

376290

PATENTE DE INVENCION

SECCION TECNICA	Nit 23-Sp
CLASIFICACION I. P. C.	
CLASE <u>A-01</u>	_____
SUBCLASE <u>N</u>	_____

376290

Memoria Descriptiva

sobre:

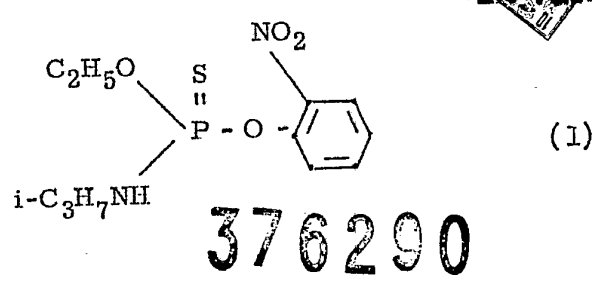


Procedimiento para la preparación de un medio herbicida.

Solicitante FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en 509
Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

El presente invento se relaciona con la
utilización, como herbicida, de cierto éster de ácido
amidoticionofosfórico. La invención provee un método de
combatir malezas, el cual comprende aplicar a las male-
5. zas o su ambiente de vida el compuesto de la fórmula

376290



solo o en mezcla con una substancia diluyente o de vehiculo sólida o líquida.

Un compuesto de la Patente norteamericana Nº 3.074.790, el amidotioato de ácido O-(2,4-diclorofenil)-O-etil-N-isopropilfosfórico, tiene actividad como herbicida. Ahora se ha encontrado que el amidotioato de ácido O-(2-nitrofenil)-O-etil-N-isopropilfosfórico de la fórmula estructural (I) tiene una fuerte actividad herbicida, especialmente contra malezas en campos acuáticos; malezas de la familia de gramíneas, malezas de hojas anchas y malezas perennes. Además, muestra actividad herbicida selectiva, por ejemplo, en exhibir poca o ninguna fitotoxicidad para arroz.

De acuerdo con la Patente británica Nº 659.682, es conocido que compuestos del tipo de aquel utilizado en la presente invención, tienen actividades insecticida y fungicida. Sin embargo, esa patente indica solamente que estos compuestos tienen una eficacia insecticida y acaricida y son eficaces también para combatir hongos perjudiciales sobre plantas y pueden ser aplicadas como preparaciones de rociada. No hay ninguna descripción de un ejemplo de ensayo que demuestre su eficacia, y ninguna indicación con respecto a una actividad herbicida. Tampoco se hace mención alguna de la posibilidad de aplicación de los com-

370290

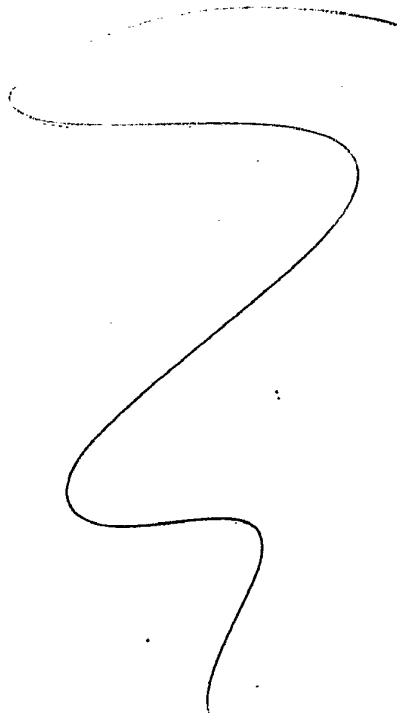


puestos al suelo, ni de razón alguna que permita esperar una actividad herbicida.

5. La presente invención se basa en el descubrimiento de que el amidotioato de ácido O-(2-nitrofenil)-O-etil-N-isopropilfosfórico de la fórmula (I) muestra una eficacia selectiva notablemente buena, cuando es aplicado como herbicida de tratamiento del suelo antes de la brotación en la lucha contra malezas en campos acuáticos.

