



284924

CASE 5025/B

284924

PATENTE
DE
INVENCIÓN

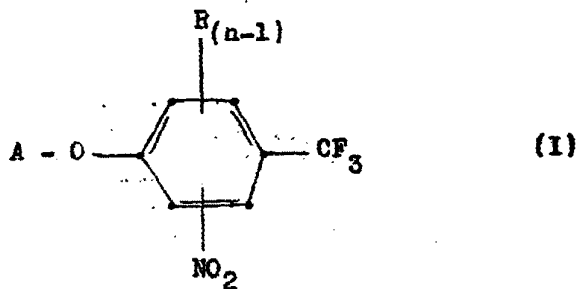
por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE AGENTES PARA COMBATIR EL CRECIMIENTO DE PLANTAS INDESEADAS", a favor de la firma suiza CIBA SOCIÉTÉ ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

= . . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a agentes para combatir el crecimiento de plantas indeseadas, que contienen, como materia activa, el compuesto de la fórmula general

5.



10.

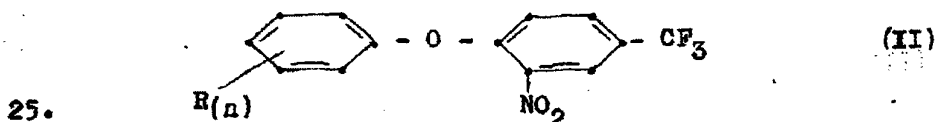
en la que,



284924

5. A, significa un radical de fenilo sustituido, eventualmente mediante uno o más átomos de halógeno, grupos alquilo inferiores, alcoxi, halogenoalquilo, nitro; ciano, tiociano o de amida sulfónica.
- R, significa un átomo de halógeno, un grupo alquilo inferior, alcoxi, halogenoalquilo, nitro, ciano, tiociano, o de amida sulfónica, y
- n, significa un número entero de valor 1 a 3,
10. así como eventualmente todavía por lo menos una de las adiciones siguientes:
- Diluentes,
 - disolventes,
 - humectantes,
15. emulgentes,
- adhesivos,
 - abonos o además
 - parasitarios.

Bajo los compuestos de la fórmula general (I) son de destacar como de acción especialmente favorable, los que como materia activa, contienen un compuesto de la fórmula general





284924

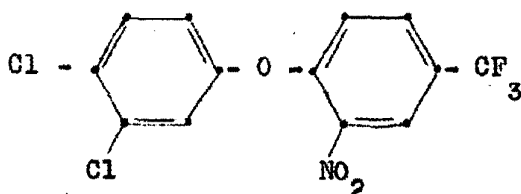
en la que

R, significa un átomo de halógeno, preferentemente un átomo de cloro o de bromo, o un grupo alquilo inferior o bien alcoxi, y

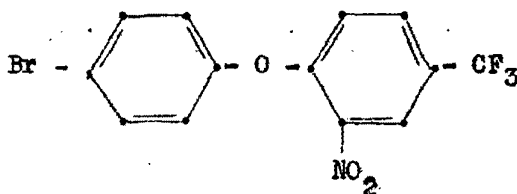
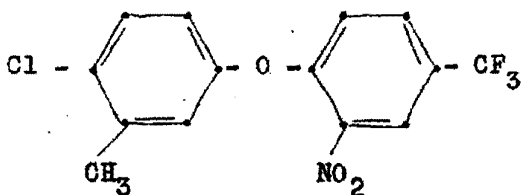
5. n significa el número 1, 2 ó 3.

Como ejemplos de los compuestos de las fórmulas generales (I) y (II) son de citar:

10.

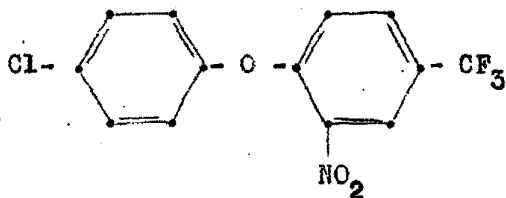


15.

