

323450



1966

P- 31.306

Nº 71055  
U.S. Serial Nos. 434.625,  
434.653 and 434.654-Case 188

323450

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

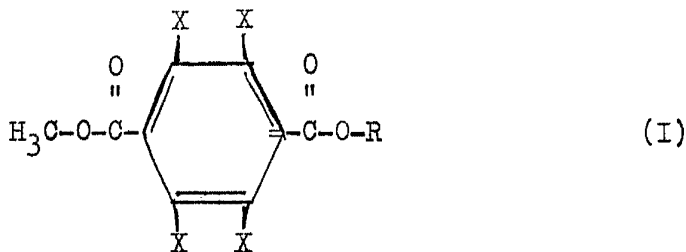
a nombre de VELSICOL CHEMICAL CORPORATION, entidad nortea-  
mericana, establecida en 330 East Grand Avenue, Chicago,-  
Illinois, Estados Unidos de América, por:

"PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION HERBICIDA"

=====

La presente invención se refiere a nuevos compues--  
tos y composiciones herbicidas, a procedimientos para su  
preparación, y a métodos para usarlos.

Los nuevos compuestos de la presente invención son  
5 los representados en la fórmula:





# 323450

donde X es un halógeno, y R se elige del grupo que consta de etilo, n-propilo e isopropilo. Aunque el halógeno puede ser fluor, cloro, bromo o yodo, el halógeno preferido es el cloro o bromo, ya que se dispone con más facilidad de los materiales de partida necesarios. El halógeno más  
5 preferido es el cloro. Se ha hallado que estos nuevos compuestos son útiles como herbicidas, particularmente como herbicidas para las malas hierbas de tipo herbáceo.

Son ejemplos de los compuestos específicos de la --  
10 presente invención el 2,3,5,6-tetraclorotereftalato de metilo etilo, 2,3,5,6-tetrabromotereftalato de metilo etilo, 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de metilo etilo, 2,3,5,6-tetraclorotereftalato de metilo n-propilo, 2,3,5,6-tetrabromotereftalato de metilo n-propilo, 2,3,5,6-tetrafluoro  
15 tereftalato de metilo n-propilo, 2,3,5,6-tetraclorotereftalato de metilo isopropilo, 2,3,5,6-tetrabromotereftalato de metilo isopropilo, y 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de metilo isopropilo.

La presente invención proporciona además una composición herbicida que consiste en o que contiene un compuesto de la anterior fórmula (I).  
20

Otra realización más específica de la presente invención proporciona una composición herbicida que comprende un compuesto de la anterior fórmula (I) y un vehículo --  
25 inerte y/o un deshojador, un desecador, un inhibidor del crecimiento, y/o otro compuesto activo como herbicida.

También proporciona la invención un método para destruir las plantas indeseables, que comprende poner en contacto dichas plantas con un compuesto, activo como herbicida, de la anterior fórmula (I), o con una composición --  
30



herbicida que lo contenga, en cantidad tal que sea perjudicial para dichas plantas.

También está dentro del ámbito de la invención proporcionar un procedimiento para preparar un compuesto tal como se ha definido en la anterior fórmula (I), el cual -  
5 procedimiento comprende hacer reaccionar un semiéster alcohílico/semiácido, o un semiéster alcohílico/haluro de ácido, del ácido 2,3,5,6-tetrahalotereftálico, en el que el grupo alcohol contiene de 1 a 3 átomos de carbono, --  
10 con un alcohol que contiene de 1 a 3 átomos de carbono, - o hacer reaccionar dicho semiácido, o una sal del mismo, - con un agente de alcoholación cuyo grupo alcohol contenga de 1 a 3 átomos de carbono, eligiéndose dicho alcohol o dicho agente de alcoholación de tal forma que el com-  
15 puesto obtenido contenga exactamente un grupo carbometoxi.

Los compuestos de la presente invención se pueden preparar fácilmente haciendo reaccionar un semiéster alcohílico/semiácido, o un semiéster alcohílico/haluro de ácido, del ácido 2,3,5,6-tetrahalotereftálico, en el que el grupo alcohol contiene de 1 a 3 átomos de carbono, con un -  
20 alcohol que contiene de 1 a 3 átomos de carbono, elegido de forma que dicho compuesto contenga exactamente un grupo carbometoxi.