10. El compuesto aplicado en la presente invención es obtenido fácilmente y con buenos rendimientos por hacerse reaccionar un halogenuro de éster de ácido O-etil-N-isopropil-amidotiofosfórico con 2-nitrofenol, preferiblemente en presencia de un agente ligador de ácidos, o por hacerse reaccionar el mismo con una sal de 2-nitrofenol, como se ha demostrado mediante el siguiente esquema de reacción:

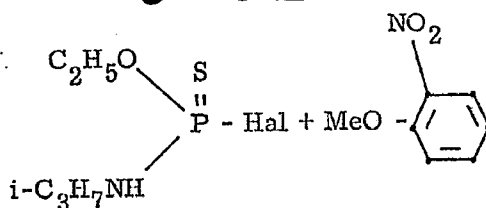
15.



- 6 FEB 1970

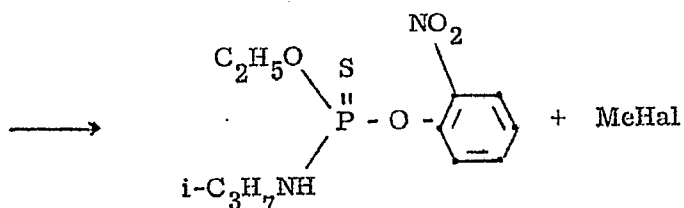
376290

1



(II)

5



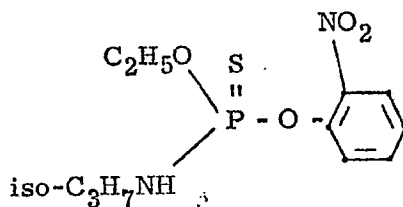
10

en el cual Hal es un átomo de halógeno, preferiblemente un átomo de cloro, y Me es un átomo de hidrógeno, un átomo de un metal alcalino o un radical de amonio.

El Ejemplo 1 ilustra la preparación del compuesto aplicado en la presente invención.

15

Ejemplo 1



20

Se disolvieron 14 g (0,1 mol) de 2-nitrofenol en 100 ml de acetonitrilo y se agregaron 14 g de carbonato de potasio anhidro a la solución. A 50-60°C bajo agitación fuerte se agregaron gota a gota 20,2 g (0,1 mol) de cloruro de éster de ácido O-etil-N-isopropil-amidotionofosfórico. Se separó por filtración la sal inorgánica producida y se destiló el filtrado para eliminar el disolvente. Se

25

376290

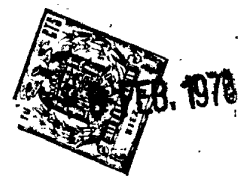


1 disolvió el residuo en 100 ml de benceno y se lavó la solución bencé-
nica con una solución acuosa al 1% de carbonato de sodio y se la des-
hidrató sobre sulfato de sodio anhidro. Después de la eliminación del
benceno por destilación, se obtuvieron 25,3 g de amidotioato de ácido
5 0-(2-nitrofenil)-0-etil-N-isopropilfosfórico.

Los compuestos activos aplicados de acuerdo con
la presente invención, pueden ser elaborados en las formulaciones usua-
les, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas
y granulados. Estas formulaciones pueden ser producidas en forma co-
nocida, por ejemplo, mezclándose los compuestos activos con diluyen-
10 tes, vale decir, sustancias diluyentes o de vehículo líquidas o sólidas,
discrecionalmente con el empleo de agentes superficialmente ac-
tivos, vale decir, emulsivos y/o agentes dispersantes. En el caso de
la utilización del agua con diluyentes, disolventes orgánicos pueden
15 ser empleados, por ejemplo, concomitantemente como disolventes auxi-
liares.