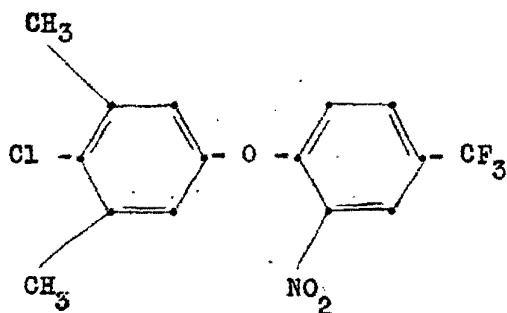




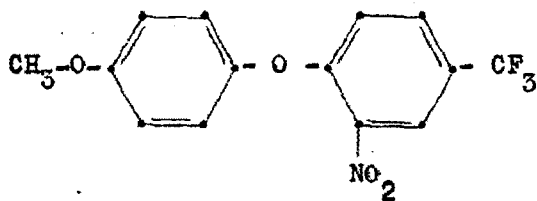
284924



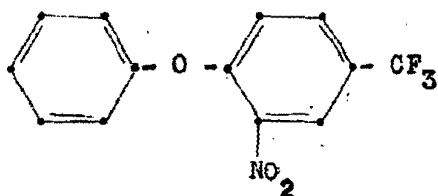
5.



10.

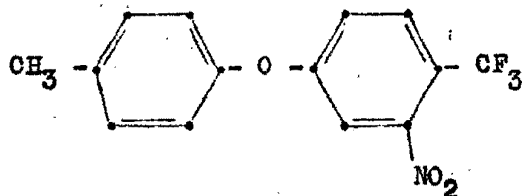


15.

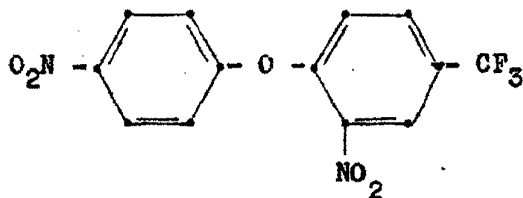




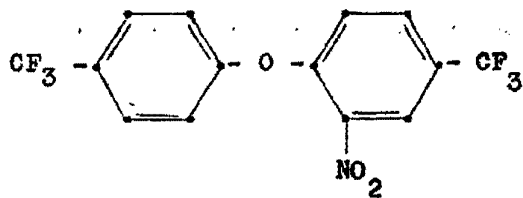
284924



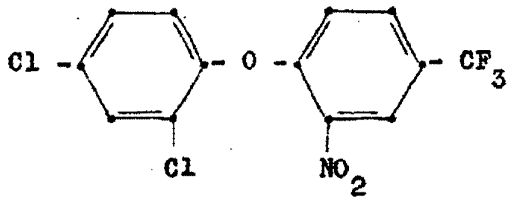
5.



10.



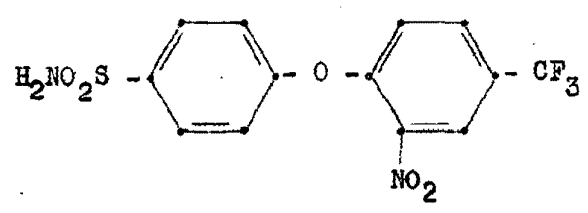
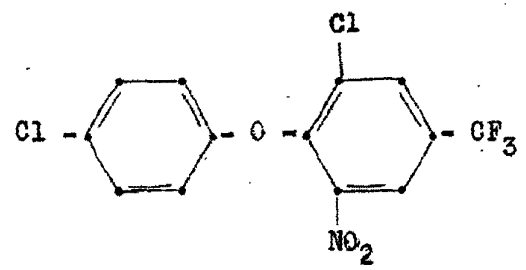
15.



