

404464



No hay Impone de  
A. Técnica

PATENTE DE INVENCION

Le A 13 827-Sp.

404464

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C
CLASE _____
SUBCLASE _____

### Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR COMPOSICIONES HERBICIDAS.-

Int. Cl.: C09D, A01N

*Solicitante* BAYER AKTIENGESELLSCHAFT, entidad alemana, residen-  
te en Leverkusen-Bayerwerk, República Federal Alema-  
na.-

El presente invento se refiere a un procedimien-  
to para preparar composiciones herbicidas, a base de una  
combinación sinérgica de sustancias activas que consta  
de la conocida isobutilamida de ácido imidazolidin-2-on-  
1-carboxílico y del nuevo 3-ciclohexil-5,6-trimetilen-6-hi-

5.

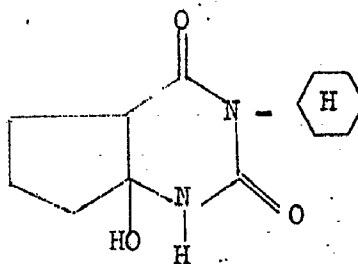


404464



y en (2) 3-ciclohexil-5,6-trimetilen-6-hidroxi-5,6-dihidro-uracilo de la fórmula

5.



(II)

10. muestra una eficacia herbicida particularmente amplia y selectiva en cultivos de remolacha.

15. Sorprendentemente, la eficacia de las combinaciones de sustancias activas según el invento es substancialmente mayor que la suma de los efectos de las sustancias activas individuales. Existe aquí un verdadero efecto sinérgico imprevisible y no tan solo un complemento del efecto. Este efecto sinérgico se presenta en forma particularmente notable en el caso de determinadas proporciones de concentración.

20. La eficacia herbicida de la combinación de sustancias activas según el invento es substancialmente superior a aquella de la combinación de sustancias activas conocida del estado de la técnica y consistente en isopropilamida de ácido imidazolidin-2-on-1-carboxílico y 3-ciclohexil-5,6-trimetilen-uracilo. Además, la combinación de sustancias activas según el invento ofrece, en comparación con la conocida del estado de la técnica, la ventaja de una mejor tolerabilidad por las plantas de remolacha cultivadas. La combinación de sustancias activas según el invento, por consiguiente, un valioso enriquecimiento de los herbicidas para el uso en cultivos

25.

30.



404464

de remolacha.

La isobutilamida de ácido imidazolidin-2-on-1-carboxílico de la fórmula (I) es conocida (compárese: Patente belga No. 737.449).

5. El 3-ciclohexil-5,6-trimetilen-6-hidroxi-5,6-dihidro-uracilo de la fórmula (II) hasta ahora no es conocido; el mismo puede ser preparado en forma sencilla, por ejemplo como sigue:  
Dentro de 30 minutos, 1043 g (4,47 moles) de
10. 3-ciclohexil-2,3,4,5,6,7-hexahidro-ciclopenta[ $\epsilon$ ]-1,3-oxazindiona-(2,4) son introducidos en 3000 ml de amoníaco y entonces son agitados ulteriormente durante 2 horas bajo enfriamiento exterior. Subsiguientemente, el amoníaco es eliminado por instilación de 2000 ml de éter seco. Por filtración se separa el precipitado insoluble
15. en éter, se lo seca en vacío a la temperatura ambiente y se obtienen 1017 g (90% de la teoría) de 3-ciclohexil-5,6-trimetilen-6-hidroxi-5,6-dihidro-uracilo del P.f. = 145° (descomposición).
20. La oxazindiona necesitada como producto de partida, puede ser preparada como sigue:  
A una solución calentada a 140°C de 187,8 g (1,5 moles) de isocianato de ciclohexilo en 250 ml de xileno, en el transcurso de una hora y media, se agrega
25. gota a gota una solución de 168,2 g (1 mol) de 2,2-dimetil-ciclopenta[ $\epsilon$ ]-1,3-dioxinona-(4) en 300 ml de xileno. La acetona formada en la reacción es continuamente eliminada por destilación y así es removida de la mezcla de reacción. Entonces el disolvente es eliminado
30. por destilación bajo presión reducida y el residuo

404464



es destilado en vacío. Se obtienen 166,3 g (70% de la teoría) de 3-ciclohexil-2,3,4,5,6,7-hexahidro-ciclopenta /e/-1,3-oxazindiona-(2,4) del P.e. = 164-165°C/0,5 mm Hg que se solidifica en forma cristalina y entonces funde a 70-71°C:

5.

