

PATENTE DE INVENCION

P.D. File 5300-943.

304299



Memoria Descriptiva
sobre

"Procedimiento de producción de una composición herbicida"

Solicitante: ALLIED CHEMICAL CORPORATION, entidad norteamericana, residente en 61, Broadway, New York 6, New York, - EE.UU. de A.

Esta invención se relaciona con herbicidas y composiciones herbicidas y con su empleo en control o destrucción de vegetación indeseada.

Es un objeto de la invención proporcionar
5. herbicidas y composiciones herbicidas capaces de -



304299

- efectuar un control extenso y de larga duración de -
vegetación indeseable, incluyendo el exterminio de
raíces vegetales y de brotes en el momento de su apa-
rición o poco después, y en general para el control
5. no selectivo de plantas monocotiledóneas y dicotile-
dóneas y particularmente para la desfoliación o ex-
terminio no selectivo de matas y árboles.

- La invención se basa en el descubrimiento
de que los trihidratos y monohidratos de pentafluoro
10. cloroacetona, CF_3COCF_2Cl y exafluoroacetona, CF_3COCF_3 ,
tienen excelentes propiedades herbicidas. En general,
estos compuestos pueden producirse mediante el con-
tacto, preferiblemente como únicos reactivos, de pen-
tafluorocloroacetona o exafluoroacetona y agua en fa-
15. se líquida y en cantidad equivalente por lo menos a
un mol de agua por mol de cetona fluorada, preferi-
blemente en un medio de reacción consistente en la
cetona fluorada y agua, y mientras se mantiene la
temperatura a un nivel tal que todo agua libre pre-
20. sente se encuentre en fase líquida. Bajo condiciones
normales, la pentafluorocloroacetona es un compuesto
gaseoso que tiene un punto de ebullición de $+8^{\circ}C$ y
un punto de fusión de $-133^{\circ}C$, y la exafluoroacetona
es un compuesto gaseoso que tiene un punto de ebulli-
25. ción de $-27^{\circ}C$ y un punto de fusión de $-129^{\circ}C$. Los si-
guientes ejemplos ilustran la producción de los mono-
hidratos y trihidratos de exafluoroacetona.

EJEMPLO A.

- El aparato empleado incluía un matraz de
30. cuello único provisto de un agitador magnético y en

304299



- la parte superior del cuello de un dedo frío de -
hielo seco-acetona. Los reactivos entrantes carga-
dos consistieron en agua y exafluoroacetona. Se in-
trodujeron aproximadamente 92,5 gramos (5,144 mo-
les) de agua en el matraz. Con agitación constante
5. del contenido del matraz, se introdujo vapor de exa-
fluoroacetona en el dedo frío en el cual se conden-
só y del que cayó en forma líquida en el agua. Du-
rante un periodo de unas 6 horas, se introdujeron
10. así en el matraz unos 577 gramos (3,48 moles) de
exafluoroacetona, que fueron absorbidos en el agua.
durante la adición de la exafluoroacetona, el conte-
nido del matraz se calentó hasta unos 40°C. En esta
etapa, el matraz contenía aproximadamente 680 gra-
15. mos de material líquido y la relación molar entre -
exafluoroacetona y agua era de 1:1, 48 aproximada -
mente. Se dividió el contenido del matraz en dos -
fracciones aproximadamente iguales, cada una de las
cuales contenía aproximadamente 1,74 moles de exa -
20. fluoroacetona y aproximadamente 2,57 moles de agua.
A la primera fracción de 344 gramos aproximadamen -
te, se agregaron 157 gramos (0,95 mol) de exafluoro
acetona adicionales de la manera anteriormente des-
crita, en un adecuado matraz equipado con un dedo -
25. frío; cuando esta cantidad se hubo añadido, no fué
absorbida mas. La temperatura en el matraz era apro-
ximadamente de 15 a 30°C. El contenido del matraz
comprendía una masa ligeramente húmeda compuesta de
cristales sólidos blancos y largos a modo de agujas,
30. que contenían exafluoroacetona y agua en una rela -