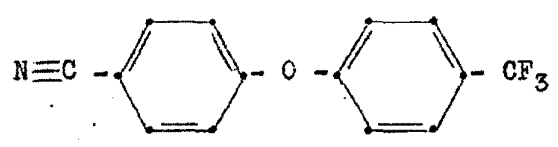


284924

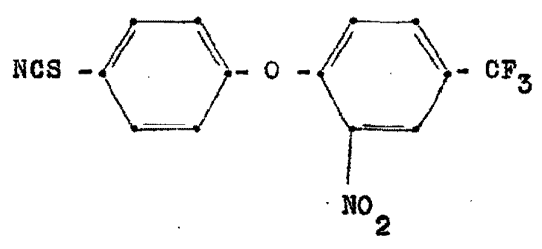
5.



10.

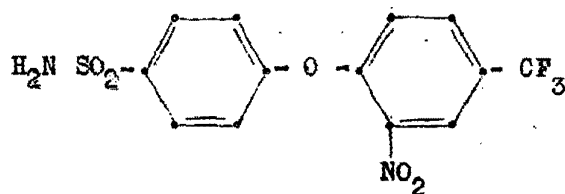


15.

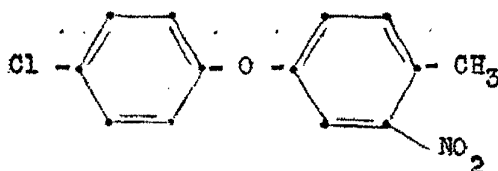




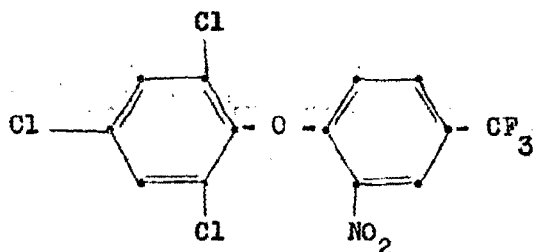
284924



5.



10.



Los compuestos de la fórmula general (I) y especial-
15. mente de la fórmula general (II) muestran una acción pre-
-emergente y post-emergente característica, sobre todo
contra diferentes géneros de gramíneas y son notablemente
adecuados, por ejemplo para combatir malas hierbas en cul-
tivos de cereales y en cultivos de dicotiledóneas



284924

Los compuestos de las fórmulas generales (I) y (II) se elaboran para su aplicación práctica como preparados, en los que la materia activa está presente en forma emulsionada, dispersa o disuelta, o en formas pulverulentas,

5. a cuyo efecto se emplean solos o junto con otros agentes exterminadores de cizaña, abonos, o antiparasitarios. Para la preparación de soluciones directamente rociables pueden entrar en consideración por ejemplo, fracciones de aceite mineral de zona de ebullición desde elevada a media, como
10. gas-oil o queroseno, además aceites de alquitran de hulla y aceites de origen vegetal y animal, así como hidrocarburos de peso molecular medio a elevado, como naftalina alquilada, tetrahidronaftalina, eventualmente bajo utilización de mezclas de xilol o de toluol, o cetonas o bien alcoholes, como ciclohexanona, ciclohexanol, además hidrocarburos clorados, como tetracloroetano, triclorobenceno, triclorotoluol y cloroxilenol:
- 15.

Se preparan mediante adición de agua, formas de aplicación acuosa a partir de concentrados de emulsión, pastas

20. o polvos de rociado humedecibles.

Como emulsionantes o dispersantes entran en consideración productos no-ionógenos, por ejemplo, productos de condensación de alcoholes alifáticos, aminas, o ácidos carboxílicos con un radical de hidrocarburo de cadena larga de unos

25. 10 a 30 átomos de carbono con óxido de etileno, como el pro-



284924

ducto de condensación de alcohol octadecílico, y de 25 a 30 moles de óxido de etileno, o el de oleilamina técnica y 15 moles de óxido de etileno o el de dodecilmercaptano y 12 moles de óxido de etileno.

5. Entre los emulgentes anion-activos, que pueden aprovecharse, con de citar la sal sódica del éster dodecilalcohol-sulfúrico, la sal sódica del ácido dodecilbencensulfónico, la sal potásica o de trietanolamina del ácido oleico o del ácido abietínico o de mezclas de estos ácidos, o la sal sódica de un ácido petroleosulfónico. Como dispersantes cation-activos entran en consideración compuestos amónico cuaternarios, como el bromuro cetilpiridínico, o el cloruro dioxietilbencildodecilamónico.

