

1er. CERTIFICADO DE ADICION

Your Order N^o. FA 16000 -

Case 444-CON-EARTH:

297000



297000

Memoria Descriptiva

sobre:

"Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal n^o 280.583, concedida el 9 de octubre de 1.962, por "Procedimiento para la obtención de composiciones herbicidas".

Solicitante. MAY & BAKER LIMITED, entidad inglesa, residente en -
Dahenham, Condado de Esses, Inglaterra.

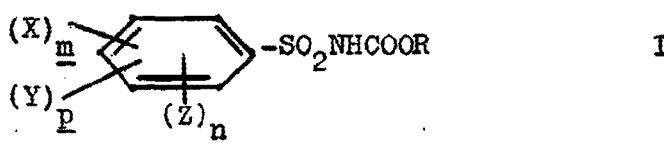
Este invento se refiere a herbicidas y es -
una mejora o modificación del que se describe en la -
Memoria de la Patente n^o. 280.583, de los mismos soli-
citantas.

5. La Memoria citada describe el empleo de -

297000



- determinados esteres sulfonilcarbónicos y sus sales de metal alcalino, amonio y amina, como herbicidas, y composiciones herbicidas que contengan los esteres y sales citados. Los esteres sulfonilcarbónicos
5. tienen la fórmula general



10. en la que X representa un átomo halógeno, con preferencia un átomo de cloro, Y representa un grupo nitró, amino primario, mono- o di-alquilamino-inferior, mono-acilamino-inferior, N-alquilformilamino-inferior, o mono-alcoxycarbonilamino-inferior, Z representa un grupo metilo, R representa un grupo metilo, etilo, alilo, o 2-metoxietilo, m representa 0, 1, 2, 3 o 4, n representa 0 o 1, y p representa 0 o 1, siendo por lo menos 1 la suma de m, n y p.
15. Los substituyentes pueden ocupar en el anillo, cualquier posición.
- 20.

Las denominaciones "alquilo inferior" y "acilo inferior" se utilizan en esta Memoria para indicar grupos que contienen de 1 a 4 átomos de carbono, y la expresión "alcoxi inferior", para referirse a un grupo que contenga de 1 a 3 átomos de carbono.

25. Se ha descubierto que las sales de metal alcalino-térreo, especialmente calcio y magnesio, de
30. estos esteres, poseen también valiosas propiedades

- 3 -
297000



herbicidas.

- En un aspecto, este invento proporciona composiciones herbicidas que contengan una o más sales de metal alcalino-térreo de bencenosulfonilcarbamatos de la fórmula I asociadas con, y con preferencia homogeneamente dispersadas en, por lo menos un diluyente sólido o líquido compatible, o un agente de superficie activa adecuado para usarse en las composiciones herbicidas. Cuando se desee o se juzgue necesario, la composición, desde luego, puede contener a la vez, diluyentes y agentes de superficie activa. Con preferencia, las composiciones contienen de 0,05% a 50% en peso de la sal del ester sulfonil carbámico, expresado al estado de ester correspondiente.
5. Son ejemplos de diluyentes sólidos apropiados: talco, magnesia calcinada, tierra de diatomeas, fosfato tricálcico, corcho pulverizado, negro de carbón absorbente, una arcilla tal como el caolín o la bentonita, o un sólido compatible, agente de mojadura o de dispersión. Las composiciones sólidas que pueden presentar la forma de polvo impalpable, gránulos o polvos mojables, se preparan preferentemente moliendo las sales de los esteres sulfonil carbámicos de fórmula I con los diluyentes sólidos, o impregnando éstos con soluciones de las sales de dichos esteres sulfonilcarbámicos, en disolventes volátiles, evaporando éstos y, si es necesario, moliendo los productos para obtener polvos. Las formulaciones granulares pueden prepararse absorbiendo soluciones, de las sales de los ésteres sulfonilcarbámicos, en disolventes volátiles, en los dilu-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