Más en particular, el semiácido, y preferiblemente el haluro de ácido del mismo, se calienta con el alcohol deseado, preferiblemente a reflujo, durante al menos varias horas. Se usa preferiblemente un disolvente, tal como un exceso del reaccionante alcohólico, o un disolvente inerte tal como benceno. También es preferible efectuar -  
25 la reacción en presencia de una base tal como piridina, -  
30

323450

23 FEB



para neutralizar el cloruro de hidrógeno a medida que se forma. El producto crudo se obtiene separando la base, si se usa, o la sal resultante, por filtración o lavado con agua, y separando el alcohol que no ha reaccionado y el disolvente, si se usan, por calentamiento a vacío. El producto crudo se puede usar como tal para muchas aplicaciones, o se puede purificar por destilación o recristalización con un disolvente adecuado.

Como alternativa, el semiéster alcohílico/semiácido, o una sal del mismo, se puede hacer reaccionar con un agente de alcoholación tal como un haluro de alcoholo o un sulfato de alcoholo, para obtener el producto deseado. Por ejemplo, el semiéster alcohílico/semiácido, o la sal del mismo, se puede disolver en un disolvente adecuado tal como acetona, y a esta solución se añade carbonato potásico y un sulfato adecuado, tal como sulfato de dimetilo, sulfato de dietilo o sulfato de dipropilo. La mezcla se puede calentar a temperatura de reflujo, con agitación, durante aproximadamente 8 horas y luego enfriar y filtrar. Se separa el disolvente, para producir el producto deseado, que se puede purificar por métodos bien conocidos en el ramo, tales como cristalización, cromatografía y similares.

La sal del semiéster alcohílico/semiácido se puede preparar disolviendo el semiéster/semiácido en una solución acuosa de una base. Se puede usar en la reacción de alcoholación la solución acuosa de la sal, o se puede aislar la sal, separando el agua y lavando con etanol absoluto.

El semiéster/semihaluro de acilo se puede obtener halogenando el semiéster/semiácido. Por ejemplo, la cloración del semiéster/semiácido se efectúa convenientemente



con un agente de cloración tal como cloruro de tionilo, a la temperatura de reflujo del disolvente, si se usa disolvente. También se puede realizar la cloración con otros agentes de cloración, con disolventes, a temperaturas similares. El cloruro de acilo crudo se recupera de la mezcla de reacción separando el agente de cloración, por ejemplo por calentamiento a vacío. El cloruro de acilo crudo se puede purificar, o se puede usar como tal, para reaccionar con un alcohol.

10 El semiéster alcohólico/semiácido se puede preparar por hidrólisis parcial del 2,3,5,6-tetrahalotereftalato de dialcoholo correspondiente, con un hidróxido de metal alcalino, tal como hidróxido potásico. La reacción de hidrólisis se efectúa fácilmente en un disolvente, tal como  
15 en solución en dioxano o dioxano/metanol, a la temperatura de reflujo de la mezcla de disolvente y reaccionantes. El semiéster/semiácido se recupera de la mezcla vertiéndola en agua, extrayendo el diéster que no ha reaccionado, con éter dietílico, y acidificando la fracción acuosa, para producir el material deseado.  
20

Los siguientes ejemplos ilustran la preparación de los compuestos de la presente invención.

#### Ejemplo 1

#### Preparación de 2,3,5,6-tetraclorotereftalato de metilo etilo

25 Primero se prepara el semiéster/semiácido, ácido 4-carbometoxi-2,3,5,6-tetraclorobenzoico, de la siguiente forma: en un matraz de 1 litro, de tres bocas, provisto de agitador mecánico, condensador de reflujo y camisa de calentamiento se sitúa 2,3,5,6-tetraclorotereftalato de dimetilo (65 g; 0,2 moles), que se puede preparar tal como  
30

