse una emulsión del soporte disolvente miscible en agua tal como etanol, el soporte disolvente se disolverá en el agua y cualquier exceso de N,N-disustituido- α, α -difenilacetamida se lanzará fuera de solución. (Los compuestos se disuelven en agua en alrededor de 50 partes por millón). En una emulsión, la fase disolvente se dispersa en la fase de agua y el ingrediente activo se mantiene en solución en la fase dispersada. De esta manera se consigue distribución uniforme del ingrediente activo en una pulve-



211345

rización acuosa. Un soporte disolvente en que son altamente solubles N,N-disustituida- α,α -difenilacetamidas es deseable de modo que puedan obtenerse concentraciones relativamente altas de ingrediente activo. Algunas veces pueden usarse uno o más
5 soportes disolventes con o sin cosolventes con el fin de obtener soluciones concentradas del ingrediente activo, siendo la consideración principal el emplear un disolvente inmiscible en agua para la N,N-disustituida- α,α -difenilacetamida que retendrá al compuesto en solución en un régimen de concentraciones
10 útil para evitar la germinación de semillas indeseadas y para controlar el crecimiento de plantas.

Los concentrados emulsionables del invento se preparan disolviendo el ingredienete activo y un activador superficial en un soporte disolvente sustancialmente inmiscible
15 en agua (esto un soporte disolvente que es soluble en agua en una extensión menor de 2,5% por volumen a temperaturas del orden de 20° a 30°C) por ejemplo, ciclohexanona, metil propil cetona, aceites de summer, dicloruro de etileno, hidrocarburos aromáticos tales como benceno, tolueno y xileno, e hidrocarburos
20 de petróleo de alto punto de ebullición tales como queroseno, aceite diesel y semejantes. Si se desea, puede incluirse en el soporte disolvente un cosolvente tal como metil etil cetona, acetona, isopropanol y semejantes con el fin de mejorar la solubilidad del ingrediente activo. Las emulsiones acuosas
25 se preparan después mezclando con agua para dar cualquier concentración deseada de ingrediente activo. Los activadores superficiales que puede emplearse en las emulsiones acuosas del



271845

invento son aquellos tipos anotados arriba. Las mezclas de activadores superficiales pueden emplearse si se desea.

Ventajosamente, la concentración de ingrediente activo en los concentrados emulsionables puede variar desde alrededor de 5% a alrededor de 50% por peso, preferentemente desde alrededor de 10% a 40%: Un concentrado comprendiendo 20% (por peso) de ingrediente activo disuelto en un disolvente inmiscible en agua de la clase arriba mencionada puede mezclarse con un medio acuoso en las proporciones de alrededor de 13 ml de concentrado con 1 galón de medio para dar una mezcla conteniendo alrededor de 700 partes de ingrediente activo por millón de partes de soporte líquido. Similarmente 1 qt. de un concentrado al 20% mezclado con 40 galones de agua provee a alrededor de 1200 partes por millón de ingrediente activo. De la misma manera, pueden prepararse soluciones más concentradas de ingrediente activo.

Las composiciones concentradas del invento, que están destinadas al uso en la forma de dispersiones acuosas o emulsiones, pueden comprender también un humectante, es decir un agente que retrase la desecación de la composición en contacto con el material al que ha sido aplicado. Los humectantes adecuados incluyen glicerol, glicol de dietileno, ligninas solubilizadas, tales como lignosulfonato de calcio y semejantes.

Las proporciones de aplicación a los terrenos, medios de cultivo de plantas o césped que deban ser protegidos de cizaña nociva dependerán de las especies de vegetación que



271845

deban controlarse, de la presencia o ausencia de especies deseables, la temporada del año en que se emprenda el tratamiento, y el método y eficacia de la aplicación. En general, se obtiene actividad herbicida selectiva cuando los ingredientes
5 activos se aplican a razón de alrededor de 0,125 hasta alrededor de 15 libras por acre, preferentemente en la proporción de 0,25 a 5 lbs por acre.