297000



- yentes sólidos en forma granular, y evaporando los disolventes, o granulado composiciones en forma de polvos, obtenidos como antes se describe. Los agentes de mojadura, dispersión o emulsificación, que se hallan presentes con preferencia, especialmente en polvos susceptibles de mojarse, pueden ser del tipo iónico, o no-iónico, por ejemplo sulfuricinoleatos, derivados de amonio cuaternario, o productos basados en condensados de óxido de etileno, tales como condensados de óxido de etileno, tales como condensados de óxido de etileno con octilfenol, o esterés de ácidos grasos de anhídrosorbitoles que se hayan convertido en solubles por eterificación de los grupos hidroxilo libres, por condensación con óxido de etileno. Es preferible emplear agentes del tipo no-iónicos ya que no son sensibles a los electrólitos. Los polvos susceptibles de mojarse, de acuerdo con este invento, pueden tratarse con agua inmediatamente antes de emplearlos para obtener suspensiones en condiciones de aplicación.
5. presentes con preferencia, especialmente en polvos susceptibles de mojarse, pueden ser del tipo iónico, o no-iónico, por ejemplo sulfuricinoleatos, derivados de amonio cuaternario, o productos basados en condensados de óxido de etileno, tales como condensados de óxido de etileno, tales como condensados de óxido de etileno con octilfenol, o esterés de ácidos grasos de anhídrosorbitoles que se hayan convertido en solubles por eterificación de los grupos hidroxilo libres, por condensación con óxido de etileno. Es preferible emplear agentes del tipo no-iónicos ya que no son sensibles a los electrólitos. Los polvos susceptibles de mojarse, de acuerdo con este invento, pueden tratarse con agua inmediatamente antes de emplearlos para obtener suspensiones en condiciones de aplicación.
10. etileno, tales como condensados de óxido de etileno con octilfenol, o esterés de ácidos grasos de anhídrosorbitoles que se hayan convertido en solubles por eterificación de los grupos hidroxilo libres, por condensación con óxido de etileno. Es preferible emplear agentes del tipo no-iónicos ya que no son sensibles a los electrólitos. Los polvos susceptibles de mojarse, de acuerdo con este invento, pueden tratarse con agua inmediatamente antes de emplearlos para obtener suspensiones en condiciones de aplicación.
15. tipo no-iónicos ya que no son sensibles a los electrólitos. Los polvos susceptibles de mojarse, de acuerdo con este invento, pueden tratarse con agua inmediatamente antes de emplearlos para obtener suspensiones en condiciones de aplicación.
20. Las composiciones líquidas de acuerdo con este invento, presentan en general la forma de soluciones, suspensiones o emulsiones de las sales de esterés sulfonilcarbámicos que incorporan un agente de mojadura, dispersión o emulsión. Estas emulsiones, suspensiones y soluciones pueden prepararse en medios acuosos, orgánicos o acuos-orgánicos, tales como acetofenona, isoforona, tolueno o xileno o aceites minerales, animales o vegetales (o mezclas de estos diluyentes), y pueden contener agentes de dispersión o emulsionantes del tipo iónico o no-iónico, por ejemplo los del tipo antes indicado.
25. luciones pueden prepararse en medios acuosos, orgánicos o acuos-orgánicos, tales como acetofenona, isoforona, tolueno o xileno o aceites minerales, animales o vegetales (o mezclas de estos diluyentes), y pueden contener agentes de dispersión o emulsionantes del tipo iónico o no-iónico, por ejemplo los del tipo antes indicado.
30. no-iónico, por ejemplo los del tipo antes indicado.



297000

- Igual que con las composiciones sólidas, se prefieren los agentes de dispersión y emulsionantes del tipo no iónico a causa de su falta de sensibilidad a la presencia de electrólitos. Cuando se desee, las emulsiones de las sales de los esteres sulfonilcarbámicos, pueden usarse en forma de concentrados autoemulsionantes que contengan las sustancias activas disueltas en los agentes emulsionantes o en disolventes que contengan agentes emulsionantes compatibles con los esteres activos; la sencilla adición de agua a estos concentrados, produce composiciones en condiciones para el empleo. Las composiciones líquidas se preparan disolviendo, suspendiendo o emulsionando las sales de compuestos de fórmula I en medios líquidos.
5. Las composiciones herbicidas en forma de aerosoles que contienen una o más sales de los esteres carbámicos de la fórmula I están también comprendidas en el alcance de este invento.
10. Cualquiera de las composiciones anteriores puede contener, adicionalmente, adhesivos u otros aditivos convencionales.
15. Si se desea, las composiciones herbicidas pueden contener también otros compuestos herbicidamente activos tales como 3-amino-1,2,4-triazol; MCPB [ácido -(4-cloro-2-metilfenoxi)butírico], 2,4-DB [-ácido(2,4-diclorofenoxi)butírico], MCPA (ácido 4-cloro-2-metilfenoxiacético), 2,4-D (ácido 2,4-diclorofenoxiacético), 2,4,5-T (ácido 2,4,5-diclorofenoxiacético), fenilcarbamatos y ureas, por ejemplo profam (isopropil-N-fenilcarbamato) y clorofam [isopropil-N-
- 20.
- 25.
- 30.

297000



(3-clorofenil)carbamato] y dalapon sódico (, -dicloro propionato sódico). Cuando Y en la fórmula I represente un grupo amino, las sales pueden formarse con compuestos herbicidicamente activos, tales como los antes citados, que sean ácidos suficientemente enérgicos.

En un segundo aspecto, este invento proporciona un método para controlar el crecimiento de intrusas en un terreno, que comprende el aplicar a éste una cantidad herbicidamente efectiva de una sal de metal alcalino-térreo de un éster de fórmula I. El desarrollo de las intrusas puede regularse en terreno en barbecho o inculto, o en "zonas de labor", o sea superficies en las que se desarrollan o desarrollarán cosechas.

