



346224

MEMORIA DESCRIPTIVA

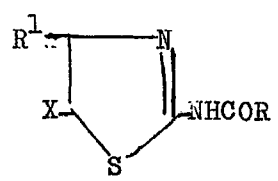
Correspondiente a la solicitud de registro de una Patente de In-
vención que, por veinte años se solicita registrar en España, a fa-
vor de la firma TOYO KOATSU INDUSTRIES, INCORPORATED, de nacionali-
dad jurídica japonesa, residente en TOKYO (Japon), 10,2-banchi,
4-chome, Nihonbashi, Hongokucho, Chuo-ku, -----

p o r

"PROCEDIMIENTO PARA OBTENER SUBSTANCIAS QUIMICAS EVITADORAS DE VE-
GETACIONES INDESEABLES"

Esta patente de invención se refiere a un procedimiento para
evitar el crecimiento de ciertas plantas indeseables, mediante com-
puestos adecuados.

De acuerdo con ella, aquí se dan a conocer nuevos procedimien-
5 tos y composiciones herbicidas para evitar el crecimiento de plan-
tas indeseables empleando como elemento activo un derivado de tia-
zol de fórmula gráfica





346224

en la que R es un radical alquilo (alcohilo) o alquenilo de 1 a 4 átomos de carbono, R¹ es un radical de hidrógeno o metilo y X es un radical de cloro, bromo o nitrógeno.

Los derivados de tiazol mencionados no solamente evitan eficaz-
5 mente el crecimiento de plantas de hojas anchas, si no que también impiden selectivamente el crecimiento de malezas herbáceas como hierbas de cangrejo (género DIGITARIA), hierbas de granja (ECHINOCH-
LOA CRUSGALLI), avenas (silvestre) y colas de zorra (ALOPECURUS,
HORDEUM, SETARIA) en conjunción con plantas herbáceas útiles como
10 el arroz y la cebada. Cuando el compuesto se aplica al suelo vegetal, no muestra ninguna acción anuladora de la germinación u otra acción perjudicial en absoluto sobre cualquiera de las plantas de hojas anchas y plantas herbáceas. Sin embargo, cuando se aplica directamente a los tallos y hojas de tales plantas, muestra la acción
15 herbicida selectiva contra dichas plantas de hojas anchas y malezas herbáceas.

Los compuestos anteriormente mencionados que se preparan fácilmente por el procedimiento de esta patente son cristales solubles en alcohol, acetona, benceno y éter de petróleo pero son insolubles en
20 agua. El compuesto de la fórmula anteriormente mencionada en la que R¹ es hidrógeno obtenido por clorurado, bromado o nitrado, de 2-amino-tiazol obtenido reaccionando tiourea y monocloroacetal o monocloroacetaldehido y haciendo reaccionar el resultante 2-amino-5-clorotiazol,
2-amino-5-bromotiazol o 2-amino-5-nitrotiazol, con un ácido graso
25 de 2 a 5 átomos de carbono, su anhídrido ácido o su cloruro ácido. Igualmente, el compuesto de la fórmula anteriormente mencionada en la que R¹ es un radical de metilo se obtiene por clorurado, bromado o nitrado de 2-amino-4-metiltiazol obtenido condensando monocloroacetona y tiourea en presencia de un alcali y haciendo reaccionar el
30 resultante 2-amino-4-metil-5-clorotiazol, 2-amino-4-metil-5-bromotia-

346224



zol o 2-amino-4-metil-5-nitrotiazol con un ácido graso de 2 a 5 átomos de carbono, su anhídrido ácido o su cloruro ácido. En ejemplos que siguen se han utilizado: (A) 2-acetilamino-5-clorotiazol, (D) 2-propionilamino-5-clorotiazol, (E) 2-isobutirilamino-5-clorotiazol, 5 (C) 2-acriloilamino-5-bromotiazol, (B) 2-acetilamino-5-nitrotiazol, (F) 2-acetilamino-4-metil-5-clorotiazol, (G) 2-propionilamino-4-metil-5-clorotiazol, (H) 2-butilamino-4-metil-5-clorotiazol, (I) 2-valerilamino-4-metil-5-clorotiazol, (J) 2-acetilamino-4-metil-5-bromotiazol, (K) 2-propionilamino-4-metil-5-bromotiazol, (L) 2-acetilamino-4-metil-5-nitrotiazol, (M) 2-propionilamino-4-metil-5-nitrotiazol, (N) 2-butilamino-4-metil-5-nitrotiazol y (O) 2-valerilamino-4-metil-5-nitrotiazol.