323450



23 FEB 1950

ha sido descrito por Rabjohn, J.A.C.S., 70, 3518 (1948), -  
disuelto en dioxano (400 ml). Se añadió al matraz hidróxi  
do potásico (10,9 g; 0,2 moles) en 130 ml de solución de  
dioxano/metanol en proporción de 3:2. La mezcla se calen-  
5 tó a reflujo, con agitación, durante 6 horas, y luego se  
vertió en 1 litro de agua fría, para precipitar el 2,3,5,  
6-tetraclorotereftalato de dimetilo que no había reacciona  
do, el cual, por extracción de la solución acuosa con - -  
éter dietílico, y separación del éter, produjo 33,8 g (0,1  
10 moles) de 2,3,5,6-tetraclorotereftalato de dimetilo que -  
no había reaccionado. La solución acuosa se acidificó con  
ácido clorhídrico, produciendo un aceite que se disolvió  
en éter dietílico. La solución etérea se separó de la mez  
cla acuosa, se lavó con agua fría, se secó sobre sulfato  
15 de magnesio, se filtró hasta que estuvo exenta de agente  
de secado, y se separó el éter dietílico, por calentamien  
to a vacío, para producir un aceite que, por trituración  
con pentano, produjo un sólido amarillo. El sólido se re-  
cristalizó con pentano, produciendo el semiéster/semiáci-  
do, que funde a 167-169°C, con rendimiento del 82,7%, ba-  
20 sado en el material de partida recuperado. El semiéster/  
semiácido tenía el siguiente análisis elemental:

Calculado para  $C_9H_4Cl_4O_4$ : C, 34,00; H, 1,27%

Hallado: C, 34,65; H, 1,29%

25 El espectro infrarrojo del semiéster/semiácido indicó que  
no había tereftalato de dimetilo presente en el producto.

Después se preparó cloruro de 4-carbometoxi-2,3,5,  
6-tetraclorobenzoílo, por calentamiento de una mezcla del  
semiéster/semiácido (8,5 g; 0,027 moles), preparado igual  
30 que antes, y cloruro de tionilo (50 ml), a reflujo duran-

323450

257



- te 16 horas. Luego se enfrió la mezcla, y se separó el -  
exceso de cloruro de tionilo, por calentamiento bajo pre-  
sión reducida, para producir un aceite que se solidificó  
por reposo. El sólido se trituró con una pequeña cantidad  
5 de pentano, produciendo cloruro de acilo crudo, que fun-  
día a 82-84°C, con rendimiento del 74,4%. El material cru-  
do tenía el siguiente análisis elemental:  
Calculado para  $C_9H_3O_3Cl_5$ : C, 32,13; H, 0,9%.  
Hallado: C, 33,13; H, 1,28%.
- 10 El espectro infrarrojo del material crudo indicó que no -  
había semiéster/semiácido presente.
- Después se preparó el 2,3,5,6-tetraclorotereftalato  
de metilo etilo deseado por calentamiento de una mezcla -  
del producto así preparado (10 g; 0,03 moles) y piridina  
15 (2,3 g; 0,03 moles) en etanol absoluto (100 ml), a refl-  
jo durante 16 horas. Tras enfriar, la solución pardo oscu-  
ra se hirvió con carbón de origen orgánico molido, y lue-  
go se filtró. Se separó el exceso de etanol, por aplica-  
ción de vacío, produciendo un aceite amarillo que se soli-  
20 dificó por reposo. El sólido se lavó con agua, para separar  
el clorhidrato de piridina, y luego se disolvió en éter -  
dietílico anhidro, y se combinó con el éter dietílico pro-  
cedente de una extracción anterior del agua de lavado usa-  
da en la operación anterior. La solución etérea se lavó -  
25 con dos porciones de 125 ml de agua, y se secó poniéndola  
sobre sulfato de magnesio anhidro, durante 16 horas. La -  
solución se separó del agente de secado por filtración, y  
se separó el éter por calentamiento en baño de vapor de -  
agua, produciendo un aceite amarillo que se solidificó --  
30 por reposo. Se recristalizó el sólido con pentano, siendo

323450

23



necesaria la separación por congelación, a la temperatura del hielo seco. El sólido recristalizado fué 2,3,5,6-tetraclorotereftalato de metilo etilo, que tenía un punto de fusión de 108-110,5°C, y el siguiente análisis elemental:

Calculado para  $C_{11}H_8Cl_4O_4$ : C, 38,18; H, 2,33; Cl, 40,99%

Hallado: C, 37,84; H, 2,45; Cl, 40,42%.