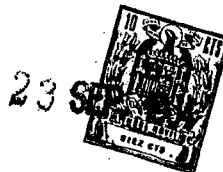
304299



- ción molar de 2,69:2,57 aproximadamente y con un punto de fusión de unos 40°C, constituidos por el monohidrato, $\text{CF}_3\text{COCF}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. El cuello del matraz se conectó a una columna de destilación provista de una cabeza enfriada. Al calentar el contenido del matraz gradualmente hasta una temperatura final del recipiente algo inferior a 105°C, los sólidos se fundieron a unos 40°C y se destiló un gas que al condensarse en una trampa de hielo seco dió aproximadamente 196 gramos (1,18 moles) de líquido blanco acuoso. El gas descargado de la columna de destilación durante la destilación fué sometido a análisis infrarrojo, que mostró el grupo C=O y por otra parte el espectro conocido de la exafluoroacetona. El condensado obtenido al enfriar el gas fué destilado en una operación separada y resultó tener el punto de ebullición de la exafluoroacetona anhidra, -27°C.
- 5.
- 10.
- 15.

- Cuando la descarga de exafluoroacetona de la parte superior de la columna de destilación cesó, se puso aquella al reflujo mantenido a 105°C. Tras la retirada de producto de la columna, la temperatura, incluyendo la del recipiente, permaneció a unos 105°C, durante toda la operación de destilación hasta que el recipiente quedó sustancialmente seco y vacío. Durante la destilación se produjo un gas que al condensarse a la temperatura ambiente aproximadamente, dió unos 146 gramos (0,65 mol) de líquido blanco acuoso. Este último fué analizado por resonancia magnética nuclear y resultó contener un 52,95 % en peso de fluor y un 2,68 % de hidrógeno, siendo los corres
- 20.
- 25.
- 30.

304299



- pondientes valores teóricos para el $\text{CF}_3\text{COCF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ del 51,8 y 2,73 %. Los valores observados indican aproximadamente un 71,1 % de exafluoroacetona y un 24,1 % de H_2O , frente a los valores teóricos del 75,5 y 24,5 %
5. aproximadamente, y respectivamente. En la fórmula $\text{CF}_3\text{COCF}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$, x, calculado sobre la base del análisis con hidrógeno, es igual a 2,92 moles y sobre la base del análisis con fluor es igual a 2,73 moles. El espectro de absorción infrarroja mostró la ausencia de
 10. agua libre; la ausencia de grupo carbonilo, mostrando que no se hallaba presente ninguna cetona sin combinar; la presencia de átomos de fluor; la presencia de grupos hidroxilos; y que el material era un compuesto simétrico con unión de hidrógeno mediante los átomos de
 15. oxígeno. Para demostrar mas precisamente lo que se considera como su estructura, el compuesto puede formularse así: $\text{CF}_3 \cdot \text{C}(\text{OH})_2 \cdot \text{CF}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, estando enlazadas dos moléculas de agua por unión de hidrógeno. Además, se recuperó cuantitativamente exafluoroacetona destilando
 20. una muestra del producto en presencia de ácido sulfúrico concentrado. Así, al calentarse, el monohidrato cristalino sustancialmente sólido, $\text{CF}_3\text{COCF}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, desproporcionó a la exafluoroacetona, CF_3COCF_3 , y a la exafluoroacetona trihidrato, $\text{CF}_3\text{COCF}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, que bajo
 25. condiciones normales es un líquido blanco acuoso que constituye un compuesto definido, estable y destilable que tiene un punto de ebullición de 105°C . aproximadamente, mezclable con agua en todas las proporciones y con una gravedad específica a 25°C de 1,6 aproximada
 30. mente, y un punto de fusión de -11°C aproximadamente.

304299



EJEMPLO B.

- A la segunda fracción del ejemplo A, es decir aproximadamente 336 gramos de material líquido con teniendo aproximadamente 1,74 moles de exafluoroacetona y aproximadamente 2,57 moles de agua a una temperatura ambiente, se añadieron unos 46 gramos (2,56 moles) de agua. El resultado fué un líquido blanco acuoso que contenía exafluoroacetona y agua en una relación molar de 1,74 a 5,13 aproximadamente, correspondiente al trihidrato, $CF_3COCF_3 \cdot 3H_2O$. Este licor fué destilado y hervido constantemente a unos 105°C hasta que el recipiente quedó sustancialmente seco y vacío, demostrando que el destilado era el mismo que el residuo del recipiente destilado a unos 105°C en el ejemplo A. El análisis infrarrojo del destilado del ejemplo B mostró que era igual al trihidrato de exafluoroacetona producido en el ejemplo A. Además, el resto de material del ejemplo B y la ausencia de agua libre en el espectro infrarrojo proporcionaron una prueba adicional de que el producto del ejemplo B era $CF_3COCF_3 \cdot 3H_2O$.