Como sustancias diluyentes o de vehículo líquidas,
se utilizan preferiblemente hidrocarburos aromáticos, tales como
xilenos o benceno, hidrocarburos aromáticos clorados, tales como
20 clorobencenos; parafinas, tales como fracciones de petróleo; alcoholes,
tales como metanol o butanol, o disolventes fuertemente polares, ta-
les como dimetilformamida o sulfóxido de dimetilo, así como agua.

Como sustancias diluyentes o de vehículo sólidas,
se utilizan preferiblemente minerales naturales triturados, tales
25 como caolines, arcillas, talco, creta o montmorillonita, o minerales



376290

1 son elaborados en una formulación de polvo que se aplica como tal por
espolvoreo.

Ejemplo 3

20% del compuesto de la presente invención, 75%
5 de una mezcla de "Zeeklite" y de arcilla, 3% de la sal sódica de ácido
alquilbencenosulfónico y 2% de la sal sódica de ácido dinaftilmetano-
disulfónico, son elaborados por mezclamiento y trituración en una for-
mulación de polvo mojable que se aplica diluída con agua.

Ejemplo 4

10 20% del compuesto de la presente invención, 75%
de xileno y 5% de Sorpol (nombre comercial de un producto de Toho
Kagaku Kogyo K. K.) son elaborados por mezclamiento y agitación en
una formulación de concentrado emulsionable que es aplicada diluída
con agua.

Ejemplo 5

15 Se disuelve el compuesto de la presente invención
en xileno bajo calentamiento. La solución es rociada sobre gránulos de
arcilla bajo rotación y mezclamiento, de modo que aproximadamente
un 10% de ingrediente activo queda incorporado en los gránulos. La for-
20 mulación granular es aplicada como tal por esparcimiento sobre la su-
perficie del suelo.

Ejemplo 6

3 partes del compuesto de la presente invención,
1, 5 partes del éster etílico de MCP (ácido 2-metil-4-clorofenoxi-acé-
25 tico) y 95, 5 partes de bentonita son mezclados bien. La mezcla con un

376290

6 FEB 1970

1 contenido de 10% de agua es granulada. Es aplicada a la superficie del
suelo de campos acuáticos.

Las composiciones del presente invento, por lo
general, contienen 0,1 a 95% en peso, preferiblemente 0,5 a 90% en
5 peso del compuesto activo.

La aplicación puede ser efectuada por métodos
usuales, por ejemplo, por riego, rociada, pulverización, espolvoreo
o esparcimiento.

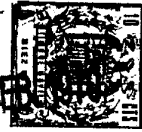
El tiempo de aplicación más apropiado es de an-
10 tes de la germinación de las malezas a extirpar. Cuando la aplicación
es efectuada principalmente antes de la germinación de las plantas
cultivadas, las condiciones del cultivo no son tan importantes, pero son
de importancia la cantidad del compuesto activo a aplicar por unidad
de superficie y el método de aplicación.

15 Las cantidades del compuesto activo a aplicar
de acuerdo con esta invención pueden variar dentro de un margen bas-
tante amplio. Dependen de varios factores, por ejemplo, de las condi-
ciones del cultivo, del suelo, de las malezas y del tiempo, así como
de la finalidad de la aplicación. El compuesto de la presente invención
20 tiende a ejercer una acción herbicida no selectiva, cuando es aplicado
en una cantidad de más de 500 g por 10 a en campos acuáticos o en cam-
pos secos, pero sí ejerce una acción herbicida selectiva al ser aplica-
do en cantidades más pequeñas.

La acción herbicida sobresaliente del compuesto
25 de la presente invención, así como su superioridad como herbicida a

376290

- 6 FEB 1960



1 los compuestos anteriormente conocidos quedan demostradas clara-
mente por los siguientes ejemplos A y B.