Un grupo preferido de sales de esteres sulfonilcarbámicos para usarse en este invento, son las sales de esteres de fórmula I en las que m y n representan ambas 0, p representa 1, y el substituyente Y está en la posición 4. Las sales de este grupo preferido en las que Y representa un grupo nitro, un grupo amino primario, un grupo mono-alquilamino inferior, especialmente un grupo metilamino, un grupo N-alquilformilamino inferior, especialmente un grupo N-metilformilamino, o un grupo mono-alcoxicarbonil amino inferior, especialmente un grupo metoxicarbonilamino, tienen propiedades herbicidas especialmente valiosas. Las composiciones herbicidas que los contienen, pueden utilizarse para regular por aplicación pre- o post-emergencia, intrusas tales como Vallico (*Lolium perenne*), Echinochloa (*Echinochloa crusgalli*), Carricera (*Setaria viridis*), Crabgrass (*Digitaria sanguinalis*), Aconito (*Alopecurus*

297000



- pratensis), Manzanilla loca (*Matricaria inodora*), Margarita del trigo (*Chrysanthemum segetum*), Hierba cana (*Senecio vulgaris*), Poligono trepador (*Polygonum convulvulus*), Pimentilla (*Polygonum persicaria*), Agropiro (5. (*Agropyron repens*), Creeping Bent, (*Agrostis stolonifera*), Quenopodio (*Chenopodium album*), Maslo (*Rumex sp.*) Espiguilla (*Poa annua*), Mostaza de los campos (*Sinapis arvensis*), Amor de hortelano (*Eleusine indica*), Annual Sow Thistle (*Sonchus sp.*), Creeping Thistle (*Cirsium* 10. *arvensis*), Burrero (*Brassica Species* y *Amaranthus sp.* en cultivos tales como cebolla, rábano, nabina, mostaza, lepidio, remolacha, alfalfa, trébol, tirabeques, judia, guisante, lenteja, zanaoria, girasol, patata, tomate, linaza, bretón, soja, cacauz, tabaco y algodón, 15. sin daños apreciables para los cultivos, a las dosis normales precisas para regular las intrusas. Las denominaciones "pre-emergencia" y "post-emergencia" se utilizan en esta Memoria para referirse a la emergencia de la cosecha. Las composiciones pueden usarse también 20. para controlar estas intrusas en terrenos en barbecho o incultos, o sea en aquellos en que no crece cultivo alguno. Las dosis necesarias y el modo y tiempo para la aplicación, varían de acuerdo con la naturaleza de la planta o plantas a controlar, del cultivo, y del 25. efecto deseado. En general, teniendo en cuenta estos factores, dan buenos resultados dosis de material activo (expresadas con respecto al ester sulfonilcarbámico correspondiente) de 1 a 11 kilos por hectarea. Las composiciones pueden aplicarse antes o después de que las 30. intrusas aparezcan sobre la superficie del suelo.

297000



- Las composiciones de interés sobresaliente en este grupo preferido, son las que contienen sales de - compuestos de fórmula I en la que m y n representan - 0, cada una de ellas; p representa 1; Y está en la po -
5. sición 4 y representa un grupo nitro, amino primario, metilamino, N-metilformilamino o metoxicarbonilamino, y R representa un grupo metilo, que son especialmente - utiles para el control de Avena loca, Grama del norte, Carricera, Creeping Bent, Goose Grass, Aconito, Espi -
 10. guilla, Manzanilla loca, Polygonum sp., Hierba cana, - Maslo, Mostaza de los campos, Annual Sow Thistle, Crab grass, Margarita del trigo, Echinochloa, Brassica sp., Amaranthus sp. y Cardo, en cultivos de remolacha azuca -
 15. rera, linaza, guisantes, alfalfa, algodón, soja, pata - ta, tomate y bretones por aplicación post-emergencia y en el control, pre-emergencia de Avena loca, Espigui -
 20. lla, Quenopodio, Manzanilla loca y Polygonum sp. en guisantes, tirabeques, frejol, soja y remolacha azuca - rera. Las composiciones que contienen sales de p-nitro -
 25. bencenosulfonilcarbamato de metilo, son especialmente utiles para el control post-emergencia de sanguinaria mayor Crabgrass en la soja. Las composiciones que con -
 30. tienen sales de p-aminobencenosulfonilcarbamato de me - tilo, especialmente utiles para el control post-emer - gencia de Avena loca, Polygonum sp, Barnyard Grass y Mostaza de los campos. Las composiciones que contienen sales de p-metoxicarbonilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo, son especialmente utiles en el control post - emergencia de Crabgrass y Barnyard Grass en el cultivo del algodón y la soja, las composiciones que contienen

297990



- sales de p-N-metilformidaminobencenosulfonilcarbamato de metilo, son especialmente utiles en el control post-emergencia de cultivos de Espiguilla, Amor de hortelano y Crabgrass, en cultivos de algodón, lo mismo que
5. las composiciones que contienen sales de p-metilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo. Las composiciones que contienen sales de p-N-metilformilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo, son también especialmente útiles en el control post-emergencia de Espiguilla, Aconito, Mostaza de los campos y Polygonum sp. en Trebol blanco.
- 10.

- Las composiciones que contienen sales de p-n-metilformilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo, y de p-metilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo, son especialmente útiles para controlar el desarrollo de intrusas en los cultivos de alfalfa, linaza, soja, algodón y tabaco.
- 15.