### Ejemplo 2

#### Preparación de 2,3,5,6-tetraclorotereftalato de metilo isopropilo

10 Una mezcla de cloruro de 4-carbometoxi-2,3,5,6-tetraclorobenzóilo preparado como en el Ejemplo 1 (25 g; -- 0,07 moles) e isopropanol (100 ml) se situó en un matraz de 250 ml de tres bocas, de fondo redondo, provisto de -- termómetro interior; agitador mecánico y condensador de --  
15 reflujo. Se añadió piridina (8 g; 0,01 moles), y la mezcla se calentó a reflujo durante 16 horas. La mezcla, aún caliente, se vertió en agua fría (500 ml), precipitando -- un sólido blanco. Se disolvió el sólido en éter dietílico, y se lavó con dos porciones de 250 ml de agua fría, se se  
20 có sobre sulfato de magnesio anhidro, y se filtró. Se separó el éter dietílico, por calentamiento bajo vacío, para producir un aceite que se solidificó por enfriamiento. Se recristalizó el sólido con metanol, produciendo 2,3,5,6-tetraclorotereftalato de metilo isopropilo, que fundía  
25 a 104-106°C, y tenía el siguiente análisis elemental:

Calculado para  $C_{12}H_{10}Cl_4O_4$ : C, 40,03; H, 2,80; Cl, 39,39%

Hallado: C, 39,88; H, 2,77; Cl, 39,95%.

### Ejemplo 3

#### Preparación de 2,3,5,6-tetraclorotereftalato de metilo n-propilo

30 Se calentó a reflujo durante 16 horas una mezcla de



cloruro de 4-carbometoxi-2,3,5,6-tetraclorobenzoílo, preparado como en el Ejemplo 1 (10,8 g; 0,03 moles) y n-propanol (75 ml). Se separó el exceso de n-propanol por calentamiento en baño de vapor de agua, bajo presión reducida. Se destiló el residuo aceitoso, recogién dose 2,3,5,6-tetraclorotereftalato de metilo n-propilo, como fracción que hierve a 144°C a presión de 0,2 mm Hg, y que tenía un índice de refracción a 27°C igual a 1,5363, y el siguiente análisis elemental: Calculado para  $C_{12}H_{10}Cl_4O_4$ : C, 40,03; H, 2,80%.

10

Hallado: C, 40,60; H, 3,10%.

Los otros compuestos de la presente invención se pueden preparar fácilmente, de igual forma que en los ejemplos anteriores, usando los materiales de partida adecuados. Por ejemplo, el 2,3,5,6-tetrabromotereftalato de metilo n-propilo se puede obtener a partir de 2,3,5,6-tetrabromotereftalato de dimetilo, hidróxido potásico, cloruro de tionilo y n-propanol, y el 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de metilo isopropilo se puede obtener a partir de 2,3,5,6-tetrafluorotereftalato de dimetilo, hidróxido potásico, cloruro de tionilo e isopropanol.

Para su uso práctico como herbicidas, los compuestos de la invención se incorporan generalmente en composiciones herbicidas que comprenden un vehículo inerte y una cantidad, tóxica como herbicida, de tal compuesto. Tales composiciones o formulaciones herbicidas permiten que se aplique el compuesto activo en el punto de la infestación de malas hierbas, en cualquier cantidad que se desee. Estas composiciones pueden ser sólidas, tales como polvos, gránulos o polvos humedecibles; o pueden ser líquidas, tales como soluciones, aerosoles o concentrados emulsifica-

30

323450



bles.

Por ejemplo, se pueden preparar polvos moliendo y --  
mezclando el compuesto activo con un vehículo sólido iner-  
te tal como talcos, arcillas, sílices, pirofilita, y simi-  
5 lares. Se pueden preparar formulaciones granulares impreg-  
nando el compuesto, generalmente disuelto en un disolven-  
te adecuado, sobre y en el interior de vehículos granula-  
res, tales como attapulgitas o vermiculitas, generalmente  
de un tamaño de partícula comprendido aproximadamente en-  
10 tre 0,3 y 1,5 mm. Los polvos humedecibles, que se pueden  
dispersar en agua o aceite, hasta cualquier concentra- -  
ción deseada de compuesto activo, se pueden preparar in--  
corporando agentes humectantes en composiciones concentra-  
das de polvo.