Ejemplo A. Ensayo con malezas de campos acuáticos

Método de ensayo:

5 Después de llenarse macetas de 1/5, 000 a con
tierra de un campo acuático, plantas nacidas de semillas de arroz
acuático (variedad Kinmaze) en el estado de desarrollo de 3 a 4 hojas
fueron transplantadas bajo condiciones de inundación. Después de que
las plantas echaron raíces, se sembraron semillas de mijo de galli-
10 na, de malezas de hojas anchas y de junco. El compuesto de la pre-
sente invención elaborado en una formulación de concentrado emulsio-
nable o de polvo mojable, fué rociado en cantidades de 500, 250 y 125 g
de ingrediente activo por 10 a. Al cabo de 3 semanas, se determinó el
efecto herbicida contra mijo de gallina, junco y malezas de hojas an-
15 chas, así como la fitotoxicidad contra arroz acuático. Los resultados
aparecen en la Tabla A.

Valuación:

	<u>Eficacia herbicida</u>	<u>fitotoxicidad</u>
	5 eficacia máxima	5 fitotoxicidad máxima
20	4 gran eficacia	4 fitotoxicidad elevada
	3 media eficacia	3 fitotoxicidad medio elevada
	2 poca eficacia	2 media fitotoxicidad
	1 eficacia pequeñísima	1 baja fitotoxicidad
	0 ninguna eficacia	0 ninguna fitotoxicidad

25

376290-

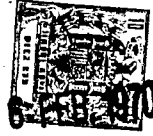


TABLA A

Eficacia herbicida contra malezas en campos acuáticos
y fitotoxicidad para arroz

Compuesto	cantidad de ingr. act. g/10a.	Efecto herbicida			fitotoxicidad arroz
		mijo de gallina	junco	malezas de hojas anchas	
compuesto de la pre- sente inven- ción	500	5	5	5	0
	250	5	5	5	0
	125	5	4-5	5	0
A (comparación)	500	5	4	4	0
	250	4	3	3	0
	125	2	1	2-1	0
PCP (producto comercial, comparación)	500	5	3	5	0
	250	3	0	2	0
	125	1	0	0	0
NIP (producto comercial, comparación)	500	5	5	5	3
	250	5	5	5	1
	125	3	1	2	0
sin trata- miento	-	0	0	0	0

- Notas:
- 1) Malezas de hojas anchas son: *Monochoria vaginalis*, *Rotala indica*, *Lindernia pyxidaria*, *Dopatrium junceum*, etc.
 - 2) PCP: pentaclorofenol (producto comercial)
 - 3) NIP: éter 2,4-diclorofenil-4'-nitrofenílico (producto comercial).
 - 4) A: amidotioato de ácido 0-(2-nitrofenil)-0-metil-N-isopropil-fosfórico.

376290



1 Ejemplo B. Ensayo con malezas en campos altos:

Método de ensayo:

Después de llenarse macetas de 30 x 30 cm con tierra de cenizas volcánicas diluvianas, se sembraron semillas de las malezas abajo mencionadas, de arroz seco (variedad Hataminori) y de legumbres. Después de cubrir las semillas con tierra, el compuesto de la presente invención en la formulación de concentrado emulsionable o de polvo mojable fué rociado sobre la superficie del suelo en cantidades de 400, 200 y 100 g de ingrediente activo por 10 a. Al cabo de 3 semanas, se determinó la eficacia herbicida contra todas las clases de malezas, así como la fitotoxicidad para arroz seco y varias legumbres. Los resultados aparecen en la Tabla B.

Valuación:

	<u>Eficacia herbicida</u>	<u>fitotoxicidad</u>
15	5 eficacia máxima	5 fitotoxicidad máxima
	4 gran eficacia	4 fitotoxicidad elevada
	3 media eficacia	3 fitotoxicidad medio elevada
	2 poca eficacia	2 media fitotoxicidad
	1 eficacia pequeñísima	1 baja fitotoxicidad
20	0 ninguna eficacia	0 ninguna fitotoxicidad

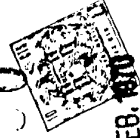
25

T A B L A B

Resultados de ensayos de la eficacia herbicida con-
tra plantas cultivadas.