La combinación de sustancias activas según el invento contiene el componente de la fórmula (I) y el componente de la fórmula (II), por lo general, en la proporción de 1,5 : 1 hasta de 9 : 1, preferiblemente de 3 : 1 hasta de 5 : 1. Muy particularmente preferida es la combinación de isobutilemida de ácido imidazolidin-2-on-1-carboxílico y de 3-ciclohexil-5,6-trimetilen-6-hidroxi-5,6-dihidro-uracilo en la proporción de 5 : 1.

10.

15.

La combinación de sustancias activas según el invento muestra una acción muy buena contra malezas, sin dañar las remolachas. En mayores cantidades de aplicación (> 25 kg/ha), la combinación de sustancias activas según el invento se presta también para la destrucción total de malezas.

20.

Bajo malezas en el sentido más amplio se entienden todas las plantas que usualmente ocurren como impurezas en cultivos de remolachas, por ejemplo de remolachas forrajeras y de remolachas de azúcar.

25.

Como malezas que son destruidas por la combinación a aplicar según el invento y que a menudo ocurren en cultivos de remolacha, a título de ejemplo, sean mencionadas: dicotiledóneas, zaragatona (*Polygonum persicaria*), ortiga menor (*Lamium spec.*), pumplina (*Stellaria media*), pata de ganso blanco (*Chenopodium album*) e hiedra-verónica (*Veronica hederifolia*), y monocotiledóneas, ta-

30.

404464



les como *poa annua* (*Poa annua*), *alopecuro* (*Alopecurus myosuroides*).

- La combinación de sustancias activas según el invento puede ser elaborada en las formulaciones usuales, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados. Estas fomulaciones son producidas en forma conocida, por ejemplo mezclándose las sustancias activas con diluyentos, vale decir, disolventes líquidos y/o sustancias de vehículo, eventualmente con el empleo de agentes tensioactivos, vale decir, emulsivos y/o agentes dispersantes, pudiendo emplearse, por ejemplo en el caso de la utilización del agua como diluyente, eventualmente disolventes orgánicos como disolventes auxiliares. Entran en consideración esencialmente, como disolventes líquidos: hidrocarburos aromáticos (por ejemplo xileno, benceno), hidrocarburos aromáticos clorados (por ejemplo clorobenzenos), parafinas (por ejemplo fracciones de aceite mineral), alcoholes (por ejemplo metanol, butanol), disolventes fuertemente polares, tales como dimetilformamida y sulfóxido de dimetilo, así como agua; como sustancias sólidas de vehículo: minerales naturales molidos (por ejemplo caolines, arcillas, talco, creta) y minerales sintéticos molidos (por ejemplo ácido silícico altamente disperso, silicatos); como emulsivos: emulsivos no ionógenos y aniónicos, tales como ésteres de polioxietileno y ácidos grasos, ésteres de polioxietileno y alcoholes grasos, por ejemplo éteres alquilarilpoliglicólicos, sulfonatos alquílicos y arílicos; como agentes dispersantes: por ejemplo lignina, lejías de desecho de sulfito, metil-celulosa.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

404464



La combinación de substancias activas según el invento pueden estar presentes en las formulaciones en mezcla con otras substancias activas conocidas.

5. Por lo general, las formulaciones contienen entre 0,1 y 95% en peso de substancia activa, preferiblemente entre 0,5 y 90% en peso.

La combinación de substancias activas puede ser aplicada como tal, en forma de sus formulaciones o de las formas de aplicación de ellas preparadas, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados en estado listo para el uso. La aplicación es efectuada en forma usual, por ejemplo por espolvoreo, pulverización, rociada, riego y esparcimiento.

10. Las cantidades de aplicación de la combinación de substancias activas según el invento, pueden variar dentro, de ciertos límites. Por lo general, las cantidades de aplicación son de entre 0,5 y 10 kg/ha, preferiblemente de entre 1 y 7,5 kg/ha.

15. La aplicación de la combinación de substancias activas según el invento es efectuada preferiblemente antes de la brotación de las plantas, pero también puede ser realizada después de la brotación de las plantas.

20. El buen efecto herbicida de la combinación de substancias activas surge de los siguientes ejemplos. Mientras que las substancias activas individuales muestran debilidades en la acción herbicida, la combinación muestra un efecto muy amplio contra malezas, que excede de una simple adición de efectos.

25. El efecto a esperar de una combinación dada de

30.

404464



dos herbicidas puede ser calculado (compárese: COLBR, S.R. "Calculating synergistic and antagonistic responses of herbicide combinations". Weeds 15, páginas 20-22, 1967), como sigue:

5.

