



No. 343.247

343247

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de una

PATENTE DE INVENCION

Solicitante: E.I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY

Domicilio: Wilmington, Delaware, EE. UU.

Emunciado: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION HERBICIDA".

Prioridad: de la solicitud de patente estadounidense n° 637.616 del 5 Mayo 1.967.

- - - -

IG.

**POOR
QUALITY**

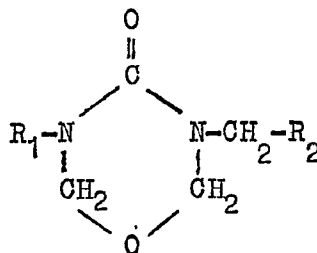


1 RESUMEN DEL INVENTO

Este invento se refiere a compuestos heterocíclicos que poseen actividad herbicida.

Más específicamente, este invento se refiere a compuestos útiles como herbicidas, de fórmula:

(I)



10

donde

R₁ es fenilo; y

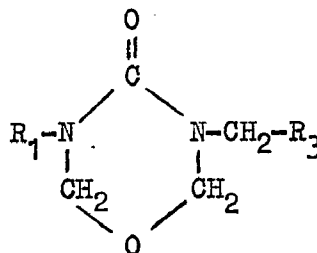
R₂ es cicloalquilo de 5 a 8 átomos de carbono; cicloalquilo de 5 a 8 átomos de carbono sustituido con CH₃ o halógeno; o cicloalqueno de 5 a 8 átomos de carbono.

15

Debido a su excelente selectividad herbicida en cultivos son preferidos los compuestos de fórmula (I) de fórmula:

20

(II)



25

donde

343247



20

1 R₁ tiene el mismo significado que en la Fórmula (I); y

R₃ es ciclohexilo o ciclohexenilo.

5 Los compuestos de Fórmula (I) presentan una eficaz actividad herbicida sobre un amplio grupo de malas hierbas anuales que incluyen las siguientes:

Digitaria, Digitaria sp.

Rabo de zorra, Setaria gaberii

Mijo, Echinochloa crusgalli

10 Mostaza, Brassica sp.

15 Las malas hierbas citadas causan daños considerables en las zonas donde se cultivan cosechas y plantas ornamentales. Por consiguiente, su destrucción mediante los compuestos del presente invento tiene un gran valor.

20 De particular importancia es la notable selectividad de la 3-(ciclohexilmetil)-5-feniltetrahydro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona (llamada de otra forma 3-fenil-5-hexahidrobenciltetrahydro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona) en el control del mijo en el arroz.

PREPARACION

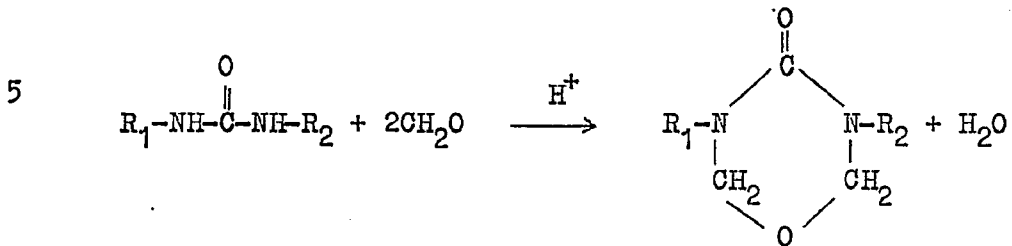
25 Los compuestos de este invento, es decir las 3-(cicloalquilmetil y cicloalquenilmetil)- 5-feniltetrahydro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-onas, se preparan por un proceso en el que se emplea formaldehido, una 1-(cicloal-

