



335196

13 ENE. 1967

PATENTE DE INVENCION

=====
O.Z. 24.051

Memoria Descriptiva

sobre:

" Procedimiento para la obtención de un herbicida".

.....

Solicitante: BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en Ludwinshafen/Rhein, Ale
mania.

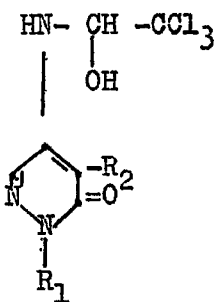
.....

Es conocido el empleo del compuesto
1-fenil-4-(α -hidroxi- β , β , β -tricloraetil)-amino-5-
cloropiridazona-(6) como herbicida (véase la patente
alemana 1 107 998). También es de conocimiento gene-
5. ral el hecho de que el producto 2-cloro-4,6-bis-(eti



lamino)-s-triacina se utiliza como herbicida total -
(veáse la primera publicación de patente alemana -
1 011 904). No obstante, su acción respectiva no sa-
tisface en todos los respectos.

5. Encontróse, sin embargo, que son herbicidas eficaces las piridazonas de la fórmula



10. en la que R_1 representa un radical fenilo substituído por halógeno, especialmente flúor, cloro, bromo, o por el radical trifluórmétilo o alquilo, R_2 es cloro o bromo, y R_1 significa además, el radical ciclo-
pentilo si R_2 es bromo.

15. Las piridazonas a emplear conforme a la presente invención se obtienen con facilidad haciendo reaccionar las correspondientes piridazonas substituídas por grupos amino y por halógenos, con cloral. Como ejemplo se puede citar la reacción de la 1-p-flúorfenil-4-amino-5-cloropiridazona-(6) con cloral, de la que resulta la 1-p-flúorfenil-4-(α -hidroxi- β,β,β -tricloraetil)-amino-5-cloropiridazona-
20. (6).

Como todos los demás compuestos -
empleados conforme a la presente invención se preparan según procedimientos análogos, se describe a con



335196

tinuación más en detalle, a título de ejemplo, la producción de la l-p-flúorfenil-4-(α -hidroxi- β,β,β -triclороetil)-amino-5-cloropiridazona-(6):

- 5 partes de l-p-flúorfenil-4-amino-5-cloropiridazona-(6) y 50 partes de cloral se calientan durante 10 minutos hasta la ebullición. Después de enfriar, se obtienen 7 partes de un producto cristalizado el cual es la l-p-flúorfenil-4-(α -hidroxi- β,β,β -triclороetil)-amino-5-cloropiridazona-(6), según resulta del análisis al cual se lo somete (PF: 228 - hasta 229°C).

- Los productos controladores del crecimiento de plantas objeto de la presente invención pueden aplicarse en forma de disoluciones, emulsiones, suspensiones o polvo. La forma de aplicación en cada caso más apropiada depende de la finalidad del empleo de los compuestos, siendo, sin embargo, importante que esté asegurada siempre la fina repartición de la substancia activa.

- Como agentes auxiliares utilizables para obtener disoluciones directamente pulverizables, entran en consideración las fracciones de aceites minerales de punto de ebullición mediano hasta elevado, por ejemplo queroseno o aceite Diesel, como asimismo aceites de alquitrán mineral y aceites de procedencia vegetal o animal, además de hidrocarburos cíclicos tales como tetrahidronaftalina y naftalinas alquiladas.

- Las formas de aplicación acuosas pueden prepararse a partir de concentrados de emul-



335 196

- sión, pastas o polvos humectables (polvos pulverizables), a los que se añade agua. Para obtener emulsiones, las sustancias pueden homogeneizarse en agua en su forma inicial o en forma disuelta en un disolvente, con ayuda de humectantes o dispersantes. No hay tampoco inconveniente en preparar, a partir de la sustancia activa, un emulgente o dispersante y eventualmente un disolvente, concentrados diluibles con agua. Los compuestos de suficiente basicidad pueden emplearse también en forma de sales en disolución acuosa, después de salificados con ácidos.
- 5.
- 10.

Para obtener los productos en forma de polvo, las sustancias activas se mezclan o se muelen junto con una carga sólida.

- 15.
- Los siguientes ensayos comparativos demuestran la superioridad de las mezclas conforme a la presente invención, respecto a las sustancias activas conocidas.