- Algunas de las sales de este grupo preferido son suficientemente solubles en agua para proporcionar soluciones acuosas sencillas suficientemente concentradas para usarse como herbicidas, y en algunos casos de concentración suficiente para dilución con agua para proporcionar soluciones "a la concentración de trabajo". La denominación "concentración de trabajo", se utiliza en esta Memoria para indicar una solución que contiene material activo suficiente para usarse como herbicida, por ejemplo, 4 g de material activo, expresado al estado de ester sulfonilcarbámico, por litro de agua. Estas sales solubles en agua, comprenden las
- 20.
- 25.
30. sales de metal alcalino-terreo, especialmente calcio y



297000

- magnesio, de p-aminobencenosulfonilcarbamato de metilo, p-nitrobencenosulfonilcarbamato de metilo, p-metilamino bencenosulfonilcarbamato de metilo, p-N-metilformilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo, y p-metoxi-carbonilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo. Las soluciones acuosas sencillas que comprenden concentrados y soluciones a la concentración de trabajo, de estas sales, constituyen una característica preferida de este invento.
- 5.
10. Las composiciones que contienen sales de los esteroides de fórmula I en la que m y n representan 0, cada una de ellas, p representa L, y el único sustituyente Y está en la posición 4 y representa un grupo dialquilamino inferior, con preferencia dimetilamino, o
15. un grupo mono-acilamino inferior, preferentemente acetamido, son adecuadas para utilizarse en el control, por aplicación de pre- o post-emergencia intrusas tales como Espiguilla (*Poa annua*), Aconito (*Alopecurus pratensis*), Mostaza de los campos (*Sinapis Arvensis*) Manzani-
20. lla loca (*Matricaria inodora*) y *Polygonum* sp. en cultivos tales como alfalfa, linaza, soja, guisantes, guisantes y lentejas, sin deterioro apreciable en el cultivo, a dosis normales precisas para destruir las hierbas. - Las dosis precisas y el modo y época de aplicación va
25. rían de acuerdo con la naturaleza de la planta o plantas a controlar, el cultivo y el efecto deseado. En general, teniendo en cuenta estos factores dan buenos resultados dosis de material activo de 1 a 11 kg por hectarea, (calculado sobre la base del estér correspondiente).
30. Son de interés especial las sales de compues -

297000



tos en los que R represente metilo.

- Las sales de esteres sulfonilcarbámico no incluidos en el grupo antes citado y preferido, o sea aquellos en los que el grupo Y no es el unico substituyente, o, de serlo no se encuentra en la posición 4, pueden usarse para controlar Charlock (*Sinapis arvensis*) - en cultivos de cereales, por aplicación post-emergencia, sin daño apreciable para los cultivos, en dosis normales necesarias para el control de las hierbas. Las composiciones que contienen sales de esteres sulfonilcarbámicos de formula I en las que R representa un grupo metilo o etilo son de interes especial. Las composiciones de interes sobresaliente, son aquellas que contienen sales de 3,4-diclorobencenosulfonilcarbamato de etilo (preparadas de acuerdo con Marshall y Sigal, J. Org. Chem. 1.958, 23, 927), 2,3,4-triclorobencenosulfonilcarbamato de etilo, 2-nitrobencenosulfonilcarbamato de etilo (preparadas según Raffa, Farm. sci. e. tech. (Paris), 1.952, 7, 280; Chem. Abs. 1.953, 47, 3.262) y 3-clorobencenosulfonilcarbamato de metilo. Las composiciones que contienen sales de 3,4-diclorobencenosulfonilcarbamato de etilo, o de 2,3,4-triclorobencenosulfonilcarbamato de etilo, pueden usarse mediante aplicación post-emergencia - para controlar además de Charlock, Fat Hen (*Chenopodium Album*), Polygonum sp, Rabano silvestre (*Raphanus raphanistrum*), Manzanilla loca (*Matricaria inodora*), Margarita del trigo (*Chrysanthemum segetum*) y Amor de hortelano (*Galium aparine*) en cultivos cereales. Las composiciones que contienen sales de 2-nitrobencenosulfonilcarbamato de etilo, pueden utilizarse para controlar Polygo-
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



297300

- num sp. (tal como Poligono trepador (*Polygonum convulvulus*) y Pimentilla (*Polygonum persicaria*)) además de Mostaza de los campos en cultivos de vegetales, por aplicación de post-emergencia. Las composiciones que
5. contienen sales de 3-clorobencenosulfonilcarbamato de metilo, además de utilizarse para el control, post-emergencia de Mostaza de los campos en cultivos de cereales pueden emplearse para el control de Mostaza de los campos y Manzanilla loca en cultivos de tirabeques, por aplicación pre-emergencia. Las dosis necesarias y la época y modo de aplicación varían de acuerdo con la naturaleza de la planta o plantas a controlar, el cultivo, y el efecto deseado. En general, teniendo en cuenta estos factores se obtienen buenos resultados con dosis de material activo de 2 a 11 kg por hectarea (expresado en estér correspondiente).
- 10.
- 15.

- Las sales de esteres sulfonilcarbámicos de este invento, pueden prepararse por métodos conocidos para la preparación de sales de metales alcalino-terreos de esteres bencenosulfonilcarbámicos (por la denominación "métodos conocidos" se indican métodos anteriormente utilizados o descritos en la literatura de la especialidad). La preparación de los esteres sulfonilcarbámicos correspondientes, de fórmula general I se describe detalladamente en la Memoria de la Patente principal nº 280.583 de los mismos solicitantes.
- 20.
- 25.