- 3 - 343247

20



1 quilmetil o cicloalquenilmetil)-3-fenilurea apropiada
 y un catalizador ácido. La reacción química puede ser
 representada por la siguiente ecuación:



donde

10 R_1 y R_2 tienen el mismo significado que en la Fórmula I.

La reacción se lleva a cabo en solución, en un di
 sólvente orgánico anhidro adecuado, a una temperatura
 de 50-150°C, con paraformaldehido o s-trioxano como fuen
 te de formaldehido. Son necesarias cantidades traza de
 un catalizador ácido; por ejemplo, ácido sulfúrico, áci-
 do p-toluensulfónico, etc. El disolvente orgánico anhi-
 dro adecuado puede ser dioxano, sulfóxido de dimetilo o
 N,N-dimetilformamida. El agua formada durante la reac-
 ción se separa mediante un agente de secado o también
 puede emplearse una mezcla de disolventes como benceno-
 dioxano, benceno-dimetilformamida y tolueno-dimetilfor-
 mamida. En este último caso, el agua formada durante la
 reacción se separa por destilación azeotrópica. Cuando
 cesa el desprendimiento de agua, la reacción es comple-

25

343247



1 ta. El aislamiento del producto implica la neutraliza-
ción del catalizador ácido, seguida de evaporación del
disolvente y cristalización o destilación.

COMPOSICIONES

5 Las composiciones herbicidas útiles para la
aplicación de los compuestos del presente invento se
preparan mezclando por lo menos un compuesto de este
invento con coadyuvantes o modificadores para el con-
10 trol de pestes, para dar composiciones en forma de pol-
vos finos, gránulos, pequeños cilindros, soluciones,
polvos dispersables en agua y dispersiones o emulsiones
acuosas.

Por lo tanto, los compuestos del invento pueden
ser utilizados con un vehículo o diluyente pesticida
15 convencional tal como un sólido finamente dividido, un
líquido disolvente de origen orgánico, agua, un agente
humectante, un agente dispersante, un agente emulsionan-
te, una emulsión acuosa o cualquier combinación adecua-
da de éstos.

20 Los agentes superficialmente activos constituyen,
en general, del 3 al 10 % en peso, aproximadamente, de
la composición total. A concentraciones mayores, hasta
4 partes en peso de agente superficialmente activo por
cada parte de una 3-(cicloalquilmetil o cicloalquenil-
25 metil)-feniltetrahidro-1,3,5-oxadiacin-4-ona, es posi-



1 ble una eficacia herbicida aumentada de la formulación.

APLICACION

5 El método de control del crecimiento de las malas
hierbas de acuerdo con el presente invento consiste en
aplicar una 3-(cicloalquilmetil o cicloalquenilmetil)-
feniltetrahidro-1,3,5-oxadiacin-4-ona de Fórmula I, or-
dinariamente en una composición herbicida, a la zona
que se desea proteger del crecimiento de plantas inde-
seables. El compuesto activo se aplica a concentración
10 suficiente para ejercer la actividad herbicida deseada.
La aplicación puede hacerse directamente sobre la vege-
tación en la zona durante el periodo de infestación, pe-
ro de preferencia la aplicación se hace sobre el terre-
no inmediatamente antes de la emergencia de la vegeta-
15 ción.

Las cantidades eficaces como herbicida de un com-
puesto de Fórmula I pueden ser determinadas fácilmente
por los expertos mediante las técnicas habituales. Depen-
den del ingrediente activo particular empleado, de la na-
20 turaleza de la formulación utilizada, del tipo de trata-
miento, del tipo de vegetación que se desea controlar,
de las condiciones climatológicas y del tipo de terreno
presente. En general, es eficaz para matar las malas
hierbas una aplicación de pre-emergencia de 1 kg a 16 kg
25 de ingrediente activo por hectárea. Si la aplicación es



1 de post-emergencia, es herbicidamente eficaz una canti-
dad comprendida entre 1 y 20 kg, aproximadamente, de in-
2 grediente activo por hectárea. Para el control general
de la vegetación, son satisfactorias unas cantidades com-
5 prendidas entre 10 y 40 kg de ingrediente activo por hec-
tárea.

Para una mejor comprensión del invento se dan los
siguientes ejemplos adicionales, las partes y porcenta-
jes se dan en peso, a menos que se indique otra cosa.