Las composiciones conteniendo N,N-disustituido- α,α -difetilacetamidas, según el invento, pueden aplicarse al terreno, a los medios de cultivo de plantas y al césped por métodos convencionales. Por ejemplo, una superficie de terreno puede ser tratada antes o después de la siembra pulverizando suspensiones en polvo dispersables, emulsiones o soluciones desde pulverizadores a motor del tipo de viga o desde
10 pulverizadores manuales de mochila. Los polvos pueden aplicarse por pulverizadores con motor o con pulverizadores accionados a mano. Los polvos y formulaciones granulares también pueden aplicarse al tiempo de sembrar en bandas extendiéndose sobre surcos sembrados.

Los siguientes ejemplos son ilustrativos del procedimiento y de los productos del presente invento, pero no deben considerarse como limitadores.

Ejemplo 1.- Preparación de N,N- α,α -difetil-acetamida.

25 A una solución de 23 g (0,1 mol) de cloruro de difetilacetilo en 500 ml de éter de dietilo se agregó 24,29 g (0,25 mol) de dialilamina. Comenzó a formarse un precipitado, y la mezcla de reacción se revolvió durante 30 minu-



271845

5 tos alrededor de 25°C. El precipitado fué recogido sobre un filtro y la torta del filtro se lavó con 200 ml de solución al 10% (peso/volumen) de solución de hidróxido potásico, y después con 200 ml. de agua. La torta lavada se recristalizó desde Skellysolve B (esencialmente una mezcla de pentanos metil-sustituidos y de n-hexano con un alcance de ebullición de 140° á 160° (Fahrenheit) para dar 16,85 g de N,N-dialil- α,α - difenilacetamida teniendo un punto de fusión de 49° á 50°.

Análisis

10

Calculado para C₂₀ H₂₁ NO:

C, 82,44; H, 7,26; N, 4,81.

Mallado: C, 82,46; H, 7,47; N, 4,84.

15

Siguiendo el mismo procedimiento, pero sustituyendo dimetilamina, dicrotilamina, N-metalilcrotilamina, y di-3-butenilamina por dialilamina se obtuvo N,N-dimetalil- α,α -difenilacetamida, N,N-dicrotil- α,α -difenilacetamida, N-metalil-N-crotil- α,α -difenilacetamida, y N,N-di(3-butenil)- α,α -difenilacetamida, respectivamente.

Ejemplo 2

20

Una fórmula finamente granular teniendo la siguiente composición de tanto por ciento:

N,N-dialil- α,α -difenilacetamida	3,7%
Vermiculita (malla 30/60)	96,3%

25

fué preparada pulverizando una solución de 220 g de N,N-dialil- α,α -difenilacetamida en 1000 ml de cloruro de metileno sobre 5780 g de vermiculita (malla de 30 a 60) mientras que la vermiculita estaba revolviéndose para asegurar una distribución uni-



45

forme. El cloruro de metileno fué evaporado después dejando la N,N-dialil-difenilacetamida absorbida sobre la vermiculita, y esta última fué pulverizada.

La eficacia herbicida de la fórmula se determinó después extendiendo la vermiculita tratada sobre lotes de terreno de ensayo plantados a surcos de hierba de cangrejo, cola de zorra verde, cola de zorra amarilla, hierba de Johnson, trigo, maíz, centeno y cacahuets. Después de 21 días se anotaron la inhibición de la germinación de semillas y el crecimiento de plantas, cuando se compararon con parcelas de control de la misma superficie y el mismo tratamiento de cultivo. Los resultados se muestran en la Tabla I.

T A B L A I

% de inhibición

15	Proporciones de aplicación, ingrediente activo, en lbs/acre	% de inhibición							
		Maíz	Trigo	Centeno	Cacahuets	Hierba de cangrejo	Cola de zorra verde	Cola de zorra amarilla	Hierba de Johnson
20	8	0	0	0	0	90	100	90	70
	4	0	0	0	0	90	100	90	30
	2	0	0	0	0	70	80	40	40

De la misma manera se prepararon y ensayaron con resultados similares composiciones granulares conteniendo N,N-dimetil- α,α -difenilacetamida, N,N-dicrotil- α,α -difenilacetamida, N-metil-N-crotil- α,α -difenilacetamida, y N,N-di(3-butenil)- α,α -difenilacetamida.

