

416457

10



416457

P.- 54.587

Application Ser.No. 179.333

FC-23-6-75

Int. Cl.: C07C, A01M

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de UNIVEX EXPLORATION & DEVELOPMENT CORPORATION LIMITED

entidad constituida con arreglo a las leyes de las Islas Bahamas

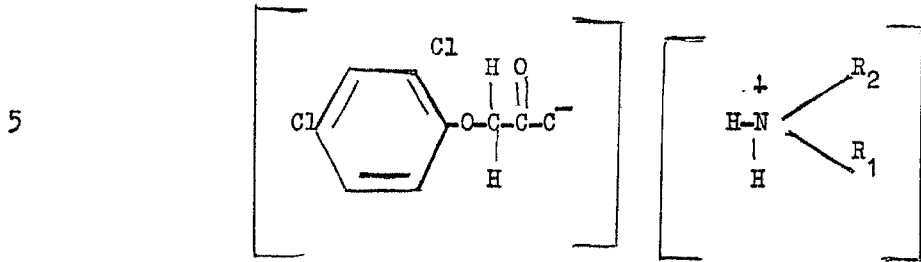
establecida en E.B. Sasoon Building, Shirley & Parliament Streets, Nassau, Islas Bahamas.

por: "UN METODO PARA PREPARAR DIALQUILLAMONIO-2,4-DICLOROFENOXIACETATOS"  
(Clase Internacional C07c)



Varios dialquilamonio-2,4-diclorofenoxiacetatos

que tienen la fórmula



10

en donde  $R_1$  y  $R_2$  son radicales cada uno de ellos seleccionado del grupo que consiste de metilo y etilo, son útiles como reguladores del crecimiento de las plantas. Las alquilaminas monosustituidas no son apropiadas para tratarse en los compuestos de esta invención. Los compuestos de la invención exhiben características de solubilidad en agua excelentes y poseen un grado excepcionalmente elevado e inesperado de eficacia como un exterminador general de malas hierbas en céspedes, praderas, estanques, lagos, canales, zanjas, etc. Se dan a conocer los métodos para usar y preparar estos compuestos.

15

20

25

Esta invención se relaciona con la producción de compuestos químicos novedosos y, más particularmente con los dialquilamonio-2,4-diclorofenoxiacetatos novedosos que tienen propiedades de regulación de crecimiento de plantas, totalmente inesperadas, o composiciones que contienen dichos compuestos y con los métodos para utilizar los mismos para objetos de regular el crecimiento de las plantas.



4 1 6 4 5 7



cida que pueda obtenerse fácilmente a precios razonables y que pueda incorporarse en una variedad de composiciones agrícolas facilitando de esta manera su aplicación y su uso.

5                    Todavía otro objeto de la invención es la provisión de un método para emplear dichos compuestos químicos novedosos y composiciones a fin de exterminar malas hierbas, es decir, las plantas que persisten creciendo, en donde no se desean, e impidiendo el crecimiento de las malas hierbas.

10                   Otro objeto más importante de esta invención es la provisión de herbicidas novedosos que exhiben un régimen de eliminación de la tierra notablemente favorable después de la aplicación y de esta manera evitan que quede en la tierra una acción residual, después de haber pasado el período máximo deseado para el control de malas hierbas.

15                   Un objeto todavía adicional de la invención es proporcionar un compuesto herbicida que sea útil como un exterminador de malas hierbas general en céspedes, campos de golf, campos de juego, áreas de recreo, a lo largo de las carreteras, derechos de vía de ferrocarril, aeropuertos, praderas, granjas, alrededor de los edificios de la granja, en estanques, lagos, canales, zanjas y arroyos con efectos visibles en unos cuantos días. Estos compuestos no tienen efectos perjudiciales en la vida acuática ni en el agua tratada de esta manera cuando se usa para irrigación, y para consumo

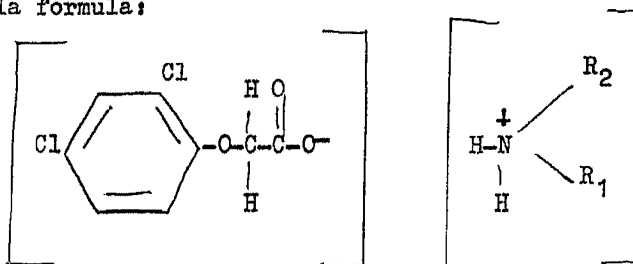
4 1 6 4 5 7



de los seres humanos y de los animales.