15 En algunos casos, los compuestos activos son lo su-  
ficientemente solubles en los disolventes orgánicos co- -  
rrientes, tales como queroseno o xileno, para poder usarse  
directamente como soluciones en estos disolventes. Con --  
frecuencia, las soluciones de herbicidas se pueden disper-  
20 sar bajo presión superatmosférica, en forma de aerosoles.  
Sin embargo, las composiciones herbicidas líquidas prefe-  
ridas son los concentrados emulsificables, que comprenden  
un compuesto activo según la presente invención, y como -  
vehículo inerte, un disolvente y un emulsificante. Tales  
25 concentrados emulsificables pueden ser extendidos con --  
agua y/o aceite, hasta cualquier concentración deseada --  
de compuesto activo, para aplicarlos en forma de pulveri-  
zación en el punto de la infestación de malas hierbas. Los  
emulsificantes más corrientemente usados en estos concen-  
30 trados son agentes tensoactivos no iónicos, o mezclas de



agentes tensoactivos no iónicos con aniónicos. Usando algunos sistemas emulsificantes se pueden preparar emulsiones invertidas (agua en aceite), para su aplicación directa a las infestaciones de malas hierbas.

5 En el siguiente ejemplo, en el que las cantidades - son partes en peso, se ilustra una típica composición herbicida según la presente invención.

Ejemplo 4

Preparacion de un polvo

10	Producto del Ejemplo 1	10
	Talco pulverizado	90

Se mezclan los anteriores ingredientes en un molino mezclador mecánico, y se muelen hasta que se obtiene un polvo homogéneo, que fluye libremente, con el tamaño de partícula deseado. Este polvo es adecuado para su aplicación directa al punto de infestación de malas hierbas.

Los compuestos de la invención se pueden aplicar como herbicidas de cualquiera de las formas reconocidas por el ramo. Un método para el control de malas hierbas comprende poner en contacto el punto en que están dichas malas hierbas, con una cantidad, tóxica como herbicida, de un compuesto de la invención, o con una composición herbicida que comprende un vehículo inerte y, como ingrediente activo esencial, en cantidad que sea tóxica como herbicida para dichas malas hierbas, un compuesto de la presente invención. La concentración de los nuevos compuestos de la invención en las composiciones herbicidas variará mucho con el tipo de formulación y el fin a que se destine, pero, generalmente, la composición herbicida comprenderá de aproximadamente 0,05 a aproximadamente 95% en peso de com

323450

23 FEB 1950



puestos activos de la invención. En una realización preferida de la invención, las composiciones herbicidas comprenderán de aproximadamente 5 a aproximadamente 75% en peso de compuesto activo. Las composiciones pueden comprender también otros pesticidas como sustancias adicionales, tales como insecticidas, nematocidas, fungicidas, y similares; estabilizadores; extensores; desactivadores; adhesivos, agentes de pegajosidad, abonos, activadores y agentes sinérgicos.

10 También es útil combinar otros herbicidas y/o deshojadores, desecantes, inhibidores del crecimiento, y similares, con los compuestos de la invención o con las composiciones herbicidas que los contienen, como se ha descrito antes. Estos otros materiales pueden comprender de aproximadamente 5 a aproximadamente 95% de ingredientes activos, en las composiciones herbicidas. Las combinaciones de estos otros herbicidas y/o deshojadores, desecadores, etc. con los compuestos de la presente invención son más eficaces para controlar malas hierbas, y a menudo proporcionan resultados que no se pueden conseguir con los compuestos o composiciones herbicidas individuales independientes. Entre los ejemplos de otros herbicidas, deshojadores, desecadores e inhibidores del crecimiento de plantas, con los que se pueden usar los compuestos de la invención para el control de malas hierbas, se incluyen los herbicidas tipo clorofenoxi, tales como 2,4-D, 2,4,5-T, MCPA, MCPB y 4-(2,4-DB); herbicidas tipo carbamato, tales como IPC, CIPC, swep y barban; herbicidas de tiocarbamato y di tiocarbamato, tales como CDEC, metham sodio, EPTC, dialato y PEBC; herbicidas de urea sustituida, tales como diclora



