

P.- 28.172

Pos-6284 TOA



307038

11-12-64

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

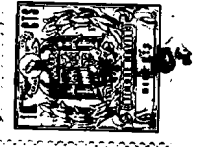
E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de TOA GOSEI KAGAKU KOGYO KABUSHIKI KAISHA e
IHARA CHEMICALS CO., LTD., entidades japonesas, estableci-
das en 2-8 Shiba-Tamuracho, Minato-ku, Tokyo y 100, Shibu-
kawa, Shimizu-shi, respectivamente ambas en Japón, por:
"MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA PREPARACION DE COMPOSICIONES
HERBICIDAS"

La presente invención se refiere a composicio-
nes herbicidas que contienen 3,4-dicloropropionanilida
(abreviado DCPA) y 2-(1-ciclohexenil)ciclohexanona (abre-
viado CHCH), y más en particular a composiciones herbici-
5 das compuestas por DCPA y CHCH en una relación de mezcla-
do, en peso, de 1:0,05 a 1:3.

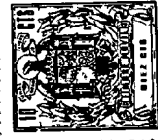
La DCPA se ha usado en la práctica como herbici-
da de tipo de contacto de propiedad de preferencia inter-
genérica, que tienen actividad para destruir diversas ma-
10 las hierbas sin dañar a los géneros de plantas de arroz



tales como plantas de arroz de los arrozales y plantas de arroz de las tierras altas.

La DCPA se prepara generalmente en forma de concentrado emulsificable que, cuando se usa, se diluye con agua hasta una concentración de 0,2 a 0,4% y se extiende sobre los tallos y hojas de la planta en crecimiento. A menudo, cuando se prepara el líquido para pulverización con el concentrado emulsificable usual de DCPA, la DCPA se separa por cristalización. Además, incluso después de la pulverización, se pueden separar a veces cristales en forma de aguja sobre la planta. Cuando se usa DCPA en una estación lluviosa, los cristales, después de la pulverización, fluyen con la lluvia, separándose de la planta y reduciendo considerablemente de esta forma la actividad herbicida. Estos hechos tienen como consecuencia el retraso de la actividad herbicida, efecto inseguro, y puntos fitotóxicos en plantas útiles, y constituyen un problema importante en el uso práctico del concentrado emulsificable de DCPA, y se desea su mejora.

Después de numerosas investigaciones sobre las composiciones de DCPA, los autores de la presente invención han descubierto el hecho de que la CHCH es un disolvente particular considerablemente excelente, que se encuentra en estado líquido a temperatura ambiente, y es un compuesto estable insoluble en agua, que disuelve bien a la DCPA y también disuelve a la sustancia cerosa del cuerpo de la planta, y penetra rápidamente en la planta. Además, la CHCH tiene actividad herbicida por sí misma, y si se prepara un concentrado emulsificable consistente principalmente en CHCH, y si la solución acuosa diluida del



concentrado se pulveriza sobre tallos y hojas de plantas, la indicación de la actividad herbicida aparece desde con centraciones de CHCH del 0,2%, y a una concentración de CHCH igual al 1% se destruyen completamente las malas hierbas preferentes en un campo agrícola, tales como la hierba de granjas (*Echinochloa Crusgalli* P. Beauv) y cizaña (*Digitaria adscendens* Henr.). En particular, las carac terísticas de la actividad herbicida de la CHCH consisten en la propiedad de rápido efecto, en la que el efecto apa rece tan rápidamente que se puede apreciar la indicación de daños 30 min después de haber sido pulverizada sobre las plantas, y después de 3 horas las hojas quedan suspen didas, con fenómenos de agostamiento. Como se ha explicado anteriormente, la CHCH se caracteriza por la propiedad her bicida por contacto, pero la CHCH tiene las siguientes des ventajas: para conseguir el mismo efecto se necesita una cantidad mayor de composición de CHCH que de DCPA, de for ma que en la práctica es antieconómica; y el intervalo de seguridad para las plantas (amplitud de actividad pre ferente) es estrecho.

La composición que consta de DCPA y CHCH, según la presente invención, no separa DCPA por cristalización, tanto en solución diluída como sobre las hojas después de la pulverización, y no sólo mejora la penetración en el cuerpo de la planta, sino que también presenta actividad herbicida con mayor rapidez, de varias veces a varias decenas de veces, por un efecto auxiliar de la CHCH. Según esto, se puede evitar la disminución de efecto debida a la lluvia, de tal forma que se puede esperar una exten sión mayor del período de uso.