10

EJEMPLO 1

Preparación de 3-(ciclohexilmetil)-5-fenil-4H-1,3,5-oxa-
diacín-4-ona

Una mezcla de 34,8 partes en peso de 1-(ciclohexil-
metil)-3-fenilurea, 10,0 partes en peso de paraformalde-
15 hido, 0,5 partes en peso de ácido p-toluensulfónico mono-
hidrato, 75 partes en peso de p-dioxano y 125 partes en
peso de benceno se calienta a reflujo bajo un colector
Dean-Stark y se mantiene a esa temperatura hasta que ce-
sa el desprendimiento de agua. Los disolventes se sepa-
20 ran por destilación a presión reducida. Una solución del
residuo en benceno se lava consecutivamente con solución
acuosa 2 N de ácido clorhídrico y con solución acuosa sa-
turada de bicarbonato sódico. Se seca con sulfato magné-
sico anhidro. Después de filtrar la mezcla, el filtrado
25 se destila a vacío dando 3-(ciclohexilmetil)-5-fenilte-



1 trahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona, p.e. 195-196°C a
 0,5 mm, que cristaliza dejándola en reposo. Se re-
 cristaliza en éter isopropílico dando plaquetas blan-
 cas con un punto de fusión de 107-109°C.

- 5 3-(ciclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-
 1,3,5-oxadiacin-4-ona 25 %
 atapulgita 69,5
 sílice fina sintética 2
 ligninsulfonato sódico parcialmente desulfo-
 10 nado 2
 alquilnaftalensulfonato, sal sódica 1,5

Los ingredientes anteriores se mezclan, se mi-
 cropulverizan hasta un tamaño inferior a 50 micras y
 se vuelven a mezclar.

15 Esta formulación en polvo mojable se diluye con
 agua de forma que se aplican 6 kg de ingrediente acti-
 vo por hectárea, en un tratamiento de pre-emergencia,
 a un campo de arroz recién plantado.

20 El campo se inunda una vez que el arroz ha al-
 canzado 15 cm de altura. Se obtiene un buen control
 del mijo sin daños visibles al arroz.

EJEMPLO 2

25 Una mezcla de 4 partes en peso de 1-(3-ciclohe-
 xen-1-ilmetil)-3-fenilurea, 3 partes en peso de para-
 formaldehido y 0,2 partes en peso de ácido p-toluen -

343247



20

1 sulfónico monohidrato, se añade sobre una solución ca-
liente de 100 partes en peso de benceno y 80 partes
en peso de p-dioxano. La mezcla resultante se calien-
ta después a reflujo bajo un colector Dean-Stark has-
5 ta que cesa el desprendimiento de agua. Los disolven-
tes se separan por destilación a presión reducida.
Una solución del residuo en benceno se lava consecuti-
vamente con solución acuosa 2N de ácido clorhídrico y
con solución acuosa saturada de bicarbonato sódico.
10 Se seca con sulfato magnésico anhidro. Después de fil-
trar, el disolvente se separa por destilación a pre-
sión reducida y el aceite residual resultante crista-
liza. La 3-(3-ciclohexen-1-ilmetil)-5-feniltetrahidro-
4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona cristalina es prácticamente
15 pura y presenta un punto de fusión de 53-59°C.

La 3-(3-ciclohexen-1-ilmetil)-5-feniltetrahidro-
4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona del Ejemplo 2 se formula ade-
cuadamente y se aplica de forma semejante a la 3-ciclo-
hexilmetil-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
20 del Ejemplo 1. El compuesto del Ejemplo 2 también pro-
porciona un buen control del mijo y la digitaria en
los cultivos.

EJEMPLOS 3-19

25 Las siguientes tetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-
onas del invento se preparan de la misma forma que el

343247



1 compuesto del Ejemplo 1, sustituyendo la 1-(ciclohexilmetil)-3-fenilurea de dicho ejemplo por una cantidad equivalente en moles de los siguientes reactivos de urea. Los productos se formulan adecuadamente y
5 se aplican en forma semejante a la 3-(ciclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona del Ejemplo 1. Proporcionan un buen control del mijo y de la digitaria en los cultivos.