Si

X = % de daño por herbicida A en una cantidad de aplicación de p kg/ha,

Y = % de daño por herbicida B en una cantidad de aplicación de g kg/ha, y

10.

E = el daño esperado por los herbicidas A + B con p + g kg/ha de cantidad de aplicación, entonces

$$E = X + Y - \frac{X \cdot Y}{100}$$

15.

Si el daño efectivo es mayor que el calculado, entonces la combinación en su efecto es sobreaditivo, vale decir, existe un efecto sinérgico.

20.

De la tabla del Ejemplo A surge terminantemente que el efecto herbicida encontrado de la combinación de sustancias activas según el invento contra las malezas es mayor que el efecto calculado, vale decir, existe un verdadero efecto sinérgico.

25.

En la tabla, además, se demuestra que la eficacia herbicida de la combinación de sustancias activas según el invento es superior y la tolerabilidad por las remolachas (Beta) es mejor que en el caso de la combinación de sustancias activas anteriormente conocida consistente en las sustancias activas (III) y (IV) en la proporción en peso de 5 : 1.

30.

Ejemplo A

Ensayo de pre-brotadura.



Disolvente: 5 partes en peso de acetona

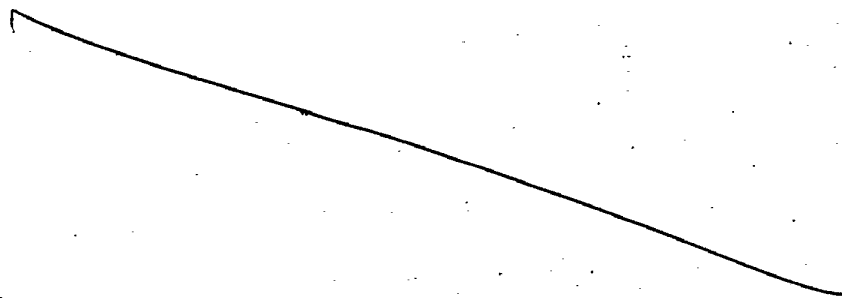
Emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilarilpoliglicólico.

5. Para la producción de una preparación adecuada de substancia activa, se mezcla 1 parte en peso de la substancia activa con la cantidad indicada del disolvente, se agrega la cantidad indicada del emulsivo y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

10. Semillas de las plantas de ensayo son sembradas en una tierra normal y, al cabo de 24 horas, son regadas con la preparación de substancia activa, manteniéndose convenientemente constante la cantidad de agua por unidad de superficie. La concentración de la substancia activa en la preparación no es de importancia, decisiva es tan solo la cantidad de aplicación de la substancia activa por unidad de superficie. Al cabo de tres semanas, se determina el grado de daño sufrido por las plantas de ensayo y se lo clasifica con los índices de 0 a 100, que tienen los siguientes significados:

20. 0 = ningún daño (ensayo testigo)  
50 = 50% de daño o inhibición del crecimiento  
100 = 100% de daño, vale decir, planta totalmente muerta:

25. Las substancias activas, las cantidades de aplicación y los resultados se hallan indicados en la siguiente tabla:

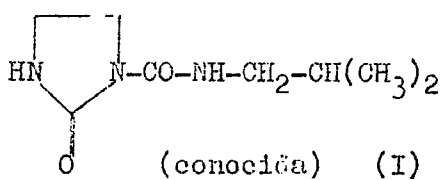
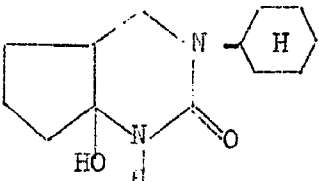
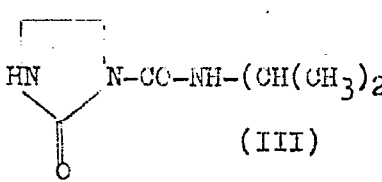
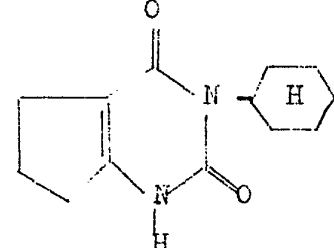