Ejemplo 3

Un concentrado dispersable en polvo con la



27 45

siguiente composición en tanto por ciento:

	N,N-dialil- α , α -difeníl-acetamida	45,8%
	Sal sódica polimerizada de ácido sulfónico sustituido benzóídico de cadena larga (Daxad 27)	9,2%
5	Kaolinita	45,0%

se preparó mezclando 250 g de N,N-dialil- α , α -difeníl-acetamida, 50 g de una sal sódica polimerizada de ácido sulfónico sustituido benzóídico de cadena larga (Daxad 27), y 245 g kaolinita. La mezcla fué molida a un tamaño de partícula con promedio de 5 a 30 micras. Se suspendió en 10 galones de agua, dando un rocío acuoso conteniendo alrededor de 6000 partes por millón de ingrediente activo.

Ejemplo 4

15 Un concentrado emulsionable teniendo la siguiente composición en tanto por ciento:

	N,N-dialil- α , α -difenílacetamida	15,0%
	Alquil-naftaleno técnico con ebullición a 238° a 293°C (velsicol AR50)	19,7%
20	Xileno	17,4%
	Isopropano	17,4%
	Dicloruro de etileno	25,4%
	Mezcla de alquil-arilsulfonatos y alquil-fenoxi-polietoxi etanoles (Triton X-151)	5,1%
25		



271045

se preparó mezclando 40,0 lbs de N,N-dialil- α , α -difenilacetamida, 15,7 lbs de Velsicol AR50, 12,3 lbs de xileno, 11,3 lbs de isopropanol, 17,7 lbs de dicloruro de etileno y 5,0 lbs de Triton X-151.

5 1,67 lbs del concentrado mezclado con 10 galones de agua dieron una emulsión pulverizable conteniendo 8.000 partes por millón de N,N-dialil- α , α -difenilacetamida.

Ejemplo 6

10 Un concentrado en polvo humectable teniendo la siguiente composición en tanto por ciento:

- N,N-dialil- α , α -difenil-acetamida ... 50%
- Arcilla de caolinita (finamente dividida) 46%
- Sal sódica del ácido sulfónico de
- 15 : monaftaleno condensado (Lomar D) 4%

se preparó mezclando 50 g de N,N-dialil- α , α -difenil-acetamida, 46 g de la arcilla de caolinita, y 4 g. de Lomar D. La mezcla fué molida a un tamaño medio de partículas de 5 a 30 micras.

20 Ejemplo 7

Una fórmula granular teniendo la siguiente composición en tanto por ciento:

- N,N-dialil- α , α -difenilacetamida ... 1%
- 25 Pirofilita (malla 30/60) 99%

se preparó disolviendo 1,0 lb de N,N-dialil- α , α -difenilacetamida en 10,0 l. de dicloruro de etileno y rociando la solución sobre 99,0 lbs. de pirofilita. Los gránulos fueron desecados y después empaquetados para el uso.



11845

Ejemplo 8

Una fórmula granular teniendo la siguiente composición en tanto por ciento:

- N,N-dimetil- α,α -difenilacetamida ... 3,7%
- 5 Vermiculita (30/60 mallas)96,3%

se preparó rociando una solución de 220 g. de N,N-dimetil- α,α -difenilacetamida en 1000 ml. de cloruro de metileno sobre 5780 g. de vermiculita (malla 30 a 60) mientras que la vermiculita se estaba revolviendo y batiendo para asegurar una distribución uniforme. El cloruro de metileno fué evaporado después dejando la N,N-dimetil- α,α -difenilacetamida absorbida en la vermiculita.