15. Para la preparación de agentes de dispersión o bien pulverulentos, y por ejemplo de granulados, pueden aprovecharse, como vehículos sólidos, talco, caolin, bentonina, carbonato cálcico, fosfato cálcico, y asimismo carbón, serrín de corcho, serrín de madera y otros materiales. Las distintas formas de aplicación pueden preverse en forma usual por adición de materias, que mejoran la distribución, la estabilidad, la estabilidad a la lluvia, o el poder de penetración; se citan como tales materias: ácidos grasos, resinas, cola, caseína o asimismo, por ejemplo alginatos.

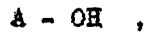
25. Entre malas hierbas, o bien crecimiento de plantas indeseadas, que se combaten con los nuevos agentes, son asimis-



284924

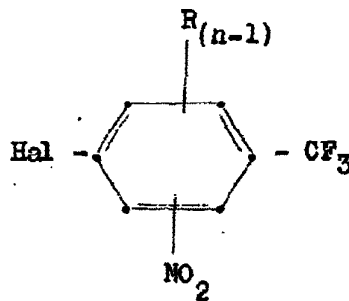
mo de comprender aquí plantas de cultivo por ejemplo cultivadas en un tiempo precedente sobre el terreno a tratar.

Los compuestos de la fórmula general (I) pueden prepararse según métodos de por sí conocidos, bajo desdoblamiento de un compuesto H Hal, por ejemplo mediante reacción de un compuesto de la fórmula general



en la que

A, tiene la significación indicada en el caso de la fórmula general (I), con un compuesto de la fórmula general



15.

en la que

R y n, tienen la significación indicada en el caso de la fórmula general (I) y

Hal, significa un átomo de halógeno, como por ejemplo un átomo de cloro.

20.

Asimismo son objeto de la presente invención los com-



284924

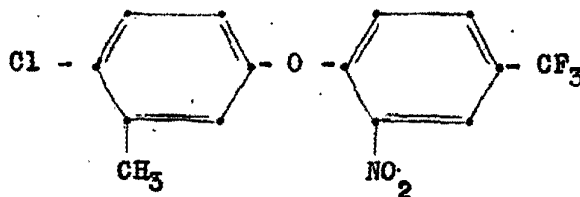
puestos de las fórmulas generales (I) o bien (II).

La invención se describe con más detalles en los ejemplos siguientes. Las temperaturas se indican en grados Celsius. Las partes significan partes en peso, y los porcentajes tantos por ciento sobre el peso.

5.

EJEMPLO 1

a) La preparación del compuesto de la fórmula



se realiza de esta forma:

142,4 g de para-clorometacresol se calientan a 150° en un matraz junto con 225,4 g de trifluoruro 3-nitro-4-cloro-bencénico. A esta temperatura y en el curso de 1 1/2 horas se añaden

15. gota a gota 56 g de KOH, disueltos en 56 cc de agua. Se destila la mayor parte del agua en el matraz, que se devuelve al matraz con el agua arrastrada de la fase oleosa. El contenido del matraz se calienta todavía 6 1/2 horas a 175°, seguidamente se traspara a una cápsula de porcelana, en ella se acila

20. con ClH y se traspara a un matraz adecuado, en el que se



17

234924

se efectúa una destilación de vapor de agua. El residuo se vierte en un mortero, donde solidifica. A continuación se lava neutra la masa sobre un nuche. Se seca en vacío a 50° y destila al alto vacío.

5. Punto de ebullición: 0,05 mm/ 130-140°.

El producto puro obtenido, recristalizado en hexano, funde a 58-58,5°.

Rendimiento: 260 gr.