Los siguientes ejemplos ilustran la producción del monohidrato y trihidrato de pentafluorocloroacetona.

25. EJEMPLO C.

- Se condensaron unos 195 gramos de pentafluorocloroacetona en un matraz enfriado en una mezcla de hielo seco y acetona. Se añadieron gradualmente unos 18 gramos de agua a la pentafluorocloroacetona a una temperatura algo superior a 0°C; cuando se hubo añadido



304299

- todo el agua, se formó en el matraz una masa ligeramente húmeda compuesta de cristales sólidos blancos que contenían pentafluorocloroacetona y agua en una relación molar de 1,07:1, correspondiente sustancialmente al monohidrato, $CF_3COCF_2Cl \cdot H_2O$. Este material resultó tener un p.f. de 26,0 a 26,5°C. El cuello del matraz se conectó a una columna de destilación provista de una cabeza enfriada. Al calentar el contenido del matraz a algo menos de unos 105°C, los sólidos se fundieron a poco más de 26 a 27°C. y se destiló un gas que al condensarse en una trampa de hielo seco, dió aproximadamente 112 gramos de líquido blanco acuoso. El análisis infrarrojo de este último mostró que el grupo C=O y el espectro por otra parte conocido de pentafluorocloroacetona, y el material hirvió a +8°C, el p.e. de la pentafluorocloroacetona anhidra. Cuando la descarga del gas desde la parte superior de la columna de destilación cesó, aquella se puso al reflujo mantenido a unos 105-106°C. Al retirar más producto vaporoso de la columna, la temperatura, incluyendo la del recipiente, permaneció a 105-106°C aproximadamente, durante la destilación, hasta que el recipiente quedó sustancialmente seco y vacío. En el curso de la destilación se produjo un gas que al condensarse a temperatura ambiente aproximadamente, dió unos 81 gramos de líquido blanco acuoso. Sobre la base de que la adición inicial de agua a la pentafluorocloroacetona formó monohidrato de pentafluorocloroacetona, que durante el calentamiento y destilación fué desproporcionado a pentafluorocloroacetona y su trihidrato, la recuperación de 112 gramos
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

3042992



- de pentafluorocloroacetona admitió una comparación con la recuperación teórica de 121 gramos, indicando una pequeña pérdida de cetona. Sobre la base del agua cargada, el licor de constante p.e. de 105-106°C sería -
5. $\text{CF}_3\text{COCF}_2\text{Cl} \cdot 2,8\text{H}_2\text{O}$. El análisis de resonancia magnética nuclear instrumental de fluor del licor de ebullición constante, mostró un 39,8% en peso frente al 40,2 % en peso requerido para el $\text{CF}_3\text{COCF}_2\text{Cl} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Basado en el resto de material, el análisis de fluor y la característica de ebullición constante, se estableció el condensado final como el compuesto definido trihidrato de pentafluoromonocloroacetona, $\text{CF}_3\text{COCF}_2\text{Cl} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$.
- 10.

EJEMPLO D.

- Se reaccionaron aproximadamente 36 gramos -
15. (2,0 moles) de agua y unos 400 gramos (2,2 moles) de pentafluorocloroacetona de manera sustancialmente - igual a la del ejemplo C. Se formó en el matraz una masa ligeramente húmeda de cristales sólidos, sustancialmente iguales a los del ejemplo C, con un p.f. de 26°C
20. aproximadamente y conteniendo pentafluorocloroacetona y agua en una relación molar de 1,1:1 aproximadamente, correspondiendo sustancialmente al $\text{CF}_3\text{COCF}_2\text{Cl} \cdot \text{H}_2\text{O}$. Esta masa fué sometida a calentamiento y destilación sustancialmente como en el ejemplo C y se recuperaron -
25. aproximadamente 260,8 gramos de material que hirvió a 48°C, es decir pentafluorocloroacetona, y aproximadamente 163 gramos de material que hirvió a 105,5°C. Durante la recuperación de la última fracción la temperatura del recipiente se mantuvo constantemente a unos -
30. 105°C, el material fué estable durante toda la destila