La invención se comprenderá mejor y se harán evidentes otros objetos que no sean aquellos dados a conocer en lo que antecede, al leer la siguiente descripción detallada de la invención.

La obtención de los objetos anteriormente citados se hace posible mediante el descubrimiento de que posee una actividad herbicida mejorada e inesperada, un grupo novedoso de dialquilamonio-2,4-diclorofenoxiacetatos que tienen la fórmula:



en donde R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> son radicales cada uno de ellos seleccionado del grupo que consiste de metilo y etilo y que exhiben una transmisión de luz del 40 por ciento a 400 mmu. en una muestra que contiene 480 gramos por litro de ácido 2,4-diclorofenoxiacético.

Los compuestos herbicidas particularmente preferidos incluyen dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato y dietilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato.

Este grupo novedoso de compuestos posee propiedades herbicidas inesperadas totales y propiedades de regulación de crecimiento de las plantas, cuando se compara con

416457

10



Los compuestos semejantes conocidos en el ramo anterior, así como cuando se compara con sus homólogos superiores. Por ejemplo, los compuestos tales como dipropilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato y aquellos dialquilamonio-2,4-dicloro  
5 fenoxiacetatos que tienen grupos de alquilo superiores a etilo tales como hexilo y butilo, no son compuestos solubles en agua, siendo la solubilidad en agua una propiedad importante de los compuestos novedosos de esta invención. A diferencia de los compuestos de esta invención, los derivados del ácido 2,4-diclorofenoxiacético, un herbicida  
10 bien conocido, y los homólogos superiores del compuesto, deben emulsionarse para impedir la precipitación y para que exhiban una actividad herbicida suficiente. Uno de los inconvenientes serios al usar los compuestos emulsionados es una reducción en la acción herbicida de los compuestos.  
15 Los compuestos solubles en agua de esta invención, a diferencia de los compuestos anteriormente mencionados, son capaces de penetrar fácilmente en la sección vascular de las plantas. Siendo solubles en agua, los compuestos de  
20 esta invención también se remueven por sí de los estanques y otras áreas de agua por medio de adsorción y/o absorción en el lodo, el cieno y ciertas malas hierbas.

Por lo tanto, los compuestos de esta invención se ha encontrado que son agentes particularmente valiosos  
25 para el control de malas hierbas, debido a que son tóxicos

416457



para muchas especies y grupos de malas hierbas, mientras que no son tóxicos para muchas plantas benéficas.

5 Las malas hierbas son plantas indeseadas ya que crecen en donde no se desea que lo hagan, no teniendo valor económico, e interfiriendo con la producción de cosechas cultivadas o con el bienestar del ganado o con la navegación en las vías fluviales. Pueden controlarse muchos tipos de malas hierbas mediante el uso de los compuestos de la invención e incluyen, por ejemplo, corregüela, yerba amar-  
10 gosa, alcarceña, retama, lampazo, bardana, hierba de café, vellorita vespertina, ambrosía, crotón, acederas, estramonio, quenopodio blanco, lechuguilla, ortiga, mastuerzo, chicalote, bolsa de pastor, ortiga romana, acedera común, girasol, cardo, arbeja, zanahoria silvestre, rábanos silvestres,  
15 jacinto acuático, llantén, hinojo, trébol, mostaza, dondiego matutino, diente de león, verdolaga, anserina, lechuga acuática, yerbas y baya de saúco.

#### PREPARACION

20 Los dialquilamonio-2,4-diclorofenoxiacetatos novedosos de la invención pueden prepararse mezclando primero una dialquilamina que tiene la fórmula  $R_1R_2NH$  en donde  $R_1$  y  $R_2$  se seleccionan del grupo que consiste de metilo y etilo, junto con ácido diclorofenoxiacético o en presencia  
25 de un solvente inerte, tal como alcohol o agua. Se disuel-

416457

70

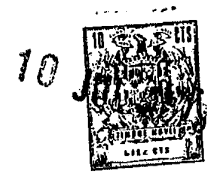


5 ve de preferencia un mol del ácido 2,4-diclorofenoxiacético en 1,25 moles de dialquilamina. El producto se seca luego bajo calentamiento reducido (es decir, de preferencia a temperatura de aproximadamente 50° a aproximadamente 100°C