404404

TABLA

Ensayo de pre-brotad

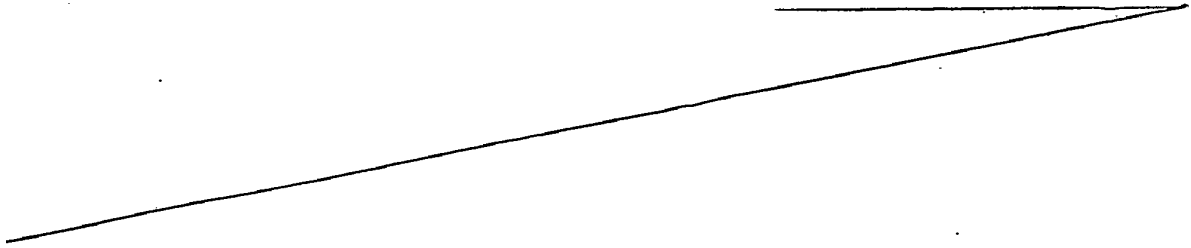
Substancia activa	cantidad de subst.act. aplicada kg/ha	renolacha	Galina
 <p>(conocida) (I)</p>	6.25 4.17 2.085	0 0 0	10 10
 <p>(nueva) (II)</p>	1.25 0.83 0.415	0 0 0	
 <p>(III)</p>	6.25 + 1.25 4.17 + 0.83 2.085 + 0.415	10 10 0	10 10
 <p>(IV) (conocida) <u>5:1</u></p>			

404464



brovadura

Galinsoga	Urtica	Stellaria	Metri- caria	Lolium
100	90	80	80	70
100	80	60	70	60
60	60	60	40	50
80	90	90	80	90
60	70	80	80	80
30	20	40	20	50
100	90	90	90	90
90	90	80	90	80
90	80	80	80	70



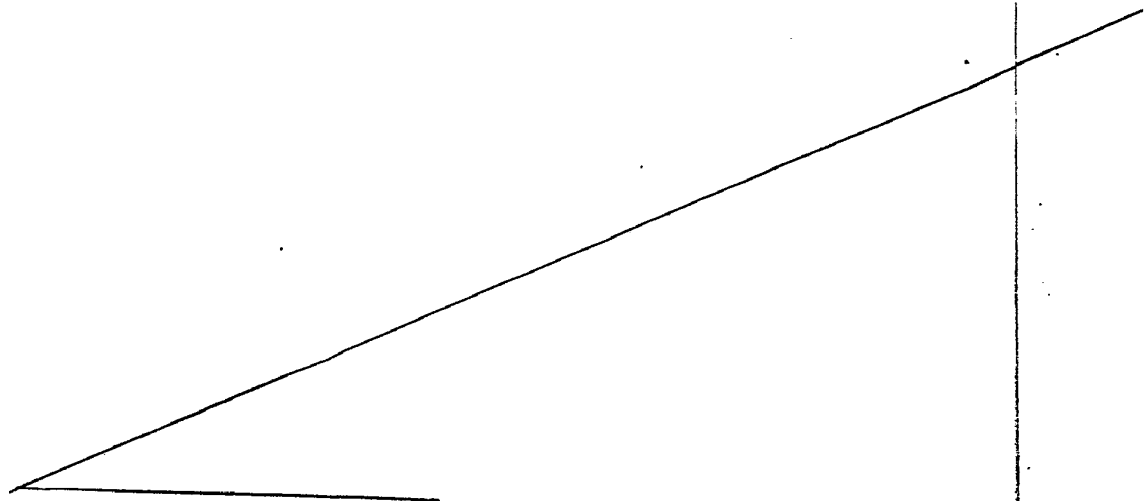




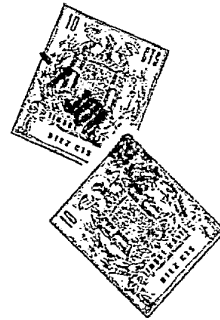
404404

T A B L A (cont:  
Ensayo de pre- brota

Substancia activa	cantidad de subst.act. aplicada kg/ha	remolacha encon- trado	calcu- lado	Gal enc.
(I) + (II)	6.25 + 1.25	0	0	100
5 : 1	4.17 + 0.83	0	0	100
(según el invento)	2.085+ 0.415	0	0	100