La eficacia herbicida de la fórmula fué determinada después esparciendo la vermiculita tratada sobre superficies de terreno de ensayo plantadas a surcos de cacahuetes y de maíz. Una inoculación normalizada de cizaña conteniendo hierba de cangrejo, hierbas de cola de zorra, cenizo y avena silvestre se distribuyó sobre el terreno entre los surcos y se enterraron ligeramente. Después de 21 días la inhibición de germinación de semilla y crecimiento de planta se notó en comparación con parcelas de control de la misma superficie y el mismo tratamiento de cultivo. Los resultados se muestran en la Tabla I.



271845

T A B L A I
% de inhibición

Proporciones de aplicación ingrediente activo lbs/acre	Maíz	Cacahuetes	Hierba de can-grejo	Cola de Zorra	Cenizo	Avena silvestre
10	100	0	100	100	100	100
5	80	0	90	90	80	100
2,5	0	0	70	100	40	100

De la misma manera se prepararon y ensayaron, con resultados similares composiciones granulares conteniendo N,N-di-n-propil- α, α -difenilacetamina y N,N-diisopropil- α, α -difenilacetamida, respectivamente.

Ejemplo 9

Siguiendo el mismo procedimiento que el ejemplo 8, pero sustituyendo 220 g de N,N-dietil- α, α -difenilacetamida por N,N-dimetil- α, α -difenilacetamida, se obtuvo una fórmula granular teniendo la siguiente composición en tanto por ciento:

N,N-dietil- α, α -difenil acetamida 3,7%
Vermiculita 96,3%

Se llevaron a cabo ensayos como el ejemplo 8, mostrándose los resultados en la Tabla II.

T A B L A I I

Proporciones de aplicación ingrediente activo, lbs./acre	Maíz	Cacahuetes	Hierba de can-grejo	Cola de zorra	Cenizo	Avena silvestre
5	0	0	100	100	100	100
2,5	0	0	100	100	40	100



271845

Ejemplo 10

Un concentrado en polvo dispersable teniendo la siguiente composición en tanto por ciento:

	N,N-dimetil- α,α -difenilacetamida ...	45,9%
5	Daxad 27	9,2%
	Pirofilita	44,9%

fué preparado mezclando 250 g de N,N-dimetil- α,α -difenilacetamida, 50 g de una sal sódica polimerizada de ácido sulfónico de benzoido sustituido (Daxad 27), y 245 g de pirofilita. La mezcla fué molida a un tamaño de partículas con promedio de 5 a 30 micras. Se suspendió en 10 galones de agua, dando una suspensión acuosa conteniendo alrededor de 6.000 partes por millón de ingrediente activo. La suspensión fué rociada sobre superficies medidas de terreno a las proporciones por acre indicadas. Se plantaron surcos de 40 pies de largo con maíz y cacahuets y una inoculación normalizada de semilla de cizaña conteniendo hierba de cangrejo, hierbas de cola de zorra, cenizo y avena silvestre se distribuyó en el terreno entre los surcos y se ratrilló hacia dentro ligeramente. Después de 21 días se anotó la inhibición de la germinación de semillas y crecimiento de las plantas, en comparación con parcelas de control de la misma superficie y el mismo tratamiento de cultivo. Los resultados se mostraron en la Tabla III.

T A B L A III
% inhibición

Proporciones de aplicación, ingrediente activo, lbs./acre	% inhibición					
	Maíz	Cacahuets.	Hierba cangrejo	Cola zorra	Cenizo	Avena silvestre
10	0	0	100	100	100	100
5	0	0	100	100	90	100
2,5	0	0	100	100	30	100

25



45

De la misma manera se prepararon y ensayaron con resultados similares respectivamente concentrados de polvo dispersable conteniendo N,N-di-n-propil- α,α -difenilacetamida y N,N-diisopropil- α,α -difenilacetamida.