lurea, fenuron, monuron, diuron, linuron y neburon; herbicidas de triazina simétrica, tales como simazina, clorazina, atrazina, trietazina, simetona, prometona, propazina y ametrina; herbicidas de cloroacetamida tales como alfa-  
5 cloro-N,N-dimetilacetamida, CDEA, alfa-cloro-N-isopropilacetamida, 4-(cloroacetil)-morfolina y 1-(cloroacetil)-piperidina; herbicidas de ácidos alifáticos clorados, tales como TCA, dalapon y ácido 2,3-dicloropropiónico; herbicidas de ácido benzoico clorado y ácido fenilacético, -  
10 tales como 2,3,6-TBA, 2,3,5,6-TBA, dicamba, tricamba, amiben, fenac, ácido 2-metoxi-3,6-diclorofenilacético, ácido 3-metoxi-2,6-diclorofenilacético y ácido 2-metoxi-3,5,6-triclorofenilacético; y compuestos tales como aminotriazol, hidrazida maleica, acetato fenilmercúrico, endotal,  
15 biuret, clordane técnico, diquat, erbon, DNC, DNBP, diclobenil; DPA, difenamida, dipropalina, trifluralina, solan, dicril, merfos y DMPA. En los métodos y composiciones de la presente invención se pueden usar también tales herbicidas en forma de sus sales, ésteres, amidas, y otros derivados, siempre que puedan existir los de los compuestos  
20 originales concretos.

Las malas hierbas son plantas indeseables que crecen donde no se desea, que no tienen valor económico, e interfieren con la producción de las cosechas cultivadas,  
25 con el crecimiento de plantas ornamentales, o con la salud del ganado. Se conocen muchos tipos de malas hierbas, incluyendo las anuales, tales como verdolaga, chual, carricera, cizaña, ajenabo, lepidio de campo, ballico, presera, pamplina, avena loca, verdolaga de hoja aterciopelada, --  
30 hierba de granja y pimienta de agua; bianuales tales como

323450

23



dauco, bardana grande, verbasco, malva de hoja redonda, -  
cardo azul, cardo de toro, cinoglosa, verbasco de la poli  
lla y cardo de estrella púrpura; o perennes tales como --  
joyo blanco, ballico perenne, Agropyron repens, hierba --  
5 Johnson, cardo del Canadá, correhuela de los setos, hier-  
ba de Bermuda, acedera de ovejas, lampazo rizado, hierba  
de nuez, pamplina de los campos y lepidio de invierno. --  
Análogamente, tales malas hierbas se pueden clasificar co  
mo malas hierbas de hoja ancha, o herbáceas. Es económicamen  
10 te deseable controlar el crecimiento de tales plantas, sin  
dañar a las plantas beneficiosas o al ganado.

Los nuevos compuestos de la invención son particu--  
larmente valiosos para el control de malas hierbas, ya --  
que son tóxicos para muchas especies y grupos de malas --  
15 hierbas, al tiempo que son relativamente no tóxicos para  
muchas plantas beneficiosas. La cantidad exacta de compues  
to requerida dependerá de una variedad de factores, inclu  
yendo la resistencia de la especie concreta de mala hier-  
ba, del tiempo, tipo de terreno, método de aplicación y -  
20 clase de plantas beneficiosas presentes en la misma área.  
Así, aunque la aplicación de hasta sólo aproximadamente -  
70,5 a 141 g de compuesto activo por Ha puede ser sufi- -  
ciente para el buen control de una ligera infestación de  
malas hierbas que crecen bajo condiciones adversas, se --  
25 puede necesitar la aplicación de 11,2 kg, o más, de com-  
puesto activo por Ha, para el buen control de una infes-  
tación densa de plantas perennes resistentes, que crecen  
bajo condiciones favorables.

La toxicidad herbicida de los nuevos compuestos de  
30 la invención se puede ilustrar por muchas de las técnicas



de ensayo establecidas, conocidas en el ramo, tales como los ensayos para antes y para después del brote. En un ensayo para antes del brote, los concentrados emulsificables o soluciones, preparados como se ha descrito antes, se pueden extender con agua o aceite, u otros extendedores adecuados, para obtener diversas concentraciones del compuesto activo. Estos concentrados se pulverizan sobre la superficie de un terreno en el que se han sembrado semillas de malas hierbas, menos de 24 horas antes. Tras pulverizar sobre el terreno, se mantienen recipientes bajo condiciones normales de iluminación, y se les suministra el calor necesario, con riego diario o más frecuente. Se observan las malas hierbas durante de aproximadamente 7 a aproximadamente 20 días, y se registra el grado de daño a las malas hierbas. Los resultados indican que los compuestos de la invención poseen gran magnitud de actividad herbicida.