ra malezas de campos altos y de la fitotoxicidad

370290



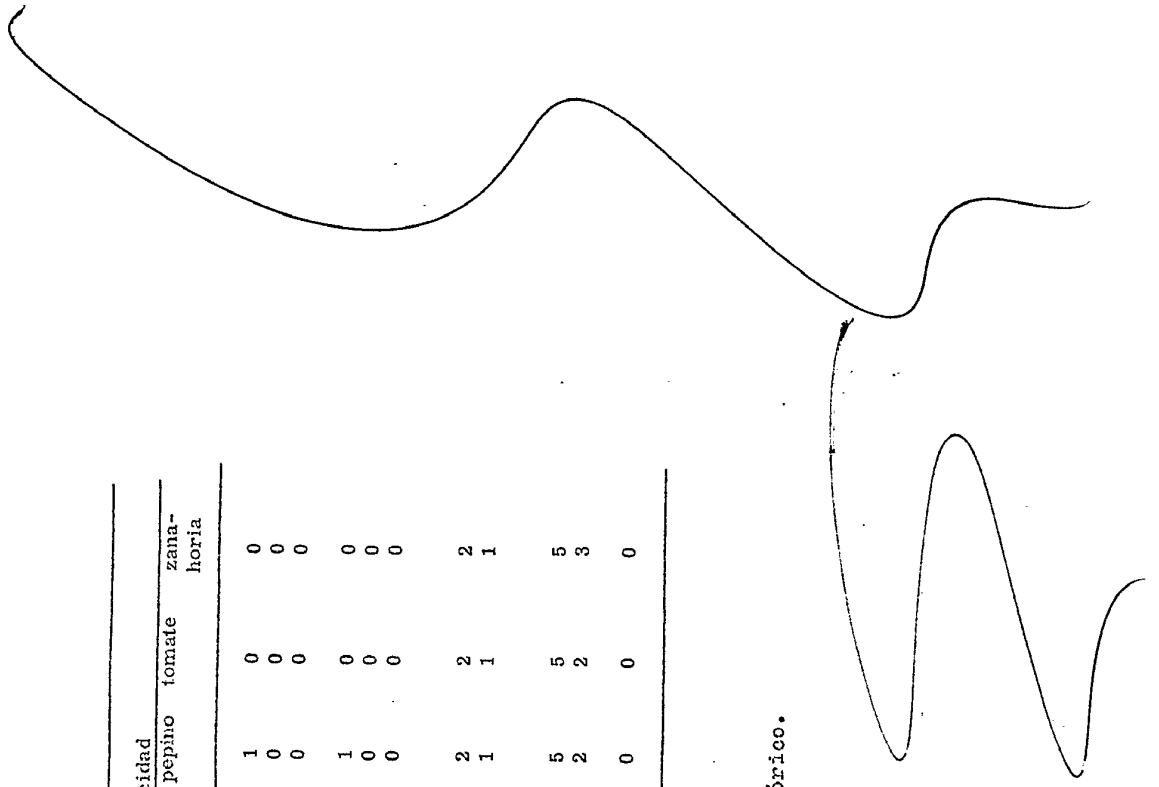
- 6 FEB. 1950

370290

Compuesto	cantidad de ingr. act. g/10 a.	eficacia herbicida			fitotoxicidad				
		mijo de gallina	poten-tila	carri-cera to silv.	arroz seco	rabano japonés	pepino	tomate	zana-horia
compuesto de la pres. inven- ción	400 200 100	5 5 5	5 5 4-5	5 5 5	0 0 0	0 0 0	1 0 0	0 0 0	0 0 0
B (comparación)	400 200 100	5 4-5 3	5 4 3	5 1 0 0	0 0 0	0 0 0	1 0 0	0 0 0	0 0 0
CAT (prod. comercial comparación)	100 50	5 4	5 4	5 5	2 0	3 1	2 1	2 1	2 1
NIP (prod. comercial, comparación)	400 200	5 5	5 4	5 5	3 0	1 0	5 2	5 2	5 3
sin tratamiento	-	0	0	0	0	0	0	0	0

Notas: 1) CAT: 2-cloro-4,6-bis(etilamino)-1,3,5-triacina.

