

Case 6085



348782

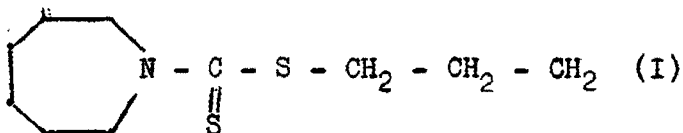
P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN HERBICIDA
SELECTIVO", a favor de la firma suiza CIBA SOCIETE
ANONYME, residente en BASILEA (Suiza).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un herbicida se-
lectivo que contiene como componente activo el compuesto
de la fórmula





así como, eventualmente, todavía uno o más de los aditivos siguientes: disolventes, dispersantes, emulgentes, fijadores, adhesivos o espesantes, y en ocasiones además otras sustancias conocidas de acción herbicida.

5. El invento se refiere en particular a un agente herbicida selectivo que contiene como materia activa el compuesto de la fórmula I y que es apto para combatir malas hierbas individuales y determinadas de las gramíneas en cultivos herbáceos, como el trigo y el arroz, o en el cultivo latifoliado, como el del algodón.

10. Singularmente, los cultivos herbáceos, como el trigo y el arroz, son tolerantes para el compuesto de la fórmula I, aún cuando se emplee éste en grandes concentraciones, mientras que diversas malas hierbas de las gramíneas quedan totalmente exterminadas.

15. Este hecho es sorprendente porque determinados homólogos inferiores y superiores de I no presentan esta selectividad.

20. El nuevo agente de acción selectiva que contiene la sustancia activa de la fórmula I puede aplicarse de diversas maneras; por ejemplo, en forma de aspersiones acuosas, polvos para espolvoreo, granulados, etc.

25. Las aspersiones acuosas pueden prepararse, por ejemplo, a base de un concentrado emulgible o de un polvo humectable. Puede hacerse, por ejemplo, un concentrado emulgible



5. apropiado a base de unas 25 partes de un compuesto de la fórmula I, 40 a 50 partes de alcohol diacetónico o de isoforona, 20 a 30 partes de un producto aromático del petróleo, de xileno, de tolueno o de una mezcla de tales disolventes y 2 a 10 partes de uno o varios emulgentes. También pueden emplearse pequeñas cantidades de un agente que favorezca la formación de una solución homogénea, como metanol, metoximetanol o butoximetanol.

10. Puede prepararse un emulgente apropiado a base, por ejemplo, de 1 a 1,5 partes de potasio o sodio dodecilbencensulfónicos, 2,5 a 4 partes de un octil- o nonilfenoxi-polietoxietanol, así como alrededor de 0,5 a 1 parte de metanol y 0 a 0,8 partes de xileno. La mezcla resultante se añade a los disolventes y al cuerpo activo de las fórmulas I ó II en la proporción cuantitativa que se ha indicado antes. Pero también pueden emplearse uno o más de otros agentes tensioactivos.

20. Según deseo y conveniencia, puede emplearse cualquiera de tales agentes, como un emulgente aniónico o catiónico o un emulgente no iónico soluble en los disolventes. En lugar del agente no iónico citado antes, derivado de un alquilfenol y óxido de etileno, pueden emplearse, por ejemplo, condensados con óxido de etileno de alcoholes, ácidos carboxílicos, fenoles o aminas de cadena larga. En el comercio se hallan compuestos de todos estos tipos. También los conden-

- sados no iónicos de poliglicerina y ácidos grasos o de poliglicerinas, ácidos grasos y un ácido formador de resina como el ácido ftálico pueden hallar empleo para componer preparados autoemulgentes. Agentes aniónicos típicos son los que están
5. hechos a base de sulfonatos de alcohol, sulfatos de alcohol o sulfosuccinatos. Agentes tensioactivos catiónicos solubles en los disolventes son, por ejemplo, el cloruro de oleil-bencil-dimetil-amonio o el cloruro o bromuro de dodecibencil-trimetil-amonio. Se ve por ello que el carácter del
10. emulgente carece en detalle de importancia especial, con tal de que pueda disolverse en la solución de la materia activa en uno o varios disolventes orgánicos inertes.

- Puede obtenerse un polvo humectable si se recoge la materia activa de la fórmula I en un disolvente
15. volátil (como, por ejemplo, la acetona) y se la combina con una materia sólida finamente dividida (como caolín, pirofilita o tierra de diatomeas), evaporando el disolvente. El polvo se calienta con pequeñas cantidades de uno o varios humectantes y dispersantes. Una composición típica consta, por ejemplo,
20. de 20 partes de la materia activa de la fórmula I, 77,5 partes de una o varias materias sólidas finamente divididas, 0,5 partes de humectante (como un octil-fenoxi-polietoxietanol) y 2 partes de sal sódica de un sulfonato condensado de naftalina-formaldehído.