3 4299



- ción, que se continuó hasta que el recipiente quedó sustancialmente seco y vacío. Sobre la base del agua y la pentafluorocloroacetona inicialmente cargados, los 261 gramos de la fracción que hirvió a $+8^{\circ}\text{C}$ recuperada admite una comparación con la recuperación teórica de pentafluorocloroacetona de unos 279 gramos. El espectro de absorción infrarroja de la fracción de ebullición constante mostró la ausencia de agua libre; la ausencia de grupo carbonilo, mostrando que no se hallaba presente -
5. ninguna cetona sin combinar; la presencia de átomos de fluor; y la presencia de una absorción de hidroxilo relativamente amplia de 0,3 micra en la gama de 3 micras. Todo esto muestra la presencia de un compuesto y no una mezcla de pentafluorocloroacetona monohidrato y agua. -
10. Como la fracción de 105°C y hierve constantemente a dicha temperatura, tiene que ser un compuesto definido o un azeotropo. No es un azeotropo porque el análisis espectral infrarrojo muestra la ausencia de agua libre. - Además, si el producto fuese un azeotropo, entonces la
15. curva de absorción infrarroja sería la misma que la del monohidrato. Tal no es el caso, mostrando las curvas infrarrojas que el monohidrato absorbe a 9,4 micras y que los máximos de absorción del trihidrato (fracción de 105°C) varían, absorbiendo el trihidrato a 9,24 micras. -
20. Los datos infrarrojos y los restos de material establecen dos compuestos definidos y diferentes, es decir - $\text{CF}_3\text{CCCF}_2\text{Cl}\cdot\text{H}_2\text{O}$ y $\text{CF}_3\text{COCF}_2\text{Cl}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$. La probable estructura del trihidrato es $\text{CF}_3\cdot\text{C}(\text{OH})_2\cdot\text{CF}_2\text{Cl}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$, fijándose 2 moléculas de agua por enlace hidrogenado. Luego, al ca-
25. lentar, se formó el monohidrato cristalino sustancial -
- 30.



304299

- mente sólido a partir de cantidades sustancialmente -
equimolares de agua y pentafluorocloroacetona despro-
porcionada en pentafluorocloroacetona y su trihidra -
to. Bajo condiciones normales, esta última es un lí -
quido blanco acuoso que constituye un compuesto defi-
nido, estable y destilable que tiene un p.e. de 105-
106°C, mezclable con agua en todas las proporciones y
con una gravedad específica a 25°C de 1,63 aproximada
mente, y un p.f. de -5°C aproximadamente.
5. EJEMPLO E.
- Se introdujeron en un matraz enfriado en
hielo húmedo, unos 23,5 gramos (0,1 mol) del producto
pentafluoromonocloroacetona trihidrato del ejemplo D
(p.e. 105°C). Se burbujearon aproximadamente 41 gramos
15. (0,23 mol) de pentafluorocloroacetona gaseosa en el
trihidrato líquido. Al terminar la alimentación de pen-
tafluorocloroacetona, el contenido del matraz incluía
una masa ligeramente húmeda, sustancialmente igual a
la del ejemplo D, conteniendo pentafluorocloroacetona
20. y agua en una relación molar de 0,33:0,30. La resultan-
te masa fué calentada suavemente a menos de 30°C apro-
ximadamente y se vaporizaron y recuperaron unos 7,5 -
gramos de material identificado por análisis infrarrojo
como pentafluorocloroacetona. El residuo recuperado
25. en el matraz era un material sólido cristalino blanco
y relativamente seco en una cantidad de 57 gramos, -
siendo la cantidad de pentafluorocloroacetona monohi-
drato teóricamente recuperable de 60 gramos aproxima-
mente. El p.f. del material sólido fué aproximadamente
30. 26,5°C. El análisis espectral de absorción infrarroja

304299



mostró la ausencia de agua libre; la ausencia de grupo carbonilo, mostrando que no se hallaba presente ninguna cetona sin combinar; la presencia de átomos de fluor, y la presencia de una absorción hidroxilo relativamente estrecha, de 0,1 micra, en la gama de 3 micras. La estructura probable es $CF_3.C(OH)_2.CF_2Cl$. El material absorbe a 9,4 micras frente a las 9,24 micras del trihidrato de los ejemplos C y D. El análisis infrarrojo y el resto de material establecen al producto como pentafluorocloroacetona monohidrato.