2) B: amidotioato de ácido O-(2,4-diclorofenil)-O-metil-N-isopropilfosfórico.



T A B L A B

Resultados de ensayos de la eficacia herbicida contra males:
contra plantas cultivadas.

376290

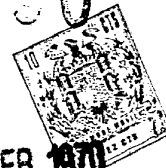
Compuesto	cantidad de ingr. act. g/10 a.	eficacia herbicida					arro. seco
		mijo de gallina	poten- tila	carri- cera	amaran- to silv.	verdo- laga	
compuesto de la pres. inven- ción	400	5	5	5	5	5	0
	200	5	5	5	5	5	0
	100	5	4-5	4-5	5	5	0
B (comparación)	400	5	5	5	1	2	0
	200	4-5	4	4	0	0	0
	100	3	3	3	0	0	0
CAT (prod. comercial comparación)	100	5	5	5	5	5	2
	50	4	4	5	5	5	0
NIP (prod. comercial, comparación)	400	5	5	5	5	5	3
	200	5	5	4	5	5	0
sin tratamiento	-	0	0	0	0	0	0

Notas: 1) CAT: 2-cloro-4,6-bis(etilamino)-1,3,5-triacina.

2) B: amidotioato de ácido O-(2,4-diclorofenil)-O-metil-N-iso



376290

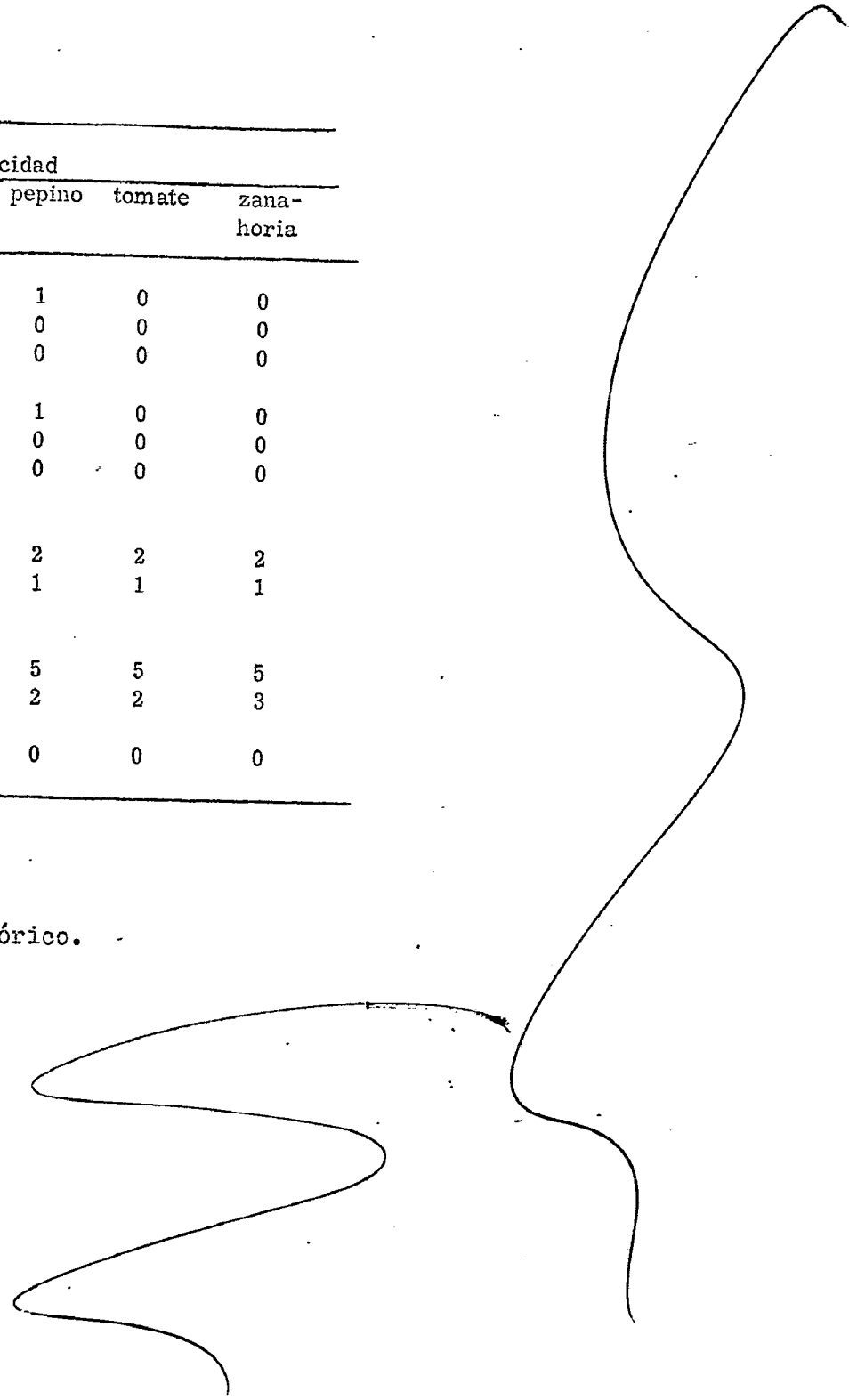


con ra malezas de campos altos y de la fitotoxicidad

6 FEB. 1970

	fitotoxicidad				
	arroz seco	rabano japones	pepino	tomate	zana- horia
	0	0	1	0	0
	0	0	0	0	0
	0	0	0	0	0
	0	0	1	0	0
	0	0	0	0	0
	0	0	0	0	0
	2	3	2	2	2
	0	1	1	1	1
	3	1	5	5	5
	0	0	2	2	3
	0	0	0	0	0

me
sil-N-isopropilfosfórico.



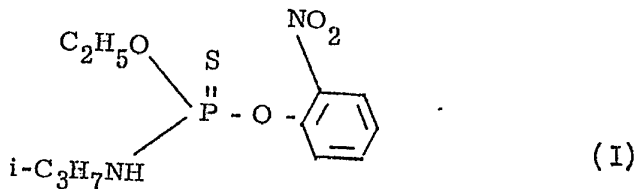


Descrita suficientemente la naturaleza

del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones

- 5. 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 Japón nº Sho 44-14 227 de 27 de febrero de 1.969 acciéndose, 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: PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN MEDIO HERBICIDA; caracterizándose por lo siguiente:
- 10.
- 15.

1ª - Procedimiento para la preparación de un medio herbicida, caracterizado porque el amidotioato de ácido O-(2-nitrofenil)-O-etil-N-isopropilfosfórico, de fórmula



- 20. se mezcla con disolventes líquidos que contienen un material tensioactivo o con materiales de carga sólidos e inertes, en caso dado, contienen un material tensioactivo, empleándose 0,1 - 95 partes en peso de material

376290

-14-


- 6 FEB. 1970

activo por 99-9 - 5 partes en peso de materiales auxiliares.

- 2ª - Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como disolventes se emplean aromatos, aromatos clorados, parafinas, alcoholes, aminoras o derivados amínicos como materiales de carga sólidos, las molturaciones de minerales naturales o molturaciones de minerales sintéticos y como materiales tensioactivos emulsionadores no ionógenos o aniónicos o lignina deslixiviaciones sulfíticas o celulosa metilica.
- 5.
- 10.

3ª - Procedimiento para la preparación de un medio herbicida, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

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

Madrid - 6 FEB. 1970

FARBENFABRIK BAYER ANLEGENSCHAFT,

S. GOMEZ ACEBO Y MODEI
Firmador F. Hernández Ruiz