25. Pueden prepararse pulverizaciones con un con-



tenido de 5 a 10 % del agente activo diluyendo un polvo humectable como el que se ha expuesto antes con un vehículo sólido finamente dividido. Si se quiere, puede omitirse el humectante. También, si se quiere, puede omitirse el dispersante o reemplazarse por otros.

5.

Cada uno de los preparados herbicidas que se han descrito antes contiene por lo general un vehículo y, en la mayoría de los casos, un agente tensioactivo.

El compuesto de la fórmula I puede prepararse de manera sencilla haciendo reaccionar hexametenimina (1-acepina) con sulfuro de carbono y una amina terciaria o una lejía alcalina y haciendo reaccionar la sal de 1-acepincarbotioato obtenida con un haluro de n-propilo.

10.

La reacción se lleva a cabo con ventaja en un alcohol inferior como disolvente; por ejemplo, en metanol o etanol.

15.

EJEMPLO 1

En una solución de 29,6 g de hexametenimina (0,3 moles) y 30,5 g de trietilamina (0,303 moles), en 100 cc de metanol se instilan, refrigerando a una temperatura de 10 a 15°, 25 g de sulfuro de carbono (0,33 moles). Se sigue agitando la solución amarilla durante 2 horas, a la temperatura ambiente, y luego, refrigerando con hielo a temperatura de

20.

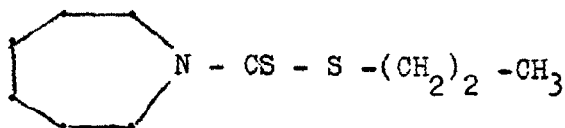


- 15 a 20°, se instilan 37 g de bromuro de propilo (0,3 moles). Se agita la mezcla reaccional a la temperatura ambiente durante 2 horas y luego se la hierve en reflujo durante 15 minutos. A continuación se destila el disolvente, al final en vacío de 15 Torr. Se mezcla el residuo con 500 cc de agua y se sacude con 2 x 100 cc de cloruro de metileno el aceite segregado. Después de secar sobre sulfato sódico, se destila el disolvente, al final en vacío de 0,1 Torr y con una temperatura del baño de 60°. Queda como residuo un aceite de color rojo amarillento.

Rendimiento: 62,5 g = 95 % del teórico:

El compuesto de la fórmula

15.



se precipita, procediendo de esta manera, en forma analíticamente pura en la práctica .

20. Análisis: S calculado: 29,50 %
S hallado: 29,4 %.



EJEMPLO 2

Se mezclan 40 partes del compuesto I con 10 partes de una mezcla de un compuesto tensioactivo aniónico (de preferencia, la sal cálcica o magnésica del ácido monolauril-bencen-monosulfónico) y de un compuesto tensioactivo no iónico (de preferencia, un éter polietilenglicólico del laurato de monosorbitol) y se disuelve todo ello en un poco de xileno. Luego se completa con xileno hasta 100cc.

5.
10. Se obtiene así una solución límpida, que se empleó como concentrado para aspersiones y que se pudo emulsionar vertiéndola en agua.

EJEMPLO 3

En un ensayo preliminar, se comprobó la acción del compuesto I en el procedimiento de la prefoliación.

15. El tratamiento se efectuó con 5,0 y respectivamente 2,5 kg de la materia activa de este invento un día después de la siembra de las plantas de ensayo. Los resultados están compendiados en la tabla 1.



Tabla 1

	Plantas de ensayo	Concentración por ha		Indice de evaluación
		5.0	2.5	
	Triticum	0	0	0 = sin efecto
5.	Avena	10	7	
	Sorghum	8	8	6-8 = inhibición muy intensa, con utilidad herbicida
	Panicum	7	6	
	Poa	1	0	
	Dactylis	6	4	
10.	Digitaria	3	1	9-10 = 100% de efecto herbicida
	Cyperus rot.	10	no ensayado	
	Soja	0	0	
	Brassica	0	0	
	Beta	0	0	
15.	Phaseolus	0	0	

Comentario:

20. El compuesto I manifiesta interesante propiedades de selectividad dentro del campo de las plantas de ensayo monocotiledóneas y es muy bien tolerado por las plantas de cultivo dicotiledóneas.