10

15

20

25

343247



Ei.	Reactivo de urea	Producto
1	1-(2-metilciclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(2-metilciclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
5	1-(3-metilciclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(3-metilciclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
5	1-(4-metilciclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(4-metilciclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
6	1-(1-ciclohexen-1-ilmetil)-3-fenilurea	3-(1-ciclohexen-1-ilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
7	1-(2-ciclopenten-1-ilmetil)-3-fenilurea	3-(1-ciclopenten-1-ilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
8	1-(2-clorociclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(2-clorociclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
9	1-(3-clorociclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(3-clorociclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
10	1-(4-clorociclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(4-clorociclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
15	1-(3-clorociclopentilmetil)-3-fenilurea	3-(3-clorociclopentilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
12	1-(2-bromociclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(2-bromociclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
13	1-(2-yodociclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(2-yodociclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
20	1-(2-fluorociclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(2-fluorociclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
16	1-(2-ciclohepten-1-ilmetil)-3-fenilurea	3-(2-ciclohepten-1-ilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
18	1-(2-ciclo-octen-1-ilmetil)-3-fenilurea	3-(2-ciclo-octen-1-ilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
25	1-(ciclopentilmetil)-3-fenilurea	3-(ciclopentilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
30	1-(cicloheptilmetil)-3-fenilurea	3-(cicloheptilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
30	1-(ciclo-octilmetil)-3-fenilurea	3-(ciclo-octilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona

343247

343247

	<u>Ej.</u>	<u>Reactivo de urea</u>	
1	3	1-(2-metilciclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(2-metilcic 1,3,5-ox
	4	1-(3-metilciclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(3-metilcic 1,3,5-ox
5	5	1-(4-metilciclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(4-metilcic 1,3,5-ox
	6	1-(1-ciclohexen-1-ilmetil)-3-fenilurea	3-(1-ciclohex 1,3,5-ox
	7	1-(2-ciclopenten-1-ilmetil)-3-fenilurea	3-(1-cicloper 1,3,5-ox
10	8	1-(2-clorociclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(2-clorocic 1,3,5-ox
	9	1-(3-clorociclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(3-clorocic 1,3,5-ox
	10	1-(4-clorociclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(4-clorocic 1,3,5-ox
	11	1-(3-clorociclopentilmetil)-3-fenilurea	3-(3-clorocic 1,3,5-ox
15	12	1-(2-bromociclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(2-bromocic 1,3,5-ox
	13	1-(2-yodociclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(2-yodocicl 1,3,5-ox
	14	1-(2-fluorciclohexilmetil)-3-fenilurea	3-(2-fluorcic 1,3,5-ox
20	15	1-(2-ciclohepten-1-ilmetil)-3-fenilurea	3-(2-ciclohep 1,3,5-ox
	16	1-(2-ciclo-octen-1-ilmetil)-3-fenilurea	3-(2-ciclo-oc 1,3,5-ox
	17	1-(ciclopentilmetil)-3-fenilurea	3-(ciclopenti oxadiaci
25	18	1-(cicloheptilmetil)-3-fenilurea	3-(ciclohepti oxadiaci
	19	1-(ciclo-octilmetil)-3-fenilurea	3-(ciclo-octi oxadiaci