Como queda indicado, la presente invención comprende el uso de los anteriores compuestos como herbicidas y también composiciones herbicidas que los contengan. Para este fin, son preferibles los trihidratos líquidos, especialmente el trihidrato de exafluoroacetona.

Aunque son útiles como herbicidas selectivos, las composiciones herbicidas de la invención son predominantemente útiles como herbicidas no selectivos para el control de variedades de plantas de hoja ancha o dicotiledóneas establecidas, tales como la pimienta de agua, nabo silvestre, valerianela, correhuela, cardo canadiense y ortiga llanten de hoja ancha; el control de plantas monocotiledóneas y hierbas establecidas y mas perniciosas tales como el vallico, cola de zorra, digitarias y juncia, hierba johnson, pata de gallo, hierba de cespéd y especies panicum; y mas particularmente para la desfoliación no selectiva o exterminio de matorros y árboles. También son útiles para proporcionar una rápida y complementaria acción herbicida



304299

cuando se emplean en combinación con herbicidas de acción mas lenta.

- Aunque los trihidratos líquidos pueden aplicarse directamente, como por pulverización, al área a
5. tratar, por razones de economía y uniformidad de aplicación se formulan preferiblemente con un adecuado medio de dispersión antes de su aplicación. Los medios de dispersión pueden ser líquidos o sólidos pulverulentos. Los trihidratos son mezclables con agua en todas las
 10. proporciones, cuya propiedad proporciona las ventajas económicas de permitir una fácil preparación de soluciones acuosas pulverizables de cualquier concentración deseada sin el uso de emulsionadores, equipo de mezclado agitado, etc., y la aplicación al lugar a tratar en forma de soluciones acuosas fácilmente manejables que pueden aplicarse mediante empleo de los tipos mas sencillos de aparatos pulverizadores. Pueden emplearse agentes de acción superficial para acentuar el humedecimiento, extensión y penetración de las pulverizaciones y
 20. por consiguiente los efectos herbicidas. Aunque el agua es el medio líquido preferido de dispersión, pueden emplearse otros vehículos líquidos, tales por ejemplo como acetona y glicoles. Pueden usarse dispersantes tales como estos últimos para una aplicación invernal latente
 25. sobre matojos. Las soluciones o dispersiones líquidas pueden contener trihidrato, preferiblemente trihidrato de exafluoroacetona, en una cantidad tan escasa como de 0,3 gramos aproximadamente por litro, dependiendo del uso particular.
 30. Como variante, cada uno de los trihidratos

304299



- puede impregnarse sobre un medio de dispersión pulveru-
lento sólido, preferiblemente de un tipo que sea capaz
de absorber una cantidad sustancial de líquido y al -
mismo tiempo aparecer sensiblemente seco. Los diluen -
5. tes sólidos típicos que pueden presentar la forma fina-
mente dividida o granular, incluyen a la tierra de dia-
tomeas, harinas de madera, geles de sílice, sémola de
carozo de maíz y vermiculita, a los que pueden añadir-
se si se desea humectante, dispersantes o suspensores.
10. Así, el material herbicida trihidrato puede emplearse
como polvos que pueden contener tan solo un 0,25 % -
aproximadamente, y mas ordinariamente del 5 al 20 % en
peso, del trihidrato. Los monohidratos pueden emplear-
se también en forma sólida, como compuestos por sí mis-
15. mos o en mezclas con diluentes sólidos o medios de dis-
persión en forma sustancialmente igual a los trihidra-
tos. Puede emplearse cualquiera de los tipos conocidos
de aparatos pulverizadores o espolvoreadores para apli-
car el herbicida al suelo o vegetación a tratar, sien-
20. do una consideración primordial la uniformidad de la
aplicación.