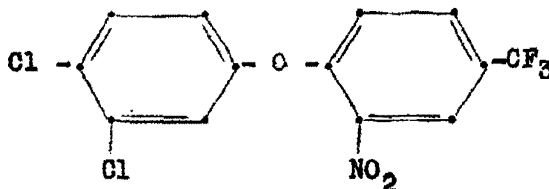
		C	H	N	Cl
<u>Análisis:</u>	% calculado:	50,70	2,72	4,22	10,69

10.	% hallado:	50,91	2,48	4,10	10,80
-----	------------	-------	------	------	-------

Análogamente al método descrito en a) se obtienen los compuestos siguientes:

b)

15.



(de 3,4-diclorofenol y trifluoruro 3-nitro-4-clorobencénico).

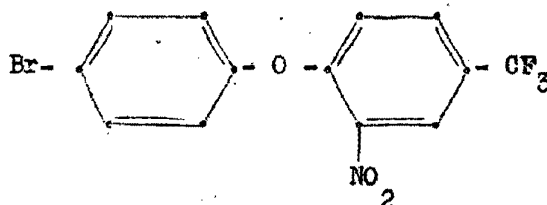
Fluidez (Punto de ebullición 0,07 mm/ 134-138°).

20.	<u>Análisis:</u>	C	H	N	Cl
	% calculado:	44,34	1,72	3,98	20,14
	% hallado:	44,14	1,60	4,01	20,19.



284924

c)



5.

(de para-bromofenol y trifluoruro 3-nitro-4-cloro-bencénico).

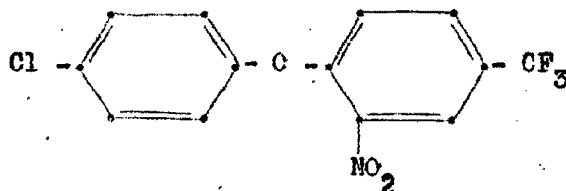
Punto de fusión: (recristalizado en hexano): 46-47°.

Análisis:

	C	H	N	Br
% calculado:	43,12	1,95	3,87	22,07
% hallado :	43,17	1,98	3,61	22,29

10.

d)



15.

(de para-clorofenol y trifluoruro 3-nitro-4-cloro-bencénico).

Punto de ebullición 0,002 mm 126-138°.

Punto de fusión (recristalizado en hexano): 47,5°.

Análisis:

	C	H	N	Cl
% calculado:	49,15	2,22	4,41	11,16
% hallado:	49,05	2,19	4,52	11,14

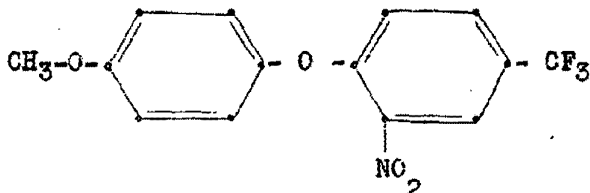
20.

7 FEB



284924

e)



5.

(de para-metoxifenol y trifluoruro 3-nitro-4-clorobencénico).

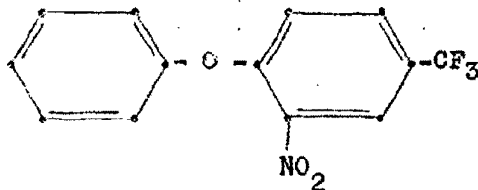
Punto de ebullición 2,5 mm 175-180°.

Punto de fusión (recristalizado en hexano) 50,5-52°.

Análisis:

		C	H	N
10.	% calculado:	53,68	3,22	4,47
	% hallado:	53,9	3,1	4,6

f)



15.

(de fenol y trifluoruro 3-nitro-4-cloro-bencénico)

Punto de ebullición 0,01 mm 115-120°.

Punto de fusión: (recristalizado en hexano) 33,5-34,5°.

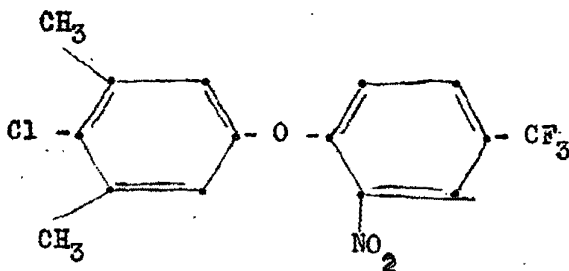
Análisis:

		C	H	N
20.	% calculado:	55,13	2,85	4,95
	% hallado:	55,4	3,0	5,1



284924

g)



5.