La utilización del presente invento se realiza aplicando una cantidad anuladora de crecimiento del derivado del tiazol anteriormente 15 mencionado a los tallos y hojas (las partes que sobresalen de la tierra) de las plantas indeseables. El momento para la aplicación del derivado de tiazol anteriormente citado a las plantas indeseables es preferentemente el periodo desde el momento del desarrollo de una hoja al periodo de seis hojas en las plantas monocotiledóneas 20 y el período después del momento del desarrollo del cotiledón en las plantas dicotiledóneas. El derivado de tiazol anteriormente mencionado se aplica en una proporción de 5 a 200 g, preferiblemente 20 a 50 g por área métrica de diez metros de lado.

La excelente acción herbicida de este derivado del tiazol requiere la aplicación de una pequeña cantidad del ingrediente activo 25 distribuida uniformemente sobre la amplitud del área. Por supuesto, esto es difícil de realizar empleando material puro. Sin embargo, incrementando el volumen del material, por ejemplo, mezclando este derivado del tiazol con un diluyente o portador inerte, puede conseguirse más fácilmente la aplicación a las plantas no deseables. 30

346224



Se dan a conocer igualmente aquí nuevas composiciones herbicidas, obtenidas por el procedimiento de este invento, que contienen el derivado de tiazol intimamente dispersado en un portador inerte. Tal portador pueden ser bien sólidos, tales como talco, arcilla, tierra de diatomeas, serrín, carbonato cálcico, y similares o líquidos tales como isoforona, ciclohexano, tolueno, xileno, metanol, isopropilalcohol, acetona, agua y similares, en los cuales puede ser disuelto o dispersarse el agente activo. Es preferible que la cantidad de ingrediente activo presente en la composición esté en la proporción de 0,1 a 50% del peso de la composición. Puede añadirse a la composición un agente tensioactivo para conseguir una dispersión o emulsión adecuada en un líquido como el agua para realizar pulverizaciones acuosas. Ejemplos de agentes tensioactivos adecuados son las sales ácidas sulfónicas de alquilbenceno, ésteres ácidos grasos de poliglicol, ésteres ácidos grasos de polioxietilenglicol, ésteres ácidos grasos de polioxietileno poliol, ésteres de polioxietilenglicol sorbitan alquil (alcohol), ésteres de polioxietileno glicol alcohol, sales del ácido naftalensulfónico y sales sódicas de condensados de ácidos ligninsulfónico-formaldehído. Es preferible que la cantidad de agente tensioactivo en la composición esté en la proporción de 0,05 a 15% del peso de la composición.

Se presentan los siguientes ejemplos. Las partes y los porcentajes dados en los mismos son por peso.

Ejemplo 1

Cada uno de varios recipientes hechos de resina de urea, y de una superficie de 100 cm², cada uno, fué rellenado con 500 g de tierra vegetal secada al aire y pasada por un tamiz de la malla 16. Un fertilizante mezclado de 50 mg de N, P₂O₅ y K₂O (50 mg de cada uno) se agregó a la tierra vegetal de cada recipiente y se mezclaron bien. El contenido de agua en la tierra vegetal se llevó hasta el 60% de

346224



la capacidad máxima de agua de la tierra vegetal. Se plantaron en cada recipiente 20 semillas de plantas de arroz, hierbas de granja (ECHINOCHLOA CRUSGALLI), guisantes de oregón y rábanos y después se cubrieron con 30 g de tierra vegetal. Las semillas germinaron y se cultivaron en un invernadero. Los días de siembra de las semillas de las hierbas de granja, guisantes de oregón y rábanos, fueron, respectivamente, un día, siete días y nueve días después de la siembra de las semillas de plantas de arroz. En 13 días después del día de siembra de las semillas de plantas de arroz, se dejaron sin cortar en cada recipiente 10 plantas regularmente crecidas pero las plantas restantes en cada recipiente fueron cortadas.