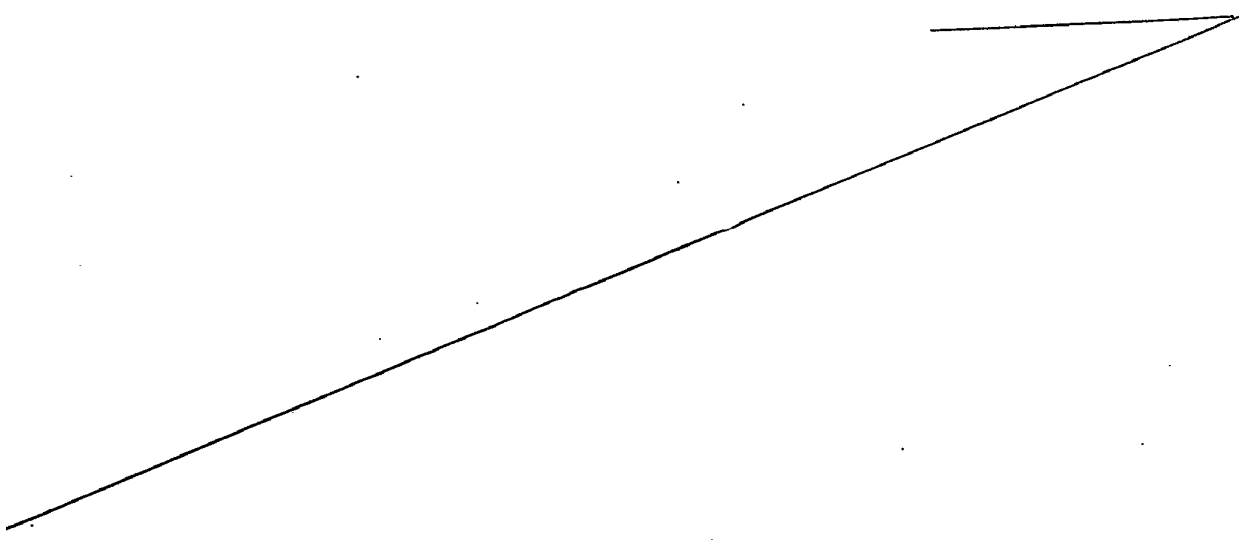


404464



(continuación)  
brotadura

Galinsoga		Urtica		Stellaria		Matricaria		Lolium	
enc.	calc.	enc.	calc.	enc.	calc.	enc.	calc.	enc.	calc.
100	100	100	99	100	98	100	96	100	97
100	100	100	96	100	92	100	94	100	92
100	72	100	68	100	70	100	52	90	75





404464

NOTA

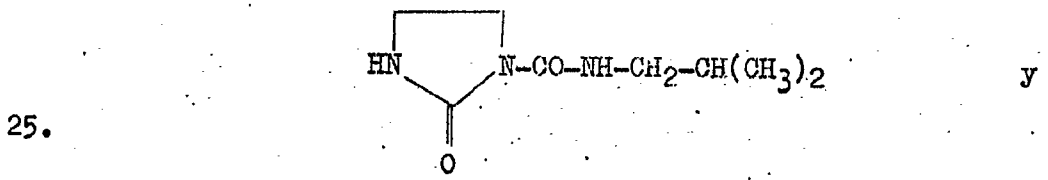
5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe, hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente, presentada en Alemania, con fecha 1 de Julio de 1.971, bajo el número P 21 32 764.0; 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 PREPARAR COMPOSICIONES HERBICIDAS; caracterizándose por lo siguiente:

10.

15.

1.- Procedimiento para preparar composiciones herbicidas, para combatir selectivamente malezas en cultivos de remolacha, caracterizado porque comprende mezclar de 0,1 a 95 partes en peso de una combinación de sustancias activas consistente en: (1) isobutilemida de ácido imidazolidin-2-on-1-carboxílico de la fórmula

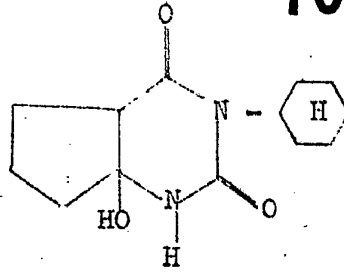
20.



3-ciclohexil-5,6-trimetilen-6-hidroxi-5,6-dihidro-uracilo de la fórmula

*Handwritten signature or initials*

404464



5.

en una proporción en peso entre 1 : 5 y 15 : 1; con 99,9 hasta 5 partes en peso de medios de carga y, en caso dado, con medios tensioactivos.

10.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque como medios de carga se mezclan disolventes líquidos y materiales vehículo sólidos.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 y 2, caracterizado porque como medio tensioactivo se mezclan agentes emulsionantes y dispersantes.

15.

4.- Procedimiento para preparar composiciones herbicidas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 13 hojas escritas a máquina por una sola cara.

20.

Madrid, - 1 JUL. 1972

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

I. GOMEZ ACEBO Y MODET  
p. p. Firmado: L. Gacto Fernández