343247



<u>e urea</u>	<u>Producto</u>
etil)-3-fenilurea	3-(2-metilciclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
etil)-3-fenilurea	3-(3-metilciclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
etil)-3-fenilurea	3-(4-metilciclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
etil)-3-fenilurea	3-(1-ciclohexen-1-ilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
metil)-3-fenilurea	3-(1-ciclopenten-1-ilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
etil)-3-fenilurea	3-(2-clorociclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
til)-3-fenilurea	3-(3-clorociclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
etil)-3-fenilurea	3-(4-clorociclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
metil)-3-fenilurea	3-(3-clorociclopentilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
etil)-3-fenilurea	3-(2-bromociclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
til)-3-fenilurea	3-(2-yodociclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
etil)-3-fenilurea	3-(2-fluorciclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
metil)-3-fenilurea	3-(2-ciclohepten-1-ilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
metil)-3-fenilurea	3-(2-ciclo-octen-1-ilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
3-fenilurea	3-(ciclopentilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
3-fenilurea	3-(cicloheptilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona
3-fenilurea	3-(ciclo-octilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona

3-fenilurea
1247

343247



1

EJEMPLO 20

	3-(ciclohexilmetil)-5-feniltetrahydro-4H-	
	1,3,5-oxadiacin-4-ona	50 %
	montmorillonita calcinada	48
5	dioctilsulfosuccinato sódico	1
	celulosa metilada	1

Los ingredientes anteriores se mezclan, se micropulverizan hasta un tamaño de partícula inferior a 50 micras y se vuelven a mezclar.

10

La formulación se diluye con agua de forma que se aplica 1 kg de ingrediente activo por hectárea en 400 litros de agua, como pulverización de pre-emergencia sobre maíz plantado en tierra arcillosa. Con el tratamiento se consigue el control de la digitaria.

15

EJEMPLO 21

	3-(3-ciclohexen-1-ilmetil)-5-feniltetrahydro-	
	4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona	25 %
	atapulgita	65
	sílice sintética finamente dividida	5
20	laurilsulfato sódico	1
	ligninsulfonato cálcico	4

Los ingredientes anteriores se mezclan, se micropulverizan hasta un tamaño de partícula inferior a 50 micras y se vuelven a mezclar.

25

Se aplican 16 kg de ingrediente activo del pol-



1 vo mojable por hectárea en 500 litros de agua, entre
 los surcos de plantas de invernadero ornamentales es-
 tablecidas, a principios de la primavera, pocos días
 antes de que las malas hierbas comiencen a salir. Con
 5 el tratamiento se consigue el control de las malas
 hierbas anuales como digitaria, mijo y rabo de zorra.
 Se observa un buen desarrollo en las plantas ornamen-
 tales como tejo, tuya, aligustre y forsitia.

EJEMPLO 22

10	3-(2-metilciclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-	
	4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona	40 %
	arcilla de atapulgita extra-fina premolida	50
	sílice fina sintética	5
	alquilnaftalensulfonato sódico	3
15	ligninsulfonato sódico modificado	2

Los componentes se mezclan y micropulverizan.
 Se pasan por un molino energizado mediante un fluido
 para reducir todavía más el tamaño de partícula del
 componente activo.

20 Se suspenden 100 kg de esta formulación en 800
 litros de agua y se pulverizan sobre una hectárea en
 primavera, antes de que salgan las plántulas de malas
 hierbas. Con este tratamiento se consigue el control
 de malas hierbas como plántulas de digitaria y hierba
 25 de Johnson.

343247



1.

EJEMPLO 23

3-(3-metilciclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-	
4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona	25 %
isoforona	67
5 éter alquilfenílico de polietilenglicol	4,0
sulfonato de petróleo soluble en aceites	4,0

Los componentes anteriores se agitan en un tanque hasta que se obtiene una solución homogénea.

10 La formulación anterior se aplica a un terreno lindante con la vía férrea a razón de 40 kg de ingrediente activo por hectárea en 500 litros de agua, a principios de primavera. Se obtiene un buen control de la mayor parte de las hierbas anuales como digitaria, mijo y rabo de zorra.