5

Ejemplo 11

Siguiendo el mismo procedimiento que el ejemplo 10, pero sustituyendo 250 g de N,N-dietyl- α,α -difenilacetamida por N,N-dimetil- α,α -difenilacetamida, se obtuvo un polvo dispersable teniendo la siguiente composición en tanto por ciento:

10

- N,N-dietyl- α,α -difenilacetamida ... 45,9%
- Daxad 27 9,2%
- Pirofilita 44,9%

15

Se efectuaron ensayos como el ejemplo 10, mostrándose los resultados en la Tabla IV.

T A B L A I V

Proporciones de aplicación, ingrediente activo, lbs/acre	% de inhibición					
	Maíz	Cacahuetes	Hierba cangrejo	Cola de zorra	Cenizo	Avena silvestre
5	0	0	100	100	100	100
2,5	0	0	100	80	80	100

20

Ejemplo 12

Un concentrado emulsionable teniendo la siguiente composición en tanto por ciento:

25

- N,N-dimetil- α,α -difenilacetamida ... 15,0%
- Alquil-naftaleno técnico con emulsión a 238° a 293° (Velsicol AR50) 19,7%
- Xileno 17,4%
- Isopropanol 17,4%
- Dicloruro de etileno 25,4%
- Mezcla de sulfonatos de alquil-arilo y alquil-fenoxi-polietoxi-etanoles (Trifon X-151) 5,1%



271045

se preparó mezclando 15,0 lbs. de N,N-dimetil- α,α -difenilacetamida, 19,7 lbs. de Velsicol AR50, 17,4 lbs. de xileno, 17,4 lbs. de isopropanol, 25,4 lbs. de dicloruro de etileno, y 5,1 lbs. de Triton X-151.

5 6,67 lbs. del concentrado mezclado con 10 galones de agua dieron una emulsión rociable conteniendo 12.000 partes por millón de N,N-dimetil- α,α -difenilacetamida.

Ejemplo 13

10 Un concentrado emulsionable teniendo la siguiente composición en tanto por ciento:

	N,N-dietil- α,α -difenilacetamida	... 40,0%
	Alquil-naftaleno técnico con ebullición a 238° a 293°C (Velsicol AR50)	13,7%
	Xileno	12,3%
15	Isopropanol	11,3%
	Dicloruro de etileno	17,7%
	Mezcla de alquil-fenoxi-polietoxi-etanoles (Triton X-151)	5,0%

se preparó mezclando 40,0 lbs. de N,N-dietil- α,α -difenilacetamida, 13,7 lbs. de Velsicol AR50, 12,3 lbs. de xileno, 11,3 lbs. de isopropanol, 17,7 lbs. de dicloruro de etileno y 5,0 lbs. de Triton X-151.

25 1,67 lbs. del concentrado mezclado con 10 galones de agua dieron una emulsión rociable conteniendo 8.000 partes por millón de N,N-dietil- α,α -difenilacetamida.

Ejemplo 14

Un concentrado en polvo dispersable teniendo la siguiente composición en tanto por ciento:



571845

- N,N-dimetil- α,α -difenilacetamida .. 50%
- Arcilla de caolinita (fínamente dividida) 46%
- Sal sódica de ácido sulfónico de mononaftaleno condensado (Lomar D) 4%

5

se preparó mezclando 50,0 g. de N,N-dimetil- α,α -difenilacetamida, 46,0 g. de arcilla caolinita y 4,0 g. de Lomar D. La mezcla fué mblida a un tamaño medio de partícula de 5 a 30 micras.

Ejemplo 15

10

Un concentrado en polvo dispersable teniendo la siguiente composición en tanto por ciento:

- N,N-dietil- α,α -difenilacetamida ... 50%
- Arcilla de caolinita (fínamente dividida) 46%

15

se preparó mezclando 50,0 g. de N,N-dietil- α,α -difenilacetamida, 46,0 g. de la arcilla de caolinita, y 4,0 g. de Lomar D. La mezcla fué molida a un tamaño medio de partícula de 5 a 30 micras.