De cada una de las suspensiones en agua de 5 g/l de (A) 2-acetilamino-5-clorotiazol, (B) 2-acetilamino-5-nitrotiazol y (C) 2-acriloilamino-5-bromotiazol, respectivamente fueron pulverizados 2 cm³ uniformemente sobre los tallos y hojas de las plantas en recipientes independientes. 14 días después de que las suspensiones fueron pulverizadas, se sacaron las plantas y se pesaron. Los resultados se indican en la tabla 1 como índices basados en el control no tratado, como 100. Los datos son valores medios de dos repeticiones.

20

Tabla 1

| Compuesto | Peso de la planta | | | |
|-----------------------------------|-------------------|----------------|------------------|--------|
| | Plantas de arroz | Hierbas granja | Guisantes oregon | Rabnos |
| (A) 2-acetilamino-5-clorotiazol | 100,0 | 12,0 | 11,2 | 0,0 |
| (B) 2-acetilamino-5-nitrotiazol | 93,4 | 45,0 | 40,3 | 38,2 |
| (C) 2-acriloilamino-5-bromotiazol | 82,9 | 49,0 | 50,7 | 27,0 |
| Control no tratado | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 |

25

Ejemplo 2

30

Se sembraron y cultivaron de la misma manera que en el ejemplo

346224



1 20 semillas de cada de mijo, plantas de arroz, hierba de granja y
 coles chinas (BRASSICA PEKINENSIS, BRASSICA CHINENSIS). Los días de
 siembra de las semillas de plantas de arroz, de hierbas de granja y
 coles chinas, fueron, respectivamente, tres días, cuatro días y ocho
 5 días después de la siembra de las semillas de mijo. En 18 días des-
 pués del día de la siembra de las semillas de mijo, se dejaron sin
 cortar en cada uno de los recipientes 10 plantas regularmente creci-
 das pero el resto de las plantas de cada recipiente se cortaron. De ca-
 da una de las suspensiones en agua de 5 g/l de (D) 2-propionilamino-
 10 5-clorotiazol y (E) 2-isobutirilamino-5-clorotiazol, respectivamente
 se pulverizaron 2 cm³ uniformemente sobre los tallos y hojas de plan-
 tas en los recipientes independientes. 16 días después de que se pul-
 verizaron las suspensiones, se sacaron las plantas y se midieron sus
 alturas y pesos. Los resultados se indican en la tabla 2 como índi-
 15 ces basados en el control no tratado, como 100. Los datos son valores
 medios de dos repeticiones.

Tabla 2

| 20 | Compuesto | Altura de la planta | | | |
|----|-------------------------------------|---------------------|-------|----------------|--------------|
| | | Plantas arroz | Mijo | Hierbas granja | Coles Chinas |
| | (D) 2-propionilamino-5-clorotiazol | 100,0 | 0,0 | 12,4 | 0,0 |
| | (E) 2-isobutirilamino-5-clorotiazol | 94,5 | 0,0 | 33,5 | 0,0 |
| 25 | Control no tratado | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 |

| 30 | Compuesto | Peso de la planta | | | |
|----|------------------------------------|-------------------|-------|----------------|--------------|
| | | Plantas arroz | Mijos | Hierbas granja | Coles Chinas |
| | (D) 2-propionilamino-5-clorotiazol | 100,0 | 0,0 | 14,0 | 0,0 |



346224

| | | | | |
|-------------------------------------|-------|-------|-------|-------|
| (E) 2-isobutirilamino-5-clorotiazol | 98,4 | 0,0 | 28,0 | 0,0 |
| Control no tratado | 100,0 | 100,0 | 100,0 | 100,0 |