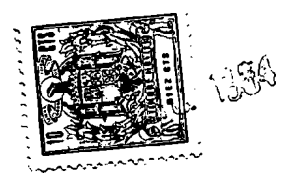


Además, se aumenta la capacidad de absorción por la planta y se mejora el efecto incompleto en un período frío o en un área fría, aumentando así mucho el grado de utilización.

5 La relación de mezclado de CHCH y PCPA es, preferiblemente, mayor que 0,05 partes en peso respecto a 1 parte en peso de DCPA, y en cantidad menor que esa relación, como lo muestran los siguientes resultados experimentales, la cristalización de DCPA empieza 2 días después
10 de pulverizar la composición, de forma que no es conveniente.

Con la mezcla comprendida entre 0,2 y 3 partes de CHCH por 1 parte de DCPA, las composiciones muestran un efecto sinérgico extremadamente mayor que la suma de cada
15 efecto, respectivamente, cuando se usan como composición única, y la CHCH disuelve completamente a la DCPA, de forma que cuando se prepara la solución diluída no tiene lugar la cristalización, y cuando se pulverizan sobre las
20 plantas, las composiciones penetran en el cuerpo de la planta fácil y rápidamente, al tiempo que mantienen la propiedad de preferencia intergenérica para destruir las malas hierbas siguientes:

- Hierba de granja (*Echinochloa Crus-galli* P. BEAUV.)
- Cizaña (*Digitaria adscendens* HENR.)
- 25 Presera (*Eleusine indica* GAERTN.)
- Carricera verde (*Setaria viridis* P. BEAUV.)
- Chual verde (*Chenopodium album* var. *centrorubrum* MAKINO)
- Pimienta de agua (*Polygonum conspicuum* NAKAI)
- Hierba francesa (*Galinsoga parviflora* CANANILLES)
- 30 Pamplina (*Stellaria media* CRY)



Verdolaga láctea (*Euphorbia supina* RAFIN.)

Perpetua (*Gnaphalium japonicum* THUMB.)

Rotala indica KOEHNE

Dopatrium junceum HAMILT

5 Hierba de agua (*Elatine triandra* SCHK.)

Camalote (*Monochloria vaginalis* PRESL.)

Junco de otoño (*Fimbrietylis littoralis* GAUDICH)

sin tener efecto perjudicial sobre los géneros de plantas de arroz, apareciendo rápidamente la actividad herbicida.

10 Las composiciones de la presente invención muestran un efecto de 3 a 4 veces mayor 2 días después de la pulverización, y un efecto de 2 a 3 veces mayor 10 días después, en comparación con el uso de DCPA solamente.

15 En la preparación de las composiciones según la presente invención se puede mezclar un soporte, pero el término "soporte" aquí usado significa un material tal que se use con objeto de diluir los ingredientes activos, y puede ser un sólido o un líquido.

20 Por ejemplo, el soporte puede ser aquellos materiales que sean disolventes de la DCPA y CHCH, y materiales que no sean disolventes, pero que puedan dispersar o disolver a estos ingredientes mediante aditivos. Los ejemplos del soporte son agua, hidrocarburos líquidos tales como benceno, queroseno, alcoholes, acetona, metilnaftaleno y 25 ciclohexanona, aceites animales o vegetales, ácidos grasos y ésteres de ácidos grasos.

Además, es preferible usarlos junto con agentes tensoactivos tales como extensores, emulsificantes, agentes humectantes y adhesivos, que son aditivos que se usan 30 en los compuestos químicos para agricultura, con objeto

307038

307038



de hacer más positivo el efecto.

En lo que sigue se explican los ejemplos de las composiciones según la presente invención, pero los aditivos y relaciones de mezclado se pueden variar en un intervalo amplio.

Ejemplo 1

Se mezclaron 35 g de DCPA, 10 g de ciclohexanona, 28 g de metilnaftaleno, 25 g de emulsificante Sorpoal (nombre registrado, fabricado por Toho Kagaku Kogyo Co.), y se añadieron a la mezcla 2 g de CHCH. 100 g de la composición resultante se diluyeron con 20 litros de agua, y la solución se usó como líquido para pulverización.