Ejemplo 16

20

Una fórmula granular teniendo la siguiente composición en tanto por ciento:

- N,N-dimetil- α,α -difenilacetamida 1%
- Pirofilita (50/60 malla) 99%

25

se preparó disolviendo 1,0 lbs. de N,N-dimetil- α,α -difenilacetamida en 10,0 l. de dicloro de etileno y rociando la solución sobre 99,0 lbs. de pirofilita. Los gránulos fueron secados y después envasados para el uso.



Ejemplo 17

Una fórmula granular teniendo la siguiente composición en tanto por ciento:

- | | |
|--|-----|
| N,N-dietyl- α,α -difenyacetamida ... | 1% |
| Pirofilita (malla 30/60) | 99% |

se preparó disolviendo 1,0 lb. de N,N-dietyl- α,α -difenyacetamida en 10,0 l. de dicloruro de etileno y rociando la solución sobre 99,0 lbs. de la pirofilita. Los gránulos fueron secados y envasados para el uso.

5

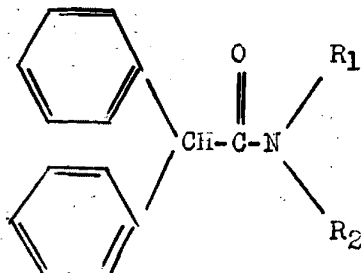


NOTA

271845

La presente patente de invención consta de la siguientes reivindicaciones:

5 1.- Método, para impedir la germinación de semillas y controlar el crecimiento de plantas, caracterizado porque comprende la puesta en contacto de dichas semillas y plantas con una cantidad herbicidamente eficaz de N,N-disustituida- α, α -difetilacetamida de la fórmula estructural



10 en que R₁ y R₂ son alquilo de 1 a 3 átomos de carbono, inclusive, o alqueno de 3 a 4 átomos, inclusive.

2.- Método, caracterizado porque comprende la puesta en contacto de dichas semillas y plantas con una cantidad herbicidamente eficaz de N,N-dietyl- α, α -difetilacetamida.

15 3.- Método, caracterizado porque comprende la puesta en contacto de dichas semillas y plantas con una cantidad herbicidamente eficaz de N,N-dimetil- α, α -difetilacetamida.

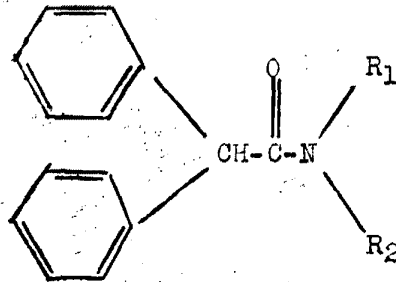
20 4.- Método caracterizado porque comprende la puesta en contacto de dichas semillas y plantas con una cantidad herbicidamente eficaz de N,N-dialil- α, α -difetilacetamida.

5.- Método, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la composición herbicida comprende 0,25% a 80% de N,N-disustituida- α, α -difetilacetamida de la fórmula



271845

estructural



en que R_1 y R_2 son alquilo de 1 a 3 átomos de carbono, inclusive, o alqueni-
lo de 3 a 4 átomos de carbono, inclusive, y un soporte sólido en partículas para ello teniendo un tamaño medio
5 de partículas hasta malla 10.

6.- Método, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la composición herbicida comprende 0,25% a 80% de N,N-di-
etil- α,α -difetilacetamida y un soporte sólido en partículas para ello teniendo un tamaño medio de partículas
10 hasta malla 10.