Para poner en evidencia la actividad para después del brote de los compuestos de la invención, unos concentrados emulsificables o soluciones, de diversas concentraciones, de los compuestos activos antes mencionados, se pulverizan sobre el follaje de malas hierbas que han alcanzado un tamaño determinado. Después de la pulverización se mantienen las malas hierbas bajo condiciones normales de iluminación, y se les suministra el calor necesario. El terreno en que crecen las malas hierbas se riega a diario, o con más frecuencia. Las malas hierbas se observan periódicamente hasta los 14 días o más, y se registra la importancia del daño a las malas hierbas. Los resultados indican que los compuestos de la invención poseen

323450

23



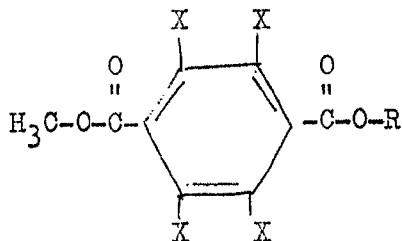
gran magnitud de actividad herbicida.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América, con fecha 23 de febrero de 1.965, bajo los números 434.625, 434.653 y 434.654, 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.- Procedimiento para preparar una composición herbicida, caracterizado porque la composición se forma de manera que comprende como activador un compuesto de fórmula



donde X es halógeno y R se elige del grupo que consta de etilo, n-propilo e isopropilo.

2.- Procedimiento según el punto 1, caracterizado porque el compuesto empleado es 2,3,5,6-tetraclorotereftalato de metilo etilo, 2,3,5,6-tetraclorotereftalato de metilo n-propilo o 2,3,5,6-tetraclorotereftalato de metilo isopropilo.

3.- Procedimiento según el punto 1 o 2, caracteriza



do porque se combina una cantidad, tóxica como herbicida, del compuesto con un vehículo inerte.

4.- Procedimiento según el punto 1, 2 o 3, caracterizado porque se forma una composición de manera que también contiene un deshojador, un desecador, un inhibidor -  
5 del crecimiento, y/o otro compuesto activo como herbicida.

5.- Procedimiento para preparar un compuesto activo como herbicida, según el punto 1, caracterizado por hacer reaccionar un semiéster alcohílico/semiácido, o un semiéster alcohílico/haluro de acilo, del ácido 2,3,5,6-tetraha-  
10 lotereftálico, en el que el grupo alcohol contiene de 1 a 3 átomos de carbono, con un alcohol que contiene de 1 a 3 átomos de carbono, o por hacer reaccionar dicho semiácido, o una sal del mismo, con un agente de alcoholación en  
15 el que el grupo alcohol contiene de 1 a 3 átomos de carbono, eligiéndose dicho alcohol o agente de alcoholación de forma que el compuesto obtenido contenga exactamente - un grupo carbometoxi.

6.- Procedimiento para preparar un compuesto activo  
20 como herbicida, según el punto 1, caracterizado por halogenar un semiéster alcohílico/semiácido, del ácido 2,3,5,6-tetrahalotereftálico, en el que el grupo alcohol contiene de 1 a 3 átomos de carbono, para formar el semihalu-  
ro de acilo, y hacer reaccionar dicho haluro con un al-  
25 cokol que contiene de 1 a 3 átomos de carbono, elegido de forma que dicho compuesto contenga exactamente un grupo - carbometoxi.

7.- Método para destruir plantas indeseables, caracte-  
30 rizado por ponerlas en contacto con un compuesto activo como herbicida, según se ha definido en el punto 1 o 2, o

323450



con una composición herbicida que contiene dicho compuesto, en cantidad dañina para dichas plantas.

8.- Procedimiento para preparar una composición herbicida.

5

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

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

19 OCT 1966

Madrid,

P. A.

Alberto de Elzabur  
For Foran