15

EJEMPLO 24

3-(2-metilciclohexil)-5-feniltetrahidro-4H-	
1,3,5-oxadiacin-4-ona	15 %
aceite de hierbas aromático	50
isopropanol	35

20 Los ingredientes anteriores se agitan en un tanque hasta que se obtiene una solución homogénea.

25 Se diluyen 100 litros de la formulación con 400 litros de aceite herbicida, como Lion Oil nº6 o combustible Diesel. Esta mezcla se pulveriza con un pulverizador de mano de tal forma que se cubran las plan



1 tas herbáceas para el control de las malas hierbas.

EJEMPLO 25

	3-(2-metilciclohexilmetil)-5-feniltetrahydro-	
	4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona	30 %
5	atapulgita hidratada	2
	ligninsulfonato cálcico más azúcares de madera	15
	fosfato disódico hidrógeno	1
	pentaclorofenato sódico	1
	solución de hidróxido sódico (a pH 9,0) más	
10	agua	51

EL componente activo se pasa por un tamiz con
 15 aperturas de 0,8 mm y después se muele con arena en
 un molino refrigerado con los restantes componentes
 hasta un tamaño de partícula esencialmente inferior
 a 5 micras.

La formulación se diluye con agua a la que se
 ha agregado el 0,5 % de un agente superficialmente
 activo como éter trimetilnonílico de polietilengli-
 col. El material se aplica en primavera, a razón de
 20 6 kg/Ha en 300 litros de mezcla de agua y agente su-
 perficialmente activo. La mezcla se aplica en forma
 de pulverización dirigida sobre las malas hierbas jó-
 venes que crecen en la soja de 15 cm de altura como
 mínimo. Con el tratamiento se consigue el control de
 25 las malas hierbas anuales como digitaria y rabo de

343247



1 zorra hasta que la cosecha se espesa.

EJEMPLO 26

	3-(ciclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-	
	1,3,5-oxadiacin-4-ona	15 %
5	sulfato sódico anhidro	10
	sub-bentonita	30
	caolinita	30
	dodecibencenosulfonato sódico	2
	ligninsulfonato cálcico más azúcares de madera	13

10 Los anteriores ingredientes se muelen hasta que atraviesan un tamiz con aperturas de 0,15 mm, se humedecen con agua y después se comprimen y extruyen a través de un orificio de 2,4 mm. El extruido se corta en pequeños cilindros que después se secan antes de

15 su uso.

Los pequeños cilindros se esparcen antes de la salida de las malas hierbas a razón de dos cucharadas por cada 30 m². Con el tratamiento se controla la digitaria y el rabo de zorra.

20

EJEMPLO 27

	3-(ciclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-	
	1,3,5-oxadiacin-4-ona	10 %
	atapulgita hidratada	5
	atapulgita calcinada	82
25	éter trimetilnonílico de polietilenglicol	2



1 ligninsulfonato sódico 1

Los ingredientes anteriores se muelen hasta que atraviesan un tamiz con aperturas de 0,30 mm. Después se humedecen con agua y se granulan pasándolos por un granulador. Los gránulos se secan y se tamizan para obtener el intervalo de tamaños preferido de 0,6 a 1,25 mm.

Los gránulos se esparcen con un distribuidor de fertilizante de praderas sobre un camino de ladrillos infestado de malas hierbas anuales, de forma que se aplican 8 kg de ingrediente activo por hectárea. La aplicación se realiza antes de la emergencia de la digitaria y del rabo de zorra. Con el tratamiento se consigue el control de estas malas hierbas anuales.

15 EJEMPLO 28

3-(4-metilciclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-	
4H-1,3,5-oxadiacin-4-ona	10 %
atapulgita granulada	90

El componente activo se diluye con 2 partes de cloruro de metileno por cada parte de ingrediente activo. Esta solución se pulveriza sobre gránulos de arcilla volteados en un mezclador, Una vez evaporado el disolvente, los gránulos quedan listos para su empleo.

25

343247



1

EJEMPLO 29

Polvo mojable del Ejemplo 1	7 %
atapulgita granulada (15-30 mallas)	88
ligninsulfonato magnésico cálcico más azú-	
cares de madera	5

5

El polvo mojable del Ejemplo 1 se suspende en agua. A continuación se añade el ligninsulfonato más azúcar de madera. Esta mezcla se pulveriza después sobre la atapulgita granulada que se hace girar en un mezclador, A continuación se secan los gránulos que quedan listos para su empleo.