Los monohidratos pueden emplearse también co-
mo composiciones herbicidas en forma de dispersiones -
líquidas tales como soluciones acuosas. Como se indi -
25. ca, los monohidratos son sólidos normalmente cristali-
nos. La adición a un monohidrato sódico, por ejemplo -
monohidrato de exafluoroacetona, de agua en una propor-
ción de 0,4 mol aproximadamente por mol de exafluoro -
acetona (calculado como anhídrido) tiene por resultado -
30. la formación de una masa que es definitivamente líquida

304299



- en el sentido habitual de la palabra, pero es probablemente una mezcla indefinida. La adición de mas agua - hasta una cantidad suficiente para proporcionar 3 moles en total de agua por mol de exafluoroacetona produce la formación de un compuesto destilable definido, -
5. trihidrato de exafluoroacetona, con p.e. de 105°C. La nueva adición de agua para proporcionar mas de 3 moles en total de dicho líquido, se supone que forma una solución de trihidrato de exafluoroacetona en agua. El
10. término "solución" se emplea aquí para indicar las composiciones obtenidas de esta manera, sin implicar que la exafluoroacetona o pentafluorocloroacetona haya experimentado o no cualquier transformación química particular, puesto que las formas químicas exactas adoptadas por el trihidrato y/o monohidrato de exafluoroacetona, cuando se añade a agua en cantidad para proporcionar soluciones pulverizables, no se conocen o comprenden de un modo definido. Se ha establecido que -
15. cuando el monohidrato o el trihidrato se asocia con mas de 3 moles de agua, el único compuesto separable -
20. de la solución acuosa es el trihidrato, que puede recuperarse como un fondo reposado en una destilación efectuada a una temperatura de recipiente de unos 105°C. - Por consiguiente, aunque el monohidrato y trihidrato -
25. de exafluoroacetona pueden perder sus identidades como tales tras su adición a agua, no obstante el monohidrato proporciona una composición herbicida líquida cuando se añade agua al sólido en cantidad que proporcione por lo menos 1,4 moles aproximadamente de agua por mol
30. de exafluoroacetona. Esto es igualmente aplicable al

304299



monohidrato de pentafluorocloroacetona. Las cantidades de monohidratos empleadas pueden ser similares a las de los trihidratos.

- Tanto si se emplean para un control selectivo como no selectivo, los herbicidas de la invención pueden aplicarse a la vegetación a tratar en cantidades (kg por hectárea) suficientes para proporcionar el grado de control de vegetación deseado en el área determinada. La aplicación a vegetación incluye la aplicación a ésta como tal y al lugar donde ulteriormente se encuentre la misma, en el caso de un uso previo al brote. La intensidad óptima de aplicación dependerá de factores tales como cantidad de vegetación en el área; grado de permanencia de irradiación vegetal deseado; tipo de plantas que crezcan en el área y condiciones climatológicas; y el que el objeto sea un control no selectivo o selectivo. En la mayoría de los casos, el control previo al brote, y el control de hierbajos en germinación y pequeños brotes de hierbajos, pueden efectuarse aplicando el hidrato a razón de 2,25 kg por hectárea y mas, mas ordinariamente de 2,25 a 4,5 kg por hectárea. Cuando se desea un prolongado control no selectivo de vegetación establecida, particularmente en la desfoliación y exterminio de vegetación baja y densa, pueden emplearse dosis mayores de hasta unos 28 kg por hectárea. Dependiendo principalmente de las condiciones locales y de los resultados globales requeridos, la elección de dosificaciones y concentraciones en hidrato precisas en las pulverizaciones y polvos corresponden al dominio del arte.



304299

Los siguientes ejemplos ilustran la invención.

EJEMPLO 1.

- Se pulverizó un complejo de hierbajos de hoja ancha establecido, así como de hierbas y plantas leñosas (llanten de hoja ancha y estrecha, euforbio, diente de león, zarza corredera, hiedra venenosa, dauco, hierbas de pradera, margarita silvestre, vara dorada, ambrosía, cardo de Canadá y fresa silvestre) con 6,25, 12,5 y 28 kg. por hectárea de trihidrato de exafluoroacetona como soluciones acuosas aplicadas a razón de 945 litros por hectárea, un 26 de junio. Observaciones periódicas hasta el siguiente septiembre realizadas sobre la vegetación superior ennegrecida indicaron los siguientes resultados:

CF ₃ COCF ₃ · 3H ₂ O por hectárea	% vegetación superior ennegrecida				
	28 Junio	25 Julio	7 Agosto	21 Agosto	24 Septiembre.
6.25 kg	5	75	75	65	40
12.5 kg	5	90	95	95	80
28 kg	10	98	99	99	95

EJEMPLO 2.