Ejemplo 2

Se mezclaron 35 g de DCPA, 10 g de ciclohexanona, 25 g de xileno, y 25 g de emulsificante Newcalgen (nombre registrado, fabricado por Takemoto Yushi Co.), y se añadieron a la mezcla 5 g de CHCH. 100 g de la composición resultante se diluyeron con 20 litros de agua, y la solución se usó como líquido para pulverización.

Ejemplo 3

Se mezclaron 35 g de DCPA, 30 g de xileno, y 25 g de emulsificante Sorpoal, y se añadieron a la mezcla 10 g de CHCH. 100 g de la composición resultante se diluyeron con 25 litros de agua, y la solución se usó como líquido para pulverización.

Ejemplo 4

Se mezclaron 35 g de DCPA, 33 g de xileno, y 20



g de emulsificante Sorpoal, y se añadieron a la mezcla 12 g de CHCH. 100 g de la composición resultante se diluyeron con 25 litros de agua, y la solución se usó como líquido para pulverización.

5

Ejemplo 5

Se mezclaron 35 g de DCPA, 10 g de ciclohexanona, 12 g de xileno, y 25 g de emulsificante Newcalgen, y se añadieron a la mezcla 18 g de CHCH. 100 g de la composición resultante se diluyeron con 25 litros de agua, y la solución se usó como líquido para pulverización.

10

Ejemplo 6

Se mezclaron 35 g de DCPA, 5 g de xileno, y 25 g de emulsificante Sorpoal, y se añadieron a la mezcla 35 g de CHCH. 100 g de la composición resultante se diluyeron con 30 litros de agua, y se usó como líquido para pulverización.

15

La actividad y efecto de las composiciones de la presente invención se muestran usando ejemplos experimentales. Los líquidos de muestra se prepararon diluyendo la mezcla de 35 g de DCPA, 50 g de xileno y 15 g de Sorpoal, y la mezcla de 50 g de CHCH, 40 g de xileno y 10 g de Sorpoal, respectivamente, con agua.

20

25

Ejemplo experimental 1

Experimento sobre la evitación de la cristalización y disminución de la fitotoxicidad.

a) Procedimiento del experimento.

30

Se sembraron semillas de plantas de arroz de los

11-XII-64.

307038

307038

11-XII-64.

307038

307038

Experi- mento Nº.	Compues- to	Concentra- ción	Indice de crista- lización		Fitotoxicidad en plantas de arroz de los arrozales (perío- do de 5 hojas)	
			2 días después del tratamiento	54,3	2 días después del tratamien- to	10 días des- pués del tra- tamiento
1	DCPA	0,2	54,3	-	-	
2	DCPA CHCH	0,2 0,1	0	-	-	
3	DCPA CHCH	0,2 0,05	0	-	-	
4	DCPA CHCH	0,2 0,02	0	-	-	
5	DCPA CHCH	0,2 0,01	8,2	-	±	
6	Agua		-	-	-	

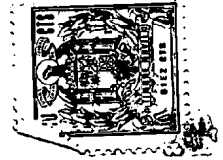
Los experimentos nº 2 a 5 son con las composiciones según la presente invención.

Los experimentos nº 1 y 6 son ejemplos comparativos.

±± = daño intermedio

+ = poco daño

- = sin daño



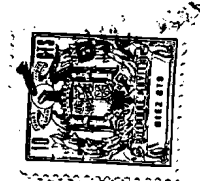


arrozales (especie Kinnapu) en cada uno de varios tiestos de 12 cm de diámetro, y en su período de 5 hojas se pulverizaron 20 cc de cada composición, mediante una boquilla de vidrio, y se realizaron las determinaciones 2 y 10 días después. Los índices de cristalización son aquellos desarrollados en 5 cm de la lámina de la hoja (parte central), en estado acicular, y son valores medios de 3 hojas.

b) Resultados

307038

307038



Ejemplo experimental 2

Experimento sobre el efecto de la lluvia en el tratamiento por contacto de la hierba de granja (*Echinochloa Crus-galli* P. BEAUV.), con la mezcla de DCPA y CHCH.

5 a) Procedimiento del experimento.