(de 4-cloro-3,5-dimetilfenol y trifluoruro 3-nitro-4-cloro-bencénico).

Punto de ebullición: 2 mm/ 175-182°.

Punto de fusión: (recristalizado en hexano) 105-106°.

10.	<u>Análisis:</u>	C	H	Cl
	% calculado:	52,12	3,21	10,26
	% hallado :	52,2	2,8	10,4

E J E M P L O 2

- Se preparan polvos de rociado, que contienen en
15. cada caso un 20% de uno de los compuestos según el ejemplo 1 a) hasta g), así como un 10% de un emulgador que consta de una mezcla de un poliglicoléter de alquifeno, por ejemplo el poliglicoléter de p-iso-octil-fenol y una sal cálcica o bien magnésica de un ácido sulfónico alquilaromático, por ejemplo
20. del ácido mono-laurilbencen-mono-sulfónico.

Los polvos de rociado se tratan en forma cualquiera con agua, con lo que se obtienen dispersiones estables.



284924

EJEMPLO 3

Se siembra en el invernadero y en macetas rellenas con tierra los géneros de semilla siguientes: Linum, Spina-
cia, Lactuca, Cucumis, Daucus, Phaseolus, Beta, Lepidium,
5. así como Alopecurus, Poa, Dactylis, Lolium, Cynosurus, Agros-
tis, Phleum, Festuca, Bromus, Triticum, Avena, Hordeum.

El tratamiento pre-emergente se realiza 2 días des-
pués de la siembra. El tratamiento post-emergente se rea-
liza 12-14 días después de la siembra, es decir cuando se
10. alcanza el estado de 2ª hoja.

Las distintas macetas se tratan con un caldo de
rociado preparado según el ejemplo 2, que consta del 1% de ma-
teria activa según el ejemplo 1 b) correspondiente a una dosis
de aplicación de 6 kg de materia activa por hectárea. La
15. valoración 20 días después del tratamiento muestra los re-
sultados siguientes (en valores de 0 a 10; 0= ninguna acción;
10= plantas eliminadas totalmente)



284924

5.

10.

15.

Dicotyledoneas	Pre-emergente	Post-emergente	Monicotiledóneas	Pre-emergente	Post-emergente
Linum	2	9	Alopecurus	10	9
Spinacia	0	8	Poa	10	10
Lactuca	1	10	Dactylis	10	9
			Lolium	10	10
Daucus	0	1	Cynosurus	9	9
Phaseolus	0	1	Agrostis	10	10
Beta	3	9	Phleum	10	10
Lepidium	1	9	Holcus	10	10
			Festuca	10	10
			Bromus	10	9
			Triticum	1	3
			Avena	9	8
			Hordeum	0	1



Se obtienen resultados similares ²⁸⁴⁹²⁴ si se utiliza, en lugar de la emulsión obtenida según el ejemplo 2, una que contenga un composición similar en lugar de la materia activa según el ejemplo b), una según el ejemplo 1 a), 1 c) ó 1 d).

5. De los resultados de los ensayos anteriores resulta, que los nuevos agentes pueden utilizarse con éxito, particularmente para combatir selectivamente malas hierbas gramíneas en cultivos de cereales como por ejemplo trigo y cebada, y en cultivos de determinadas dicotiledóneas.

10.

= . =



284924

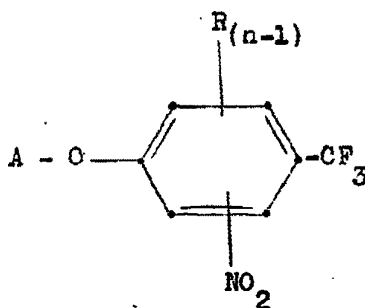
NOTA

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad de las solicitudes de patentes suizas núms. 1567/62 del 8 de Febrero de 1962 y 14820/62 del 18 de Diciembre de 1962, existiendo en ellas unidad de invención.