- Las sales de metal alcalino-terreo, tales como sales de calcio y magnesio, pueden prepararse adecuadamente tratando el estér sulfonil carbámico correspondiente, de fórmula I, con una cantidad estequiométrica,
- 30.

297000



- trica de derivado apropiado de un metal alcalino terreo, tal como un óxido, hidroxido o carbonato. La reacción se aplica con preferencia en un medio disolvente inerte adecuado, tal como agua o un alcohol alifático inferior, por ejemplo metanol. La sal formada puede aislarse por filtración o decantación, si es necesario despues de concentrar su solución, o por la eliminación completa del disolvente por los métodos corrientes, tales como evaporación, si se desea a presión reducida. La sal del ester sulfonilcarbámico, puede "desprenderse" de su solución, especialmente en solución acuosa, por la adición de una sal que introduzca una nueva cantidad del mismo cation. Se ha comprobado que el procedimiento de depósito citado, proporciona resultados especialmente buenos. Aunque el producto aislado puede contener una proporción de la sal añadida para "depositar la sal del ester sulfonilcarbámico, esto no constituye un inconveniente serio, ya que puede obtenerse un producto normalizado por la adición de una nueva proporción de la sal. Desde luego, es conveniente que esta sal no tenga por si misma propiedades desfavorables para la regulación del crecimiento de las plantas.

- Las sales de metal alcalino terreo de este res sulfonilcarbámicos de formula I, poseen ventajas en uso, con respecto a los esteres sulfonilcarbámicos verdaderos, ya que son más fácilmente compatibles con sales de otros compuestos conocidos, herbicidamente activos, tales como los ácidos fenoxi-alcanoicos en los que el uso de sales se prefiere por consideracio-



297000

- nes de fitotoxicidad con respecto a los cultivos. Algunas de las sales de esteres sulfonil carbamicos de formula I, poseen la ventaja, con respecto a los verdaderos esteres sulfonilcarbámicos, de formar facilmente -
5. soluciones acuosas sencillas, sin necesidad de incorporar un agente de mojadura, dispersión o emulsionado - (como es necesario para proporcionar composiciones pulverizables de los verdaderos esteres sulfonilcarbámicos. Además, estas soluciones sencillas de las sales,
10. han mejorado las propiedades herbicidas selectoras, - con respecto a determinadas combinaciones intrusas cultivos, en comparación con composiciones del ester sulfonilcarbámico correspondiente que contengan un agente de mojadura dispersión o emulsionado. Debe tenerse presente que la denominación "sal del ester sulfonilcarbámico" se utiliza en toda esta Memoria para indicar sales de metales alcalino terreo de esteres sulfonilcarbámico de formula I, salvo indicación en contrario.

- Las sales de metal alcalino terreo de los esteres sulfonilcarbámico de fórmula I, en los que R representa un grupo alilo o 2-metoxietilo, y las en que R representa un grupo metilo o etilo, m y n son 0 e Y representa un grupo mono-alquilamino inferior, un grupo dialquilamino inferior o un grupo N-alquilformilamino inferior en la posición 4, son nuevos compuestos, lo mismo que las sales de metal alcalino terreo de p-nitrobencenosulfonilcarbamato de metilo, p-aminobencenosulfonilcarbamato de metilo, p-metoxicarbonilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo, 2,3,4-triclorobenceno sulfonilcarbamato de etilo y 3-clorobenceno-
- 20.
- 25.
- 30.



297000

sulfonilcarbamato de metilo, y por tanto, la preparación de estas sales forma parte de este invento.

Los Ejemplos siguientes aclaran este invento.

5. EJEMPLO 1 -

Una mezcla de 6,5 g de p-nitrobencenosulfonilcarbamato de metilo (preparado como se describe en el procedimiento E de la Memoria de la Patente nº 280.583), 1,25 g. de carbonato calcico y 30 ml de agua, se mantiene a 30-40°C, con agitación frecuente, hasta obtener una solución que luego se filtra a través de "Hyflo" y se seca por congelación, proporcionando la sal de calcio de p-nitrobencenosulfonilcarbamato de metilo, en forma de sólido amarillo pálido que se descompone por encima de 280°C después de iniciarse la fusión parcial a 135°C y que tiene una solubilidad en agua >20 %, a 20-25°C.

EJEMPLO 2 -

Una mezcla de 6,5 g. de p-nitrobencenosulfonilcarbamato de metilo (preparado como se describe en el Ejemplo 1), 0,5 g. de óxido de magnesio y 80 cc. de agua, se mantiene a 30-40°C con frecuente agitación, hasta obtenerse una solución, que luego se filtra a través de "Hyflo" y se seca por congelación, proporcionando la sal de magnesio de p-nitrobencenosulfonilcarbamato de metilo en forma de sólido ligeramente amarillo que se descompone por encima de 280°C después de iniciarse la fusión parcial a 135°C, y que tiene una solubilidad en agua >20 % a 20-25°C.

30.