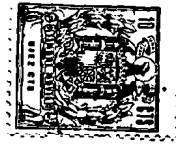
Se seleccionaron 15 hierbas de granja (*Echinochloa Crus-galli* P. Beauv.) (en su período de 2 hojas), previamente sembradas en tiestos pequeños, y 1, 3, 6 y 24 horas después de pulverizar 3 ml de líquido de diferentes concentraciones, mediante una boquilla de vidrio, se aplicaron 5 mm y 10 mm de lluvia artificial, respectivamente, y se determinaron los efectos de las composiciones, para comprobar la influencia debida a la lluvia. Estas lluvias artificiales se realizaron haciendo llover 5 mm (450 cc) y 10 mm (900 cc) sobre cubas que tenían un área definida (900 cm²), mediante un pulverizador tipo cuchara, empleando 15 min en la lluvia artificial de 5 mm, y 30 min en la de 10 mm. Las determinaciones se efectuaron 1 semana después del tratamiento.

20 b) Resultados.

307038

307038

Experi- mento №	Compu- es to	0 mm			5 mm			10 mm			
		1	3	6	1	3	6	1	3	6	
1	DCPA 0,3	100	54	78	89	100	24	52	68	76	100
2	" 0,2	100	30	52	74	89	26	45	58	80	
3	DCPA CHCH 0,2 0,1	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
4	" 0,2 0,05	100	100	100	100	100	92	100	100	100	100
5	" 0,2 0,02	100	96	100	100	100	80	98	100	100	100
6	" 0,2 0,01	100	85	100	100	100	76	83	100	100	100
7	Sin tra- tar	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-

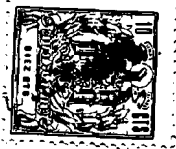


39

11-XII-64.

307038
11

307038



- representa cantidad de lluvia
- ■ representa horas antes de la lluvia, después de haberse pulverizado la composición.
- ■ ■ representa la concentración, en %.

5 Experimentos nº 3 a 6: las composiciones de la presente invención.

Los restantes experimentos: ejemplos comparativos.

Los números de la tabla indican relación de destrucción.

10 Relación de destrucción =
$$\frac{100 n_5 + 75 n_4 + 50 n_3 + 25 n_2}{N}$$

n_5 = número de hojas destruidas al 100%

n_4 = " " " " " 75%

n_3 = " " " " " 50%

n_2 = " " " " " 25%

15 n_1 = " " " " " 0%

N = número total de hojas.

Ejemplo experimental 3

20 Experimento sobre el efecto y fitotoxicidad con mezcla de DCPA y CHCH (I).

a) Procedimiento del experimento.

25 En una caja de madera de 800 cm², rellena con tierra de las tierras altas, se sembraron 50 semillas de arroz de los arrozales (especie Kinnanpu) y de hierba de granja (Echinochloa Crus-galli P. Beauv.), y después de la germinación, en el período de 3 hojas (longitud de la planta igual a 7 cm), se pulverizaron sobre toda la superficie de la caja 10 ml por caja del líquido diluido. Después de 30 de arroz de los arrozales y a la hierba de granja (Echinochloa Crus-galli P. Beauv.).

11-XII-64.

307038

307038



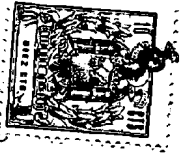
b) Resultados.

Expe- rimen- to Nº	Com- pues- to	Con- cen- tra- ción	Estado general de las plantas de arroz de los arrozales			Número de hier- bas de granja	
			nº de hojas sanas	nº de hojas semi- des- truí- das	nº de hojas des- truí- das	Destruí- das	Sanas
1	DCPA	0,1	5	6	1	14	34
2	"	0,2	5	4	1	27	18
3	"	0,3	3	4	2	45	0
4	CHCH	0,05	8	0	0	0	48
5	"	0,2	8	0	0	9	41
6	"	0,3	6	2	0	16	32
7	"	0,5	5	4	0	28	23
8	DCPA CHCH	0,2 0,02	-5	3	2	29	18
9	"	0,25 0,05	7	2	0	45	0
10	"	0,2 0,05	7	3	0	47	0
11	"	0,1 0,05	6	3	0	37	8
12	"	0,2 0,1	4	5	2	48	0
13	"	0,1 0,1	5	4	1	41	3
14	"	0,2 0,2	4	4	1	46	0
15	"	0,1 0,2	7	4	1	38	1
16	"	0,05 0,15	7	2	0	30	9
17	"	0,04 0,16	8	0	0	12	33
18	"	0,06 0,24	7	1	0	14	32
19	Sin tratar	-	14	0	0	0	45

11-XII-64.