Ejemplo 1:

- 20.
- En la arena arcillosa introducida en macetas de plástico (8 cm de diámetro) colocadas en el invernáculo se sembraron semillas de:
- beta vulgaris (remolachas), zea mays (maíz), pisum - sativum (guisantes, allium cepa (cebollas), chenopodium album (cenizo), urtica urens (ortiga menor), - sinapis arvensis (mostaza silvestre), lamium amplexicaule (ortiga muerta amplexicaula), poa annua (espiguiilla anual). La tierra así preparada se trató, acto seguido, con 3 kg/hectárea de 1-p-flúorfenil-4-
- 25.
- 30.
- (2-hidroxi-β,β,β-tricloroetil)-amino-5-cloropirida-

335196



zona-(6) (I) y comparativamente, con 3 kg/hectárea - de 1-fenil-4-(α -hidroxi- β,β,β -tricloroetil)-amino-5-cloropiridazona-(6) (II), empleándose los productos en forma dispersada en 500 litros de agua por hectárea. Cuatro a cinco semanas después, se mostró que la acción herbicida de I es más fuerte que la ejercida por el compuesto II. El efecto herbicida producido por los productos mencionados se indica en la siguiente tabla:

	Substancia activa	
	I	II
Plantas útiles:		
Remolachas	0	0
Maíz	0	0-10
Guisantes	0	0
Cebollas	0	10
Plantas inútiles:		
Cenizo	90	80
Ortiga menor	100	80-90
Mostaza silvestre	100	90
Ortiga muerta	80	60-70
Espiguilla anual	90-100	70-80

0 = Sin efecto perjudicial

100 = Destrucción total

10. Producen el mismo efecto biológico que el compuesto I indicado en los ejemplos 1, 2, 3 y 4:

335196

13



- 1-p-flúorfenil-4-(α -hidroxi- β,β,β -triclóroetil)-amino-5-bromopiridazona-(6)
- 1-p-clorofenil-4-(α -hidroxi- β,β,β -triclóroetil)-amino-5-bromopiridazona-(6)
5. 1-m-metilfenil-4-(α -hidroxi- β,β,β -triclóroetil)-amino-5-bromopiridazona-(6)
- 1-m-metilfenil-4-(α -hidroxi- β,β,β -triclóroetil)-amino-5-cloropiridazona-(6)
10. 1-p-bromofenil-4-(α -hidroxi- β,β,β -triclóroetil)-amino-5-cloropiridazona-(6)
- 1-p-triflúormetil-4-(α -hidroxi- β,β,β -triclóroetil)-amino-5-cloropiridazona-(6)
- 1-ciclopentil-4-(α -hidroxi- β,β,β -triclóroetil)-amino-5-bromopiridazona-(6).
15. Ejemplo 2:
- En el invernáculo, las plantas: zea mays (maíz), hordeum vulgare (cebada), allium cepa (cebollas), pisum sativum (guisantes), beta vulgaris (remolachas), sinapis arvensis (mostaza silvestre), chenopodium album (cenizo), urtica urens (ortiga menor), matricaria chamomilla (camomila), poa annua (espiguilla anual), alopecurus myosuroides (alopecuro), de entre 3 y 15 cm de altura, se trataron con 3 kg/hectárea de 1-p-flúorfenil-4-(α -hidroxi- β,β,β -triclóroetil)-amino-5-cloropiridazona-(6) (I) y comparativamente, con 3 kg/hectárea de 1-fenil-4-(α -hidroxi- β,β,β -triclóroetil)-amino-5-cloropiridazona-(6) (II), aplicándose los compuestos en forma dispersada en 500 litros de agua por hectárea. Tres a cuatro semanas después, se mostró que I había producido
- 20.
- 25.
- 30.



un efecto herbicida más fuerte que el producto II.
En la siguiente tabla se indican los resultados obtenidos en este experimento:

	Substancia activa	
	I	II
Plantas útiles:		
Maíz	0	0-10
Cebada	0-10	10-
Cebollas	10	20
Guisantes	0	0
Remolachas	0-10	0
Plantas inútiles:		
Mostaza silvestre	100	90
Cenizo	90-100	90
Ortiga menor	100	90
Camomila	90-100	80-90
Espiguilla anual	80	60
Alopecuro	70-80	50

0 = Sin efecto perjudicial

100 = Destrucción total

Ejemplo 3:

5. Sobre un terreno experimental en el que se había sembrado: *chenopodium album* (cenizo) *urtica urens* (ortiga menor), *sinapis arvensis* (mostaza silvestre), *lamium amplexicaule* (ortiga muerta amplexicaula), *poa annua* (espiguilla anual), se pulverizó, el mismo día de la siembra, 5 kg/hectárea de
10. 1-p-flúorfenil-4-(α -hidroxi- β , β , β -tricloroetil)-ami

335196

3



- no-5-cloropiridazona-(6) (I) y, a título de comparación, 5 kg/hectárea de 2-cloro-4,6-bis-(etilamino)-s-triacina (II) aplicándose los productos en forma dispersada en 500 litros de agua por hectárea. A las 3 ó 4 semanas de efectuada la aplicación, se mostró que el compuesto activo I había destruído completamente las malas hierbas de hojas anchas y de hojas estrechas, mientras que parte de las malas hierbas tratadas con la substancia activa II no resultaron muertas.
- 5.
10. Ejemplo 4:
- Sobre un terreno agrícola útil cubierta de:
- cenizo (*chenopodium album*), ortiga menor (*urtica urens*), mostaza silvestre (*sinapis arvensis*), ortiga muerta - amplexicaula (*lamium amplexicaule*), espiguilla anual (*poa annua*), se pulverizó, en el momento de haber alcanzado las malas hierbas una altura de crecimiento de entre 3 y 8 cm, 5 kg/hectárea de 1-p-flúorfenil-4-(α -hidroxi- β,β,β -tricloroetil)-amino-5-cloropiridazona-(6) (I) y comparativamente, 5 kg/hectárea de 2-cloro-4,6-bis-(etilamino)-s-triacina (II), ambos compuestos en forma dispersada en 500 litros de agua por hectárea. Ocho días después, las malas hierbas de hojas anchas y de hojas estrechas tratadas con la substancia activa I mostraron señales marcadas de destrucción, mientras que las plantas sobre las que se había pulverizado el producto II, experimentaron todavía crecimiento normal. Tres semanas después, casi todas las plantas resultaron completamente destruidas.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

335 196⁹ -

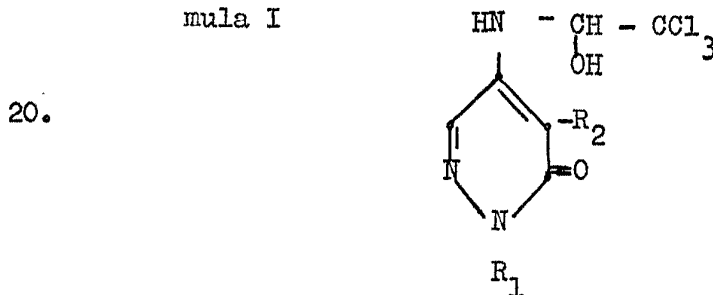
335196



NOTA 3 ENE. 1967

5. 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 patente presentada en Alemania con fecha 5 de enero de 1.966, bajo el número B 85.284,
10. acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: " Procedimiento para la obtención de un herbicida", caracterizándose por lo siguiente:
- 15.

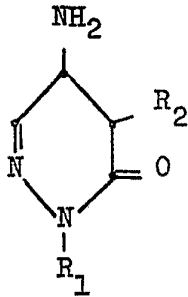
1ª.- Procedimiento para la obtención de un herbicida, que contiene un derivado piridazónico de fórmula I



25. en la que R₁ representa un radical fenilo, substituido por halógeno ó el radical trifluormetilo ó alquilo, R₂ es cloro ó bromo y R₁ significa además el radical ciclo pentilo si R₂ es bromo, caracterizado porque en una primera etapa se obtiene el derivado piridazónico de fórmula I mediante reacción de un derivado piridazónico
30. de fórmula II.

335196

- 10 -



5. en la que R₁ y R₂ tienen los significados arriba indicados con cloral y, a opción, en una segunda etapa, el derivado piridazónico de fórmula I se mezcla con un material de carga sólido ó líquido.

2ª.- Procedimiento para la obtención de un herbicida, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid,

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK
AKTIENGESELLSCHAFT.

3 ENE 1967

A. GOMEZ ACEBO Y CAÑEDEL
p. l. Firmado: F. Hernández Ruiz