5

Ejemplo 3

De la misma forma que en el ejemplo 1, se sembraron y cultivaron 20 semillas de cada; de plantas de arroz, mijos y colés chinas. Los días de siembra de las semillas de arroz y de coles chinas fueron, respectivamente, tres días y ocho días después de la siembra de las semillas de mijo. En 18 días después del día de la siembra de las semillas de mijo, se dejaron sin cortar en cada recipiente 10 plantas regularmente crecidas, pero se cortaron las restantes plantas de cada recipiente. De cada una de las suspensiones en agua 5 g/l de (F) 2-acetilamino-4-metil-5-clorotiazol, (G) 2-propionilamino-4-metil-5-clorotiazol, (H) 2-butirilamino-4-metil-5-clorotiazol, (I) 2-valerilamino-4-metil-5-clorotiazol, (J) 2-acetilamino-4-metil-5-bromotiazol, (K) 2-propionilamino-4-metil-5-bromotiazol, (L) 2-acetilamino-4-metil-5-nitrotiazol, (M) 2-propionilamino-4-metil-5-nitrotiazol, (N) 2-butirilamino-4-metil-5-nitrotiazol y (O) 2-valerilamino-4-metil-5-nitrotiazol, respectivamente, fueron pulverizados 2 cm³ uniformemente sobre los tallos y hojas de las plantas en recipientes independientes. 16 días después de que se pulverizaran las suspensiones, se sacaron las plantas y se midieron sus alturas y pesos. Los resultados se indican en la tabla 3 como índices basados en el control sin tratar, como 100. Los datos son valores medios de 2 repeticiones.

30

Tabla 3

346224



| Compuesto | Altura de la Planta | | | Peso de la Planta | | |
|---|---------------------|-------|--------------|-------------------|-------|--------------|
| | Plantas arroz | Mijos | Coles Chinas | Plantas arroz | Mijos | Coles Chinas |
| 5 (F) 2-acetilamino-4-metil-5-clorotiazol | 97,7 | 14,0 | 0 | 100 | 13,0 | 0 |
| (G) 2-propionilamino-4-metil-5-clorotiazol | 100 | 0 | 0 | 100 | 0 | 0 |
| (H) 2-butirilamino-4-metil-5-clorotiazol | 100 | 0 | 0 | 100 | 0 | 0 |
| 10 (I) 2-valerilamino-4-metil-5-clorotiazol | 100 | 35,7 | 16,3 | 100 | 9,4 | 5,5 |
| (J) 2-acetilamino-4-metil-5-bromotiazol | 100 | 47,8 | 14,9 | 100 | 53,4 | 13,7 |
| (K) 2-propionilamino-4-metil-5-bromotiazol | 100 | 11,2 | 0 | 100 | 34,5 | 0 |
| 15 (L) 2-acetilamino-4-metil-5-nitrotiazol | 90,5 | 0 | 0 | 100 | 0 | 0 |
| (M) 2-propionilamino-4-metil-5-nitrotiazol | 100 | 0 | 0 | 100 | 0 | 0 |
| (N) 2-butirilamino-4-metil-5-nitrotiazol | 100 | 21,3 | 11,3 | 100 | 7,5 | 3,4 |
| 20 (O) 2-valerilamino-4-metil-5-nitrotiazol | 100 | 59,7 | 35,2 | 100 | 34,5 | 10,3 |
| Control no tratado | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |

25

Ejemplo 4

De la misma forma que en el Ejemplo 1 se plantaron y cultivaron en recipientes independientes 20 semillas de cada: de plantas de arroz, trigos, mijos, hierbas de granja y avenas y 200 mg de hierbas de cangrejo. En el momento del desarrollo de las tres hojas de cada planta, se dejaron en cada recipiente, sin cortar, 10 plantas regularmente

30

346224



crecidas, pero se cortó el resto de las plantas de cada recipiente. De cada una de las suspensiones en agua de 0,1, 0,2 y 0,5% de (P) 2-propionilamino-4-metil-5-clorotiazol, respectivamente, se pulverizaron 2 cm³ uniformemente sobre los tallos y hojas de las plantas en los 5 recipientes independientes. Un mes después de que se rociaran las suspensiones, se sacaron las plantas y se midieron sus pesos y alturas. Los resultados se indican en la tabla 4 como índices basados en el control no tratado, como 100. Los datos son valores medios de dos repeticiones

10

Tabla 4

| Concentración de solución % (P) | Altura de la planta | | | | | |
|---------------------------------|---------------------|--------|--------|----------------|-------|------------------|
| | Plantas arroz | Trigos | Avenas | Hierbas granja | Mijos | Hierbas cangrejo |
| 0,1 | 100 | 100 | 6,8 | 8,0 | 2,1 | 4,0 |
| 0,2 | 100 | 100 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 0,5 | 77 | 64 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Control sin tratar | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |

20

| Concentración de solución % (P) | Peso de la planta | | | | | |
|---------------------------------|-------------------|--------|--------|----------------|-------|------------------|
| | Plantas arroz | Trigos | Avenas | Hierbas granja | Mijos | Hierbas cangrejo |
| 0,1 | 100 | 95 | 8,7 | 4,0 | 0,5 | 4,7 |
| 0,2 | 100 | 85 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 0,5 | 85,5 | 72,5 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| Control sin tratar | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 | 100 |

25

Ejemplo 5

30

Preparación de espolvoreantes

346224

30



(1) 5 partes de 2-acetilamino-5-clorotiazol y 95 partes de talco finalmente pulverizado se mezclan completamente y después se muelen para proporcionar un espolvoreante.

5 (2) 1 parte de 2-propionilamino-4-metil-5-clorotiazol y 99 partes de carbonato cálcico finamente pulverizado se mezclan completamente y después se muelen para proporcionar un espolvoreante.

(3) 10 partes de 2-propionilamino-4-metil-5-nitrotiazol y 90 partes de tierra de diatomeas se mezclan completamente y después se muelen para proporcionar un espolvoreante.

10 Estos polvos espolvoreantes son adecuados para la aplicación con equipo ordinario para espolvorear las plantas.

Ejemplo 6

Preparación de polvos humectables

15 (1) 50 partes de 2-isobutirilamino-5-clorotiazol, 45 partes de bentonita y 5 partes de sal sódica de un condensado de ácido sulfónico de lignina-formaldehído y después se muelen para proporcionar un polvo humectable.

20 (2) 30 partes de 2-propionilamino-4-metil-5-clorotiazol, 60 partes de caolín y 10 partes de sulfonato dodecilbenceno sódico se mezclan completamente y después se muelen para proporcionar un polvo humectable.

Cada uno de estos polvos humectables se usa como un pulverizador líquido después de su dispersión en agua para proporcionar la concentración deseada de compuesto activo.

25

Ejemplo 7

Preparación de concentrados emulsificables

(1) 20 partes de 2-propionilamino-5-clorotiazol, 50 partes de isoforona, 20 partes de sulfóxido de dimetilo y 10 partes de mono laurato de polioxietilena-sorbitan.

30 (2) 30 partes de 2-propionilamino-4-metil-5-nitrotiazol, 30 par-



346224

tes de isoforona, 30 partes de xileno y 10 partes de monolaurato de polietilen-glicol se mezclan para proporcionar un concentrado emulsificable.

5 Cada uno de estos concentrados emulsificables cuando se mezcla con agua en las cantidades apropiadas proporciona una dispersión acuosa que contiene la concentración deseada de compuesto activo y que se emplea como pulverizador líquido.

N O T A

10 EN RESUMEN, la patente de invención que, por veinte años se solicita registrar en España, deberá recaer sobre las siguientes reivindicaciones

15 1ª.- PROCEDIMIENTO PARA OBTENER SUBSTANCIAS QUIMICAS EVITADORAS DE VEGETACIONES INDESEABLES, caracterizado por obtener cristales solubles en alcohol, acetona, benceno y éter de petróleo, pero insolubles en agua; uno primero es un derivado de tiazol que contiene un radical alquilo o alquenilo de uno a cuatro átomos de carbono, y un radical de hidrógeno o metilo, y un radical de cloro, bromo o nitrógeno, donde el hidrógeno es obtenido por clorurado bromado o nitrado; un segundo de 2-aminotiazol obtenido reaccionando tiourea y monocloroacetal o ninocloroacetaldehído y haciendo reaccionar el resultado 2-amino-5-clorotiazol, 2-amino-5-bromotiazol, o 2-amino-5-nitrotiazol con un ácido graso de 2 a 5 átomo de carbono, su anhídrido ácido o su cloruro ácido.