Sumamente interesante es la intensa acción



contra Avena fatua (avena loca, mala hierba), sin que se perjudique al trigo, afín a ella. Es además notable la buena acción contra el Sorghum y el Panicum, junto a la inocuidad contra Digitaria y Poa

5. EJEMPLO 4

Prueba de selectividad contra la Avena fatua en el trigo (Triticum)

10. Para la prueba de selectividad contra la avena loca o ballueca (Avena fatua) en el trigo (Triticum) se compararon los siguientes tipos de aplicación:

- a) tratamiento sobre la superficie del terreno, sin riego ulterior,
- b) tratamiento sobre la superficie del terreno seguido por riego de 25 mm.

15. El compuesto I se ensayó con cantidades de de aplicación de 2,4 kg y 8 kg por hectárea. Los resultados constan en la tabla 2. El sistema de evaluación es el mismo que en el Ejemplo 3.



Tabla 2

Concentra- ciones, en kg/ha	Avena loca		Trigo	
	con	sin riego	con	sin
5. 2	2	5	0	0
4	10	10	0	0
8	10	10	0	0

10. La acción contra la avena loca es muy buena con 4 y 8 kg. El trigo es perfectamente tolerante aún con el doble de la concentración eficaz.

EJEMPLO 5

Prueba de selectividad en el algodón y el arroz

15. En otra prueba más, se examinó la acción contra importantes malas hierbas de las gramíneas y la tolerancia del algodón y el arroz. Las cantidades de aplicación correspondieron a 2,5, 5,0 y 10 kg de la substancia del invento.

20. Los resultados están anotados en la tabla 3 según el mismo esquema que en la tabla 1,



Tabla 3

		kg/ha		
		2,5	5,0	10,0
	Algodón	2	4	4
5.	Arroz	0	0	2
	Panicum c.g.	7	8	9
	Sorghum halepense sembrado	9	10	10
	Rizomas	0	5	10
10.	Cyperus esc. vegetativo	10	10	10

Comentario:

El arroz es perfectamente tolerante aún con 10 kg, mientras que con 2,5/5,0 y 10 kg se combate muy bien el Panicum, la importante cizaña de las gramíneas.

15. Muy interesante es la gran sensibilidad del Cyperus esculentus. Está indicado combatirlo en el algodón, dado que éste es muy tolerante con la aplicación de 2,5 kg.

Resumen:

20. El compuesto I manifiesta intensa acción contra malas hierbas individuales y determinadas, muy importantes, de las gramíneas, mientras que los cultivos herbáceos, como el trigo y el arroz, y asimismo los cultivos latifoliados, como el algodón, en los que estas malas hierbas tienen especial importancia, toleran muy bien la substancia de este invento.

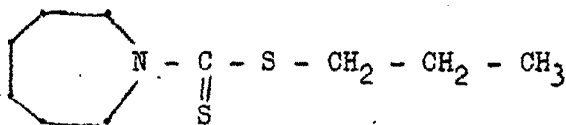


REIVINDICACIONES

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la patente suiza nº 18845/66 del 30.12.66.

5. 1. Procedimiento para la preparación de un herbicida selectivo, caracterizado por comprender como componente activo el compuesto de la fórmula

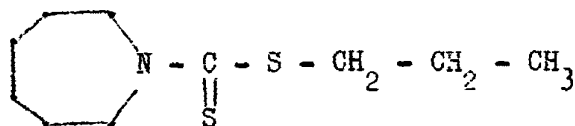
10.



así como eventualmente todavía uno o más de los aditivos siguientes: disolventes, dispersantes, emulgentes, fijadores, adhesivos o espesantes; y además, eventualmente, otras sustancias conocidas de actividad herbicida.

15.

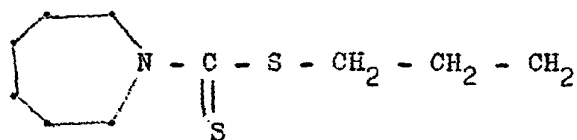
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por comprender como materia activa el compuesto de la fórmula



5. para combatir las malas hierbas herbáceas en el trigo.

3. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por comprender como materia activa el compuesto de la fórmula

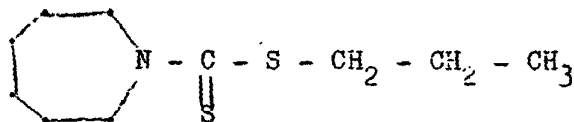
10.



para combatir las malas hierbas herbáceas en el arroz.

15.

4. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por comprender como materia activa el compuesto de la fórmula






para combatir las malas hierbas herbáceas en el algodón.

5. Procedimiento para la preparación de un herbicida selectivo.

5. Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 14 hojas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 29 de Diciembre de 1967

p.a.


Firmado: JOSÉ RODRÍGUEZ