307038

307038



Experimentos nº 8 a 18: las composiciones de la presente invención.

Los restantes experimentos: ejemplos comparativos.

Ejemplo experimental 4

a) Experimento sobre el efecto y fitotoxicidad con mezcla de DCPA y CHCH (II).

Se sembraron en tiestos semillas de planta de arroz de los arrozales y de cizaña (*Digitaria adscendens* HENR.), y cuando se desarrollaron hasta el período de 2 hojas, se trataron las hojas por contacto con la totalidad de la superficie. Las determinaciones se realizaron 2 días y 10 días después del tratamiento, obteniéndose los siguientes resultados.

307038

307038



b) Resultados.

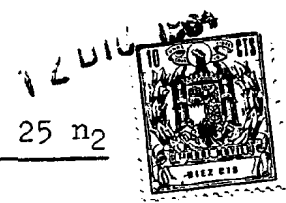
Expe- rimen- to Nº	Com- pues- to	Con- cen- tra- ción	Relación de destruc- ción de la cizaña		Relación de des- trucción de plan- tas de arroz de los arrozales	
			2 días después	10 días después	2 días después	10 días después
1	DCPA	0,3	100	100	11	23
2	"	0,2	74-50	100	0	0
3	"	0,15	48	52-78	0	0
4	"	0,1	24	28-53	0	0
5	CHCH	0,3	26-53	54	0	0
6	"	0,2	9	11	0	0
7	"	0,15	0	0	0	0
8	"	0,07	0	0	0	0
9	DCPA CHCH	0,15 0,15	100-78	100	0	0
10	"	0,15 0,1	100-76	100	0	0
11	"	0,15 0,07	78	100	0	0
12	"	0,1 0,1	79	100	0	0
13	"	0,1 0,07	75	100-78	0	0
14	"	0,1 0,05	72-51	100-75	0	0
15	Sin tratar	-	-	-	-	-

Experimentos nº 9 a 14: las composiciones de la presente in-
vención.

Los restantes experimentos: ejemplos comparativos.

Los números de la tabla indican relación de destrucción.

307039 307038



Relación de destrucción = $\frac{100 n_5 + 75 n_4 + 50 n_3 + 25 n_2}{N}$

- n₅ = número de hojas destruidas al 100%
- n₄ = " " " " " 75%
- n₃ = " " " " " 50%
- n₂ = " " " " " 25%
- n₁ = " " " " " 0%
- N = número total de hojas.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Japón, el 14 de Diciembre de 1.963, bajo el número 67.279/63 y 14 de Diciembre de 1.963, número 67.280/63, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

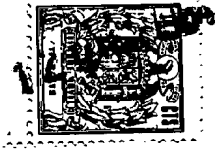
N O T A

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Mejoras introducidas en la preparación de composiciones herbicidas que comprenden 3,4-dicloropropionanilida y 2-(1-ciclohexenil)ciclohexanona como ingredientes activos.

2.- Mejoras introducidas en la preparación de composiciones herbicidas que contienen 1 parte en peso de 3,4-dicloropropionanilida, y de 0,2 a 3 partes en peso de 2-(1-ciclohexenil)ciclohexanona, como ingredientes ac-

307038 307038



tivos.

3.- Mejoras introducidas en la preparación de com
posiciones herbicidas que contienen 1 parte en peso de
3,4-dicloropropionanilida, y de 0,05 hasta menos de 0,2
5 partes en peso de 2-(1-ciclohexenil)ciclohexanona, como
ingredientes activos.

4.- Mejoras según el punto 2, según las cuales
se mezclan soportes en cantidad tal que los ingredientes
activos constituyen por lo menos 0,1% en peso.

10 5.- Mejoras según el punto 1, según las cuales
dichas composiciones se han de usar para destruir selecti
vamente plantas inconvenientes en los campos de arroz.

6.- Método para destruir plantas inconvenientes,
extendiendo las composiciones según el punto 1 sobre las
15 hojas y tallos de las plantas.

7.- Mejoras introducidas en la preparación de com
posiciones herbicidas.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que an-
tecede y para los fines que se han especificado.

20 Esta Memoria consta de diecisiete hojas escritas
a máquina por una sola cara.

Madrid,

12 DIC. 1964

P. A.

Alberto de Elizabun
Pon. P. A.

307038

307038

G.D.S.

11-XII-64.