- En esta serie de ensayos se diluyó trihidrato de exafluoroacetona 1:50, 1:100, 1:200 y 1:400 en volumen con agua y se aplicó como pulverización para follaje de manera que resbalase sobre arbustos de cornejo hembra, abedul, álamo, arce, zumaque, y jeriguilla. La dilución 1:50 se aplicó un primero de agosto y las otras diluciones al siguiente 15 de agosto.

304299



Los efectos sobre el follaje fueron los siguientes:

Porcentaje de follaje

Trihi- drato.	Especie	Ennegrecido			Desfoliado		
		6 agosto	10 septbre	11 octubre	14 agos	10 Sep	11 Oc tubre
2%	Cornejo hembra	100	100	100	95	100	100
2%	Abedul	100	100	100	100	100	100
2%	Alamo	95	100	100	80	100	100
2%	Arce	95	100	100	99	100	100
2%	Zumaque	95	100	100	100	100	100
2%	Espadaña	90	100	100	-	-	-
		23 agost	10 septbre	11 octubre	23 agos	10 Sep	11 Oc tubre
1%	Cornejo hembra	70	100	100	35	100	100
1%	Olmo	60	100	100	59	99	100
1%	Alamo	95	100	100	75	100	100
1%	Zumaque	85	100	100	-	100	100
1%	Jeringuilla	95	100	100	80	95	85
0.5%	Cornejo hembra	40	100	100	-	100	100
0.5%	Abedul	-	70	100	-	40	100
0.5%	Alamo	30	-	98	-	-	98
0.5%	Arce	50	90	100	-	50	100
0.5%	Zumaque	35	100	100	-	100	100
0.5%	Jeringuilla	95	90	70	-	80	70
0.25%	Cornejo hembra	25	25	85	-	15	85
0.25%	Alamo	10	10	95	-	10	95
0.25%	Olmo	20	95	100	-	80	100
0.25%	Zumaque	30	70	100	-	60	100
0.25%	Jeringuilla	20	100	85	-	30	85

304299



Observaciones adicionales mostraron el exterminio de botones terminales mediante las pulverizaciones al 2 y al 1%. El único desarrollo nuevo de hojas que tuvo lugar al año de los ensayos se produjo en los árboles de jeringuillas en los que el compuesto se aplicó a menos del 2%.

5.

EJEMPLO 3.

Los siguientes resultados se obtuvieron en ensayos previos al brote en invernaderos, llevados a cabo mediante la técnica de macro-cernido descrita por Shaw y Swanson ("Weeds", volumen 1, número 4, pag 352, julio de 1952). Las cantidades de trihidrato de exafluoroacetona indicadas se constituyeron en unos 380 litros de soluciones acuosas por hectárea a efectos de pulverización. Las cosechas de ensayo fueron de maiz, algodón, vallico (consideradas como representativas de hierbajos de hoja fina) y de nabo (representativa de hierbajos de hoja ancha).

10.

15.

20.

25.

30.

	<u>Dosificación kg/hectárea</u>	2,25	4,5
	<u>Maiz</u>		
	Evaluación de daños	1	3
	% reducción altura	2	33
	% exterminio vegetal	0	0
	<u>Algodón.</u>		
	Evaluación daños	2	3
	% reducción altura	18	25
	% exterminio vegetal	0	0
	<u>Vallico.</u>		
	Evaluación daños	4	6
	% reducción altura	40	60

304299



194

Nabos

Evaluación daños	3	5
% exterminio vegetal	30	45

Evaluación daños; 0 = Ninguno; 1-3 = ligero;

5. 4-6 = Moderado; 7-9 = Grave; 10 = Exterminio.

En correspondientes comprobaciones con acetona y sin tratamiento, todos los anteriores valores fueron de 0.

EJEMPLO 4.

10. En ensayos previos al brote, sustancialmente iguales a los del ejemplo 3, las cantidades de trihidrato de pentafluorocloroacetona empleadas fueron de 7,26 kg, constituidos en 375 litros de solución acetónica por hectárea a efectos de pulverización.
15. Las cosechas de ensayo fueron de maiz, trigo, soja, vallico y nabos.