10

15

Los gránulos se esparcen con un distribuidor de fertilizante de tal forma que se aplican 6 kg de ingrediente activo por hectárea a un arroz recién plantado. Con el tratamiento se consigue el control del mijo.

EJEMPLO 30

3-(ciclohexilmetil)-5-feniltetrahydro-4H-	
1,3,5-oxadiacin-4-ona	5 %
talco	95

20

Los ingredientes anteriores se mezclan y micro pulverizan hasta que atraviesan un tamiz con aperturas de 0,30 mm. Después se vuelven a mezclar.

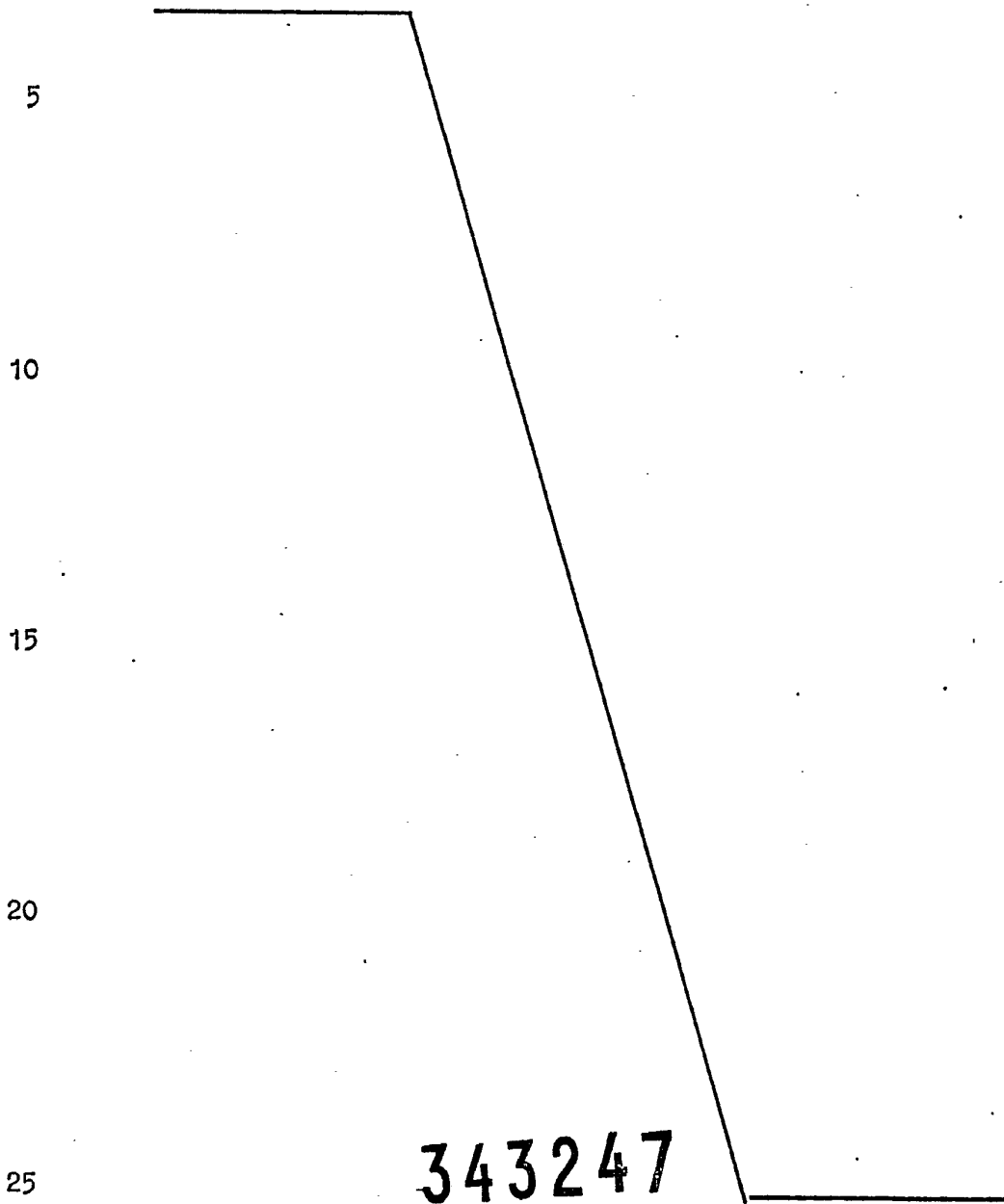
25

La formulación en polvo fino se aplica a un campo recién cultivado a razón de 15 kg de ingrediente activo por hectárea, utilizando un distribuidor de fer

343247



1 tilizante. El tratamiento reduce el desarrollo de ma-
las hierbas anuales durante una estación.



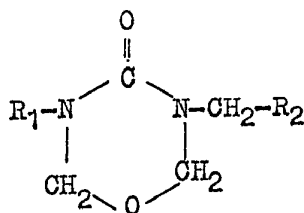


1

REIVINDICACIONES

5

1. Un procedimiento para la preparación de una composición herbicida que consiste en incorporar a un diluyente inerte adecuado una cantidad herbicidamente eficaz de un compuesto que responde a la fórmula siguiente:



10

donde

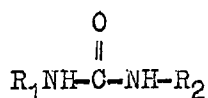
R₁ es fenilo;

R₂ está seleccionado entre el grupo formado por cicloalquilo de 5 a 8 átomos de carbono, cicloalquilo de 5 a 8 átomos de carbono sustituido con metilo, cicloalquilo de 5 a 8 átomos de carbono sustituido con halógeno y cicloalqueniilo de 5 a 8 átomos de carbono;

15

cuyo compuesto se obtiene haciendo reaccionar formaldehído o paraformaldehído con un compuesto de fórmula:

20



donde R₁ y R₂ son los descritos antes, en presencia de un catalizador ácido.