7.- Método según reivindicaciones anteriores, caracterizado, porque la composición herbicida comprende 0,25% a 80% de N,N-dimetil- α,α -difetilacetamida y un soporte sólido en partículas para ello teniendo un tamaño medio de partículas hasta malla 10.
15

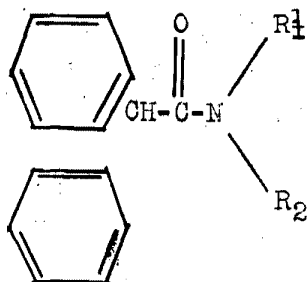
8.- Método, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la composición herbicida comprende 0,25% a 80% de N,N-dialil- α,α -difetilacetamida y un soporte sólido en partículas para ello teniendo un tamaño medio de partículas hasta malla 10.
20

9.- Método, según reivindicaciones anteriores, caracterizado, porque la composición herbicida comprende N,N-



271-45

-disustituida- α , α -difenilacetamida de la fórmula estructural



5 en que R_1 y R_2 son alquilo de 1 a 3 átomos de carbono, inclusive a alqueniño de 3 a 4 átomos de carbono, inclusive, un agente activador superficial y un soporte insoluble en agua, dispersable en agua.

10 10.- Método, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la composición herbicida comprende N,N-dimetil- α , α -difenilacetamida, un agente activador superficial, y un soporte insoluble en agua, dispersable en agua.

15 11.- Método, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la composición herbicida comprende N,N-dietil- α , α -difenilacetamida, un agente activador superficial y un soporte insoluble en agua, dispersable en agua.

20 12.- Método, según reivindicaciones anteriores, caracterizado, porque la composición herbicida comprende N,N-dialil- α , α -difenilacetamida, un agente activador superficial y un soporte insoluble en agua, dispersable en agua.

13.- Método, según la reivindicación 9, caracterizado porque el soporte insoluble en agua, dispersable en agua, es un soporte sólido pulverulento.

25 14.- Método, según la reivindicación 9, caracterizado porque el soporte insoluble en agua, dispersable en agua, es un disolvente sustancialmente inmisible en agua



271 845

para N,N-disustituida- α , α -difenilacetamida.

5 14.- Método según la reivindicación 9, caracterizado porque el soporte insoluble en agua, dispersable en agua, es un disolvente sustancialmente inmiscible en agua para N,N-disustituida- α , α -difenilacetamida.

10 15.- Método, según la reivindicación 9, caracterizado porque la composición comprende por lo menos 700 partes por millón de N,N-dialquilo- α , α -difenil acetamida, en que "alquilo" es de 1 a 3 átomos de carbono, inclusive, y agua.

10 16.- Método según la reivindicación 9, caracterizado porque la composición comprende desde alrededor de 700 hasta alrededor de 30.000 partes por millón de N,N-dialquilo- α , α -difenilacetamida, en que "alquilo" es de 1 a 3 átomos de carbono, inclusive, y agua.

15 17.- Método, según la reivindicación 14, caracterizado porque la composición comprende de 5% a 50% de N,N-disustituida- α , α -difenilacetamida y un disolvente para la misma sustancialmente inmiscible en agua.

20 18.- Método, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el compuesto es N,N-dialqueno- α , α -difenilacetamida, en el que él "alqueno" es de 3 a 4 átomos de carbono, inclusive.

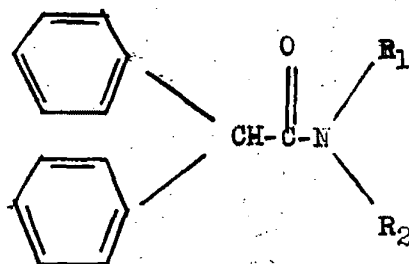
25 19.- Método, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el compuesto es N,N-dialilo- α , α -difenilacetamida.

20.- Método, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la preparación de las composicio-



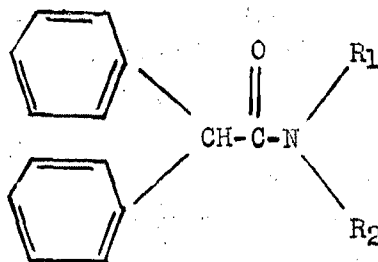
271845

nes comprende la formulación de una N,N-disustituída- α,α -difenil acetamida representada por la fórmula estructural