5.

1. Procedimiento para la preparación de agentes para combatir el crecimiento de plantas indeseadas, caracterizado por el hecho de disponer en los agentes, como materia activa, un compuesto de la fórmula general

10.



15.

en la que,

A, significa un radical de fenilo sustituido, eventualmente mediante uno o más átomos de halógeno, grupos alquilo inferiores, alcoxi, halogenoalquilo, nitro, ciano, tiociano o de

20.



284924

amida sulfónica.

R, significa un átomo de halógeno, un grupo alquilo inferior, alcoxi, halogenoalquilo, nitro, ciano, tiociano, o de amida sulfónica, y

5. n, significa un número entero de valor 1 a 3.

así como eventualmente todavía por lo menos una de las adiciones siguientes:

Diluentes,

disolventes,

10. humectantes,

emulgentes,

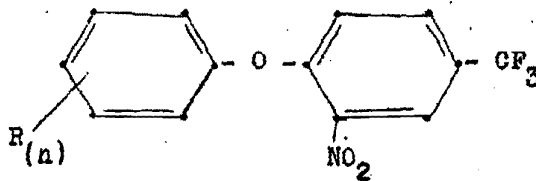
adhesivos,

abonos o además

parasitarias.

15. 2. Procedimiento, conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado porque los agentes contienen, como materia activa, un compuesto de la fórmula general

20.



en la que



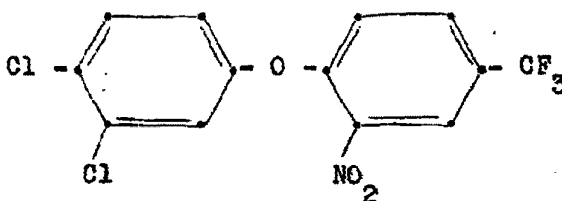
284924

R, significa un átomo de halógeno, preferentemente un átomo de cloro o de bromo, o un grupo alquilo inferior o alcoxi, y

n significa el número 1, 2 o 3.

5. 3. Procedimiento, conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado porque los agentes contienen, como materia activa, el compuesto de la fórmula

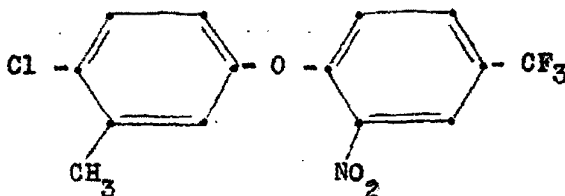
10.



15.

4. Procedimiento, conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado porque los agentes contienen, como materia activa, el compuesto de la fórmula

20.



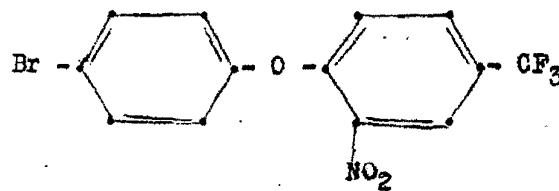
5. Procedimiento, conforme a lo definido en la



284924

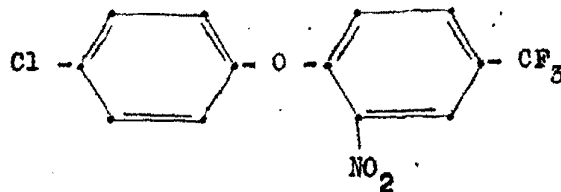
reivindicación 1, caracterizado porque los agentes contienen, como materia activa, el compuesto de la fórmula

5.



6. Procedimiento, conforme a lo definido en la reivindicación 1, caracterizado porque los agentes contienen, como materia activa, el compuesto de la fórmula

10.



15.

7. Procedimiento para la preparación de agentes para combatir el crecimiento de plantas indeseadas.

Según se describe en la presente memoria que consta de 22 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 7 de Febrero de 1963

20.

CIBA, SOCIÉTÉ ANONYME

p.a.

JANÉ ISEÑ MALLÉS
P. P.