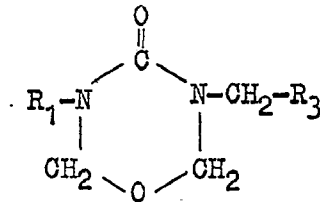
25

2. Un procedimiento para la preparación de una

343247



1 composición herbicida que consiste en incorporar a un
diluyente inerte adecuado una cantidad herbicidamente
eficaz de un compuesto que responde a la fórmula:



donde

R₁ es fenilo; y

10 R₃ está seleccionado entre el grupo formado por ciclohexilo y ciclohexenilo;

cuyo compuesto se obtiene haciendo reaccionar un formaldehído o paraformaldehído con un compuesto de fórmula:



donde R₁ y R₃ son los descritos antes, en presencia de un catalizador ácido.

20 3. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que el compuesto herbicida es 3-(ciclohexilmetil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona que se obtiene haciendo reaccionar paraformaldehído con 1-(ciclohexilmetil)-3-fenilurea, en presencia de un catalizador ácido.

25 4. Un procedimiento según la Reivindicación 1, en el que el compuesto herbicida es 3-(3-ciclohexen-1-



1 il-metil)-5-feniltetrahidro-4H-1,3,5-oxadiazin-4-ona
que se obtiene por reacción de paraformaldehído con
3-(3-ciclonhexen-1-il-metil)-3-fenilurea, en presencia
de un catalizador ácido.

5 5. Se reivindica por último como objeto sobre
el que ha de recaer la Patente de Invención que se so-
licita: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA
COMPOSICION HERBICIDA".

10 Todo conforme queda descrito y reivindicado en
la presente Memoria descriptiva que consta de veinti-
dós páginas mecanografiadas.

Madrid, 20 de Julio 1.967

BERNARDO UNGRIA

P.P.

15

20

343247

25