297000

EJEMPLO 3 -

- Una mezcla de 5,75 g. de p-aminobencenosulfonilcarbamato de metilo (preparado como se describe en el procedimiento F de la Memoria de la Patente nº 280.583), 1,25 g. de carbonato calcico y 30 cc. de agua, se mantiene a 30-40°C con agitación frecuente, hasta obtener una solución. Esta solución se filtra a través de "Hyflo" y se seca por congelación proporcionando la sal de calcio de p-aminobencenosulfonilcarbamato de metilo en forma de sólido blanco que se descompone con carbonización a 320°C y tiene una solubilidad en agua >20 % a 20-25°C.
- 5.
- 10.

EJEMPLO 4 -

- Se procede como se indica en el Ejemplo 3, pero empezando con 5,75 g. de p-aminobencenosulfonilcarbamato de metilo (preparado como se describe en el Ejemplo 3), 0,5 g. de óxido de magnesio y 30 cc. de agua; se obtiene la sal de magnesio de p-aminobencenosulfonilcarbamato de metilo en forma de sólido blanco que se carboniza a 300°C después de fusión parcial por encima de 60°C, y que tiene una solubilidad en agua >20 % a 20-25°C.
- 15.
- 20.

EJEMPLO 5 -

- Se procede como en el Ejemplo 3 pero se empieza con p-metoxicarbonilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo, y una cantidad equivalente de óxido de magnesio o carbonato calcico; puede obtenerse la sal cálcica o magnésica de p-metoxicarbonilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo.
- 25.

30.



297000

EJEMPLO 6 -

- Se sacuden juntos 8,1 g. (0,3 mol) de 4-N-metilformilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo (preparado como se describe en el procedimiento g. de la Memoria de la Patente nº 280.583), 0,015 mol de óxido calcico, y 60 cc. de agua, y la solución obtenida se filtra a través de "Hyflo". Secado por congelación, -
5. el filtrado proporciona la sal de calcio de 4-N-metilformilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo, en forma de solido blanco, punto de fusión 167-170°C (descomposición), que tiene una solubilidad en agua >20 % a 20-25°C.
- 10.

EJEMPLO 7 -

- Se procede como en el Ejemplo 6, pero substituyendo el óxido de calcio por el óxido de magnesio (0,015 mol); se obtiene la sal de magnesio de 4-N-metilformilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo, en forma de solido blanco, punto de fusión 179-186°C (descomposición), que tiene una solubilidad en agua >20 % a 20-25°C.
- 15.
- 20.

EJEMPLO 8 -

- Se procede como en el Ejemplo 6. pero se empieza con p-metilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo (6 g; 0,025 ml) (preparado como se describe en el procedimiento I de la Memoria de la Patente 280.583), óxido de calcio (0,0125 mol) y 60 cc. de agua; se obtiene la sal de calcio de 4-metilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo, en forma de un solido blanco punto de fusión 192-196°C (descomposición) que tiene una solubilidad en agua >20 % a 20 - 25°C.
- 25.
- 30.



297000

EJEMPLO 9 -

- Se procede como en el Ejemplo 8, pero substituyendo el óxido de calcio por óxido de magnesio (0,0125 mol); se obtiene la sal de magnesio de 4-metilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo en forma de sólido blanco, punto de fusión 326°C (después de - descomposición por encima de 250°C), que tienen una solubilidad en agua >20 % a 20-25°C.

EJEMPLO 10 -

10. Una solución acuosa de la sal de calcio de p-nitrobencenosulfonilcarbamato de metilo se - utiliza, post-emergencia, a razón de 4,5 kg de material activo (expresado en bencenosulfonilcarbamato) en 225 litros de agua por hectarea, para rociar remolacha azucarera infestada con Avena loca y Manzanilla loca, y otras intrusas de hoja ancha, para proporcionar el control satisfactorio de estas plantas sin perjuicio apreciable para el cultivo.

EJEMPLO 11 -

20. Una solución acuosa de la sal de magnesio de p-nitrobencenosulfonilcarbamato de metilo, se utiliza post-emergencia a razón de 4,5 kg de material activo (expresado en bencenosulfonilcarbamato) en 225 litros de agua por hectárea, para proporcionar el control satisfactorio de Avena loca y Polygonum sp. Manzanilla loca y otras hierbas de hoja ancha en guisantes sin perjuicio apreciable para el cultivo.

EJEMPLO 12 -

30. Una mezcla de una solución acuosa de la sal de calcio de p-nitrobencenosulfonilcarbamato

297000



- de metilo con 3-amino-1,2,4-triazol, se utiliza a razón de 2,25 kg de material activo (expresado en bencenosulfonilcarbamato) del primero y 4,5 kg de material activo del segundo en 1.100 litros de agua por hectárea, en terreno barbechado para el control de hierbas anuales y perennes tales como Carricera, Echinochloa, Crabgrass y hierbas anuales y perennes de hoja ancha, tal como Canadá Thistle, y Rumex sp. y Polygonum sp.
- 5.

EJEMPLO 13 -

10. Se muelen finamente 20 g de la sal de calcio de p-nitrobencenosulfonilcarbamato de metilo y se mezclan con 80 g de arcilla attapulgita. La mezcla se granula por el procedimiento corriente para obtener gránulos de 2 a 5 mm. de diámetro, que se usan pre-emergencia a razón de 22,5 kg. de gránulos por hectárea, en los cultivos de remolacha azucarera, para el control satisfactorio de Annual Meadow Grass, Avena loca, Carricera, Fat Hen, Mayweed y Polygonum species. Los granulos pueden dispersarse en la superficie total o parcial del terreno.
- 15.
- 20.