25 2ª.- PROCEDIMIENTO PARA OBTENER SUBSTANCIAS QUIMICAS EVITADORAS DE VEGETACIONES INDESEABLES, caracterizado por la obtención de los cristales con un radical de metilo donde por clorurado, bromado o nitrado resulta 2-amino-4-metiltiazol condensado monocloroacetona y tiourea en presencia de un alcali y haciendo reaccionar el resultado 2-amino-4-metil-5-clorotiazol, 2-amino-4-metil-5-bromotiazol o 30 2-amino-4-metil-5-nitrotiazol con un ácido graso de 2 a 5 átomos de

346224

30



carbono su anhídrido ácido o su cloruro ácido.

3ª.- PROCEDIMIENTO PARA OBTENER SUBSTANCIAS QUIMICAS EVITADORAS DE VEGETACIONES INDESEABLES, caracterizado en que por combinación y reacción de las sustancias anteriores se han conseguido: (A) 2-acetilamino-5-clorotiazol; (B) 2-acetilamino-5-clorotiazol, (C) 2-acrilamino-5-bromotiazol, (D) 2-propionilamino-5-clorotiazol, (E) 2-isobutirilamino-5-clorotiazol, (F) 2-acetilamino-4-metil-5-clorotiazol, (G) 2-propionilamino-4-metil-5-clorotiazol, (H) 2-butirilamino-4-metil-5-clorotiazol, (I) 2-valerilamino-4-metil-clorotiazol, (J) 2-acetilamino-4-metil-5-bromotiazol, (K) 2-propionilamino-4-metil-5-bromotiazol, (L) 2-acetilamino-4-metil-5-nitrotiazol, (M) 2-propionilamino-4-metil-5-nitrotiazol, (N) 2-butirilamino-4-metil-5-nitrotiazol y (O) 2-valerilamino-4-metil-5-nitrotiazol.

4ª.- PROCEDIMIENTO PARA OBTENER SUBSTANCIAS QUIMICAS EVITADORAS DE VEGETACIONES INDESEABLES, y los adecuados polvos espolvoreantes, caracterizado por utilizar cinco partes de 2-acetilamino-5-clorotiazol y noventa y cinco partes de talco finamente pulverizado que se mezclan completamente y luego se muelen; una parte de 2-propionilamino-4-metil-5-clorotiazol y noventa y nueve partes de carbonato cálcico finamente pulverizado se mezclan completamente y después se muelen; y diez partes de 2-propionilamino-4-metil-5-nitrotiazol y noventa partes de tierra de diatomeas se mezclan completamente y después se muelen.

5ª.- PROCEDIMIENTO PARA OBTENER SUBSTANCIAS QUIMICAS EVITADORAS DE VEGETACIONES INDESEABLES, destinado a la preparación de los polvos humectables, caracterizado por mezclar 50 partes de 2-isobutirilamino-5-clorotiazol, 45 partes de bentonita y 5 partes de sal sódica de un condensado de ácido sulfónico de lignina-formaldehido y después se muelen para proporcionar un polvo humectable; 30 partes de 2-propionilamino-4-metil-5-clorotiazol, 60 partes de caolín y 10

346224



partes de sulfonato dodecibenceno sódico se mezclan completamente y después se muelen para proporcionar un polvo humectable.

6ª.- PROCEDIMIENTO PARA OBTENER SUBSTANCIAS QUIMICAS EVITADORAS DE VEGETACIONES INDESEABLES destinado a preparación de concentrados emulsionables, caracterizado por mezclar 20 partes de 2-propionilamino-5-clorotiazol, 50 partes de isoforona, 20 partes de sulfóxido de dimetilo y 10 partes de monolaurato de polioxietilen-sorbitan; 30 partes de 2-propionilamino-4-metil-5-nitrotiazol, 30 partes de isoforona, 30 partes de xileno y 10 partes de monolaurato de polietilenglicol se mezclan para proporcionar un concentrado emulsificable.

7ª.- Por último se reivindica como objeto sobre el que ha de recaer la presente Patente de Invención que por veinte años se solicita registrar para España, - - - - -

p o r

15 "PROCEDIMIENTO PARA OBTENER SUBSTANCIAS QUIMICAS EVITADORAS DE VEGETACIONES INDESEABLES"

Todo conforme queda expresado en la presente Memoria Descriptiva que consta de trece hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 30 DIC. 1968

20

P.A. ...
PERO ...