Maiz

Evaluación daños	1
% reducción altura	3
20. % exterminio vegetal	6

Trigo.

Evaluación daños	1
% reducción altura	4
% exterminio vegetal	0

25. Habas de soja.

Evaluación daños	1
% reducción altura	9
% exterminio vegetal	0

30.

3 4299 2 

Vallico.

Evaluación daños 5

% exterminio vegetal 45

Nabos

5. Evaluación daños 5

% exterminio vegetal 45

En correspondientes comprobaciones con acetona y sin tratamiento, todos los valores anteriores fueron de 0.

10. EJEMPLO 5.

En ensayos posteriores al brote en invernaderos, las cantidades de trihidrato de pentafluorocloroacetona empleadas fueron de 7,26 kg, constituidos en unos 380 litros de solución acetónica por hectárea a efectos de pulverización. Las cosechas de ensayo fueron de maíz, trigo y nabos. Las evaluaciones de daños, efectuadas diez días después de la aplicación, fueron: maíz, 0; trigo, 3; y nabos, 8. En correspondientes comprobaciones con acetona y sin tratamiento, todos los valores anteriores fueron de 0.

25. En todas las versiones de la invención, independientemente de como se empleen, el herbicida es pentafluorocloroacetona o exafluoroacetona asociadas a agua en proporción por lo menos equivalente al monohidrato. Cuando se emplean directamente los monohidratos sólidos, es decir como polvos, el agua asociada a la cetona es agua de constitución. Análogamente, cuando se utilizan los trihidratos líquidos en forma de una cantidad fitotóxica impregnada sobre un medio de dispersión sólido pulverulento, el agua es

30.

304299



- igualmente agua de constitución de los trihidratos. -
Cuando se emplean directamente los trihidratos líquidos por si mismos, como en pulverizaciones consistentes en los trihidratos líquidos, el agua asociada a la cetona
5. es agua de constitución. Cuando, como en las operaciones mas habituales, los monohidratos sólidos o los trihidratos líquidos se añaden a un medio de dispersión líquido, por ejemplo agua, y se aplican como pulverización acuosa, el agua asociada a la cetona es agua de
10. constitución mas otro agua. Así, en la práctica ordinaria, en la que se emplean soluciones pulverizables líquidas de diluciones relativamente elevadas, se comprenderá que cuando se añade a agua cualquier monohidrato o trihidrato, por ejemplo, para formar una composición
15. herbicida que comprenda y ordinariamente consiste en una solución pulverizable relativamente diluida conteniendo hidrato añadido en cantidad fitotóxica, el componente cetónico del hidrato añadido se asocia a agua en cantidad mucho mayor que la equivalente al trihidrato.
20. Los hidratos de exafluoroacetona y pentafluorocloroacetona constituyen el tema de nuestra solicitud núm. 297.370.

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del
25. 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
30. una solicitud de patente presentada en Estados Unidos -



- de América con fecha 25 de Septiembre de 1.963 bajo -
el número 311.332 acogiéndose, por lo tanto, a los
beneficios que conceden los Convenios Internacionales
en vigor y siendo lo que constituye la esencia del re
5. ferido invento y por lo que se solicita Patente de In
vención por 20 años, en España "Procedimiento de pro
ducción de una composición herbicida", caracterizándo
se por lo siguiente:
10. 1ª.- "Procedimiento de producción de una -
composición herbicida", caracterizado porque el mono
hidrato o trihidrato de pentafluorocloroacetona o exa
fluoroacetona se mezcla con un medio dispersante.
15. 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación
1ª, caracterizado, porque el citado compuesto se di -
suelve en agua.
20. 3ª.- Procedimiento, según la reivindicación
1ª, caracterizado, porque el citado compuesto se mez -
cla con un sólido pulverulento o se absorbe sobre el
mismo.
25. 4ª.- Procedimiento, según las reivindicacio
nes 1ª a 3ª, caracterizado, porque el referido com -
puesto se mezcla también con un agente de acción super
ficial.
- 5ª.- "Procedimiento de producción de una -
composición herbicida"; tal y como queda substancial -
mente descrita en la presente Memoria .

304299



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

23 SEP. 1937

Madrid,
ALLIED CHEMICAL CORPORATION,

L. GOMEZ ACEBO Y MODEY