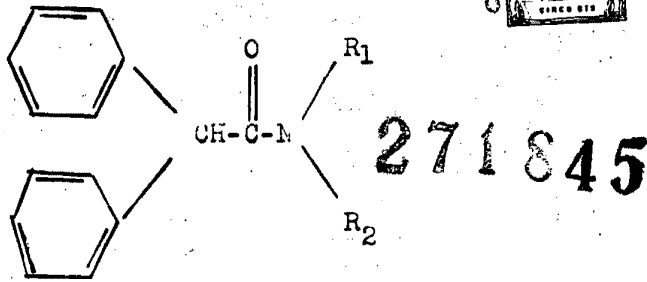
5 en que R_1 y R_2 son alquilo de 1 a 3 átomos de carbono, inclusive, o alquenilo de 3 a 4 átomos de carbono, inclusive, con un soporte adjuvante para ello.

21.- Método, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la preparación de las composiciones herbicidas comprende la formulación de 0,25% a 80% de una N,N-disustituída- α,α -difenilacetamida representada por la fórmula estructural



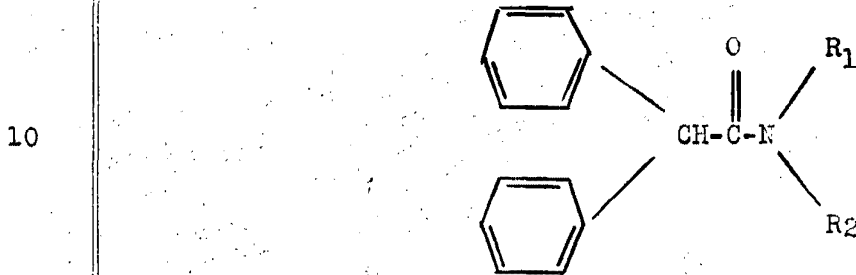
15 en que R_1 y R_2 son alquilo de 1 a 3 átomos de carbono, inclusive con 20% a 99,75% de un soporte sólido en partículas para ello, teniendo un tamaño medio de partículas hasta malla 10.

22.- Método, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la preparación de las composiciones herbicidas comprende la formulación de 5% a 50% de una N,N-disustituída- α,α -difenilacetamida representada por la fórmula estructural



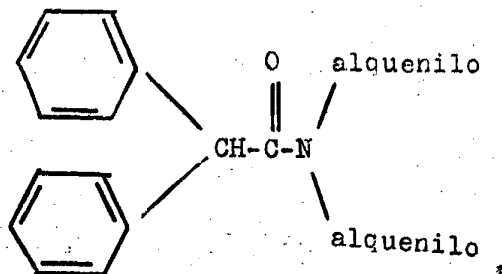
5 en que R₁ y R₂ son alquilo de 1 a 3 átomos de carbono, inclusive, o alqueniilo de 3 a 4 átomos de carbono, inclusive, con un soporte disolvente sustancialmente inmiscible en agua para ello y un agente activador superficial.

25.- Método, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la preparación de las composiciones herbicidas comprende la formulación de una N,N-disustituida- α , α -difenilacetanida representada por la fórmula estructural



15 en que R₁ y R₂ son alquilo de 1 a 3 átomos de carbono, inclusive, con un soporte disolvente para ello sustancialmente inmiscible en agua, y un agente activador superficial, comprendiendo dicha composición desde alrededor de 700 partes por millón a alrededor de 30.000 partes por millón de dicho compuesto en la fase dispersa de una emulsión acuosa.

24.- Método según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque para preparar el compuesto representado por la forma estructural





271045

en que alquenilo es de 3 a 4 átomos de carbono, inclusive, se hace reaccionar haluro de difenilacetilo con una dialquenilamina.

5 25.- Método, según la reivindicación 24, caracterizado porque se hace reaccionar cloruro de difenilacetilo con dialilamina.

26.- Método para impedir la germinación de semillas y controlar el crecimiento de plantas.

10 Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva.

Consta esta memoria de 31 hojas foliadas y escritas a máquina por una sóla de sus caras.

Madrid

8 NOV. 1961

GUILLERMO ROEB
P. B.