EJEMPLO 14 -

- La sal de calcio de p-aminobencenosulfonil carbonato de metilo, se aplica en forma de solución al 0,8 % peso/volumen que contenga 0,8 % de Texofor FN 11 (un condensado de óxido de etileno con alquil-fenoles) en forma de pulverización dirigida entre las hiladas de arboles de jardín, a razón de 570 litros por hectárea, para controlar especies de Echinochloa, Eleusine, Diginaria y Setaria.
- 25.
- 30.



297301

EJEMPLO 15 -

- Una solución acuosa de la sal de calcio de p nitrobencenosulfonilcarbamato de metilo, se utiliza post-emergencia, a razón de 4,5 kg de material activo, (expresado en bencenosulfonilcarbamato) en 570 litros de agua por hectárea, para el control satisfactorio de Avena loca y Manzanilla loca, en cultivos de patatas, sin deterioro apreciable para las cosechas.

10. EJEMPLO 16 -

- Una solución acuosa de la sal de magnesio de p-nitrobencenosulfonilcarbamato de metilo, se usa por aplicación post-emergencia, a razón de 2,25 kg de material activo (expresado al estado de bencenosulfonilcarbamato) en 225 litros de agua por hectárea para proporcionar el control satisfactorio de Goose Grass y Craggrass en cultivos de hoja, sin deterioro apreciable para las cosechas.

EJEMPLO 17 -

20. Una solución acuosa de la sal de calcio de p -aminobencenosulfonilcarbamato de metilo se utiliza por aplicación post-emergencia a razón de 2,25 kg de material activo (expresado al estado de bencenosulfonilcarbamato) en 225 litros de agua por hectarea, para proporcionar el control satisfactorio de Avena loca, Polygonum sp. Carricera, y Mostaza de los campos en cultivos de linaza sin deterioro apreciable para esta planta.

EJEMPLO 18 -

30. Una solución acuosa de la sal de calcio de p-



297300

- metoxicarbonilaminobencenosulfonilcarbamato de metilo, se utiliza, por aplicación post-emergencia a razón de 4,5 - kg. de material activo (expresado al estado de benceno - sulfonilcarbamato) en 225 litros de agua que contengan -
5. 0,025 % (peso/volumen) de Manoxol N (di-nonyl sulfonato de sodio) por hectarea, para proporcionar el control satisfactorio de Crabgrass y Barnyard Grass en cultivos de algodón y soja sin deterioro apreciable para estas plantas.

10. EJEMPLO 19 -

- Una solución acuosa de la sal de magnesio de p-N-metilformilaminobencenosulfonilcarbamato, se utiliza por aplicación post-emergencia, a razón de 4,5 kg de material activo (expresado al estado de bencenosulfonilcarbamato) en 225 litros de agua por hectá -
15. rea, para proporcionar un control satisfactorio de - Espiguilla, Amor de hortelano y Crabgrass en cultivos - de algodón sin deterioro apreciable para la planta.

EJEMPLO 20 -

20. Una solución acuosa de la sal de magnesio de p-metilaminobencenosulfonilcarbamato se utiliza por aplicación de post-emergencia a razón de 2,25 kg de material activo (expresado al estado de bencenosulfonilcarbamato) en 225 litros de agua, por hectarea para pro -
25. porcionar el control satisfactorio de Espiguilla, Amor de hortelano y Crabgrass en cultivos de algodón, sin de - terioro apreciable para esta planta.

EJEMPLO 21 -

30. Una solución acuosa de la sal de magnesio de p-N-metilformilaminobencenosulfonilcarbamato



297300

- de metilo se utiliza por aplicación post-emergencia a razón de 4,5 kg de material activo, (expresado al estado de bencenosulfonilcarbamato) en 225 litros de agua por hectárea para proporcionar el control satisfactorio de Espiguilla, Aconito y Polygonum, sp. en white clovers sin deterioro apreciable para el cultivo.
- 5.

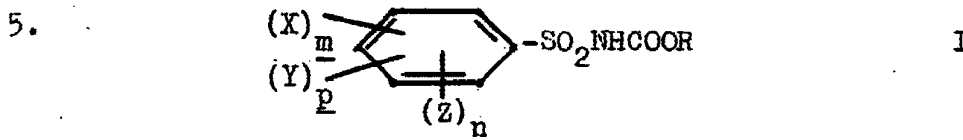
N O T A

- 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. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de ler. Certificado de Adición presentado en Inglaterra con fecha 28 de febrero de 1.963 bajo el nº 8183/63 acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita ler. Certificado de Adición por 20 años, en España "Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 280.583, concedida el 9 de octubre de 1.962, por "Procedimiento para la obtención de composiciones herbicidas", caracterizándose por lo siguiente:
- 10.
- 15.
- 20.
25. 1ª.- "Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 280.583, concedida el 9 de octubre de 1.962, por "Procedimiento para la obtención de composiciones herbicidas", composiciones que se obtienen mezclando por lo menos un compuesto herbicidamente activo con uno o más diluyentes o agentes de superficie
- 30.

297000



activa, compatibles, adecuados para usarse en composiciones herbicidas, caracterizadas por mezclar el diluyente o agente de superficie activa con un ester bencenosulfonilcarbámico de fórmula general



- en la que X representa un átomo halógeno, con preferencia un átomo de cloro, Y representa un grupo nitro, amino primario, mono- o di-alquilamino inferior, mono-acilamino inferior, N-alquilformilamino inferior o mono-alcoxycarbonilamino inferior, Z representa un grupo metilo R representa un grupo metilo, etilo, alilo o 2-metoxietilo, m representa 0, 1, 2, 3 o 4, n representa 0 o 1 y p representa 0 o 1 siendo por lo menos igual a 1 la suma de m, n y p.
- 10.
- 15.

2ª.- Mejoras según reivindicación 1ª, caracterizado porque se mezcla la sal de metal alcalino-térreo con un diluyente y un agente de superficie activa.

- 20.
- 3ª.- Mejoras según reivindicaciones 1ª o 2ª, caracterizadas porque las proporciones relativas de la sal de metal alcalino-térreo, el diluyente y el agente de superficie activa, son tales que se obtiene un concentrado que precisa la dilución antes de usarse como herbicida.
- 25.

4ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas porque el diluyente es distinto de un aceite animal, vegetal o mineral, y contiene un agente de superficie activa.

- 30.
- 5ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindi

297000

caciones anteriores, caracterizado porque m y n representan, 0, ambas; p representa 1 y el substituyente Y se encuentra en la posición 4 y, con preferencia R es un grupo metilo.

5. 6ª.- Mejoras según reivindicación 5ª, caracterizada porque Y representa un grupo nitro, un grupo amino primario, un grupo mono-alquilamino inferior, especialmente un grupo metilamino, un grupo N-alquilformilamino inferior, especialmente N-metilformilamino, o un grupo mono-alcoxicarbonilamino inferior, especialmente metoxicarbonilamino.

10. 7ª.- Mejoras según reivindicación 6ª, caracterizada porque los herbicidas contienen una sal de metal alcalino-térreo de metil p-nitrobencenosulfonilcarbamato, metil p-aminobencenosulfonilcarbamato, metil p-metoxicarbonilaminobencenosulfonilcarbamato, metil p-metilaminobencenosulfonilcarbamato, o metil p-N-metilformilaminobencenosulfonilcarbamato.

20. 8ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizada porque la sal de metal alcalino-térreo es una sal de etil 3,4-diclorobencenosulfonilcarbamato, etil 2-nitrobencenosulfonilcarbamato, etil 2,3,4-triclorobencenosulfonilcarbamato, o metil 3-clorobencenosulfonilcarbamato.

25. 9ª.- Mejoras según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizadas por mezclar en la composición por lo menos otro herbicida además de la sal de metal alcalino de un ester sulfonilcarbámico de fórmula I.

30. 10ª.- Mejoras según reivindicaciones anteriores

297000



especialmente procedimiento para la preparación de una sal de metal alcalino-térreo de un ester sulfonilcarbámico de fórmula I, en el que R representa un grupo alilo o 2-metoxietilo, caracterizadas por tratarse el ester sulfonilcarbámico correspondiente, con un óxido, hidróxido o carbonato del metal alcalino-térreo.

5.

11^a.- Mejoras según reivindicaciones 1^a a 9^a, especialmente procedimiento para la preparación de una sal de metal alcalino-térreo de un ester sulfonilcarbámico de fórmula I, en el que m y n representan O e Y representa un grupo monoalquilamino inferior, un grupo di-alquilamino inferior, o un grupo N-alquilformilamino inferior en la posición 4, caracterizadas por tratarse el ester sulfonilcarbámico correspondiente con óxido, hidróxido o carbonato del metal alcalino-térreo.

10.

15.

12^a.- Mejoras según reivindicación 1^a a 9^a, especialmente procedimiento para la preparación de una sal de metal alcalino-térreo, de metil p-nitrobencenosulfonilcarbamato, metil p-aminobencenosulfonilcarbamato, metil p-metoxicarbonilaminobencenosulfonilcarbamato, metil p-metilaminobencenosulfonilcarbamato, metil p-N-metilformilaminobencenosulfonilcarbamato, etil 2,3,4-triclorobencenosulfonilcarbamato, o metil 3-clorobencenosulfonilcarbamato, caracterizadas por tratarse el ester sulfonilcarbámico correspondiente, con un óxido, hidróxido o carbonato del metal alcalino-térreo.

20.

25.

13^a.- Mejora según cualquiera de las reivindicaciones 10^a a 12^a caracterizado, porque la sal de metal alcalino-térreo se hace precipitar por la adición de metal alcalino-térreo adecuado.

30.

297000



14ª.- "Mejoras introducidas en el objeto de la patente principal nº 280.583, concedida el 9 de octubre de 1.962, por "Procedimiento para la obtención de composiciones herbicidas"; tal y como queda substantialmente descrita en la presente Memoria.

5.

Esta memoria consta de ventiseis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

MAY & BAKER LIMITED,

J. GOMEZ ACEBO Y MODESTO

R.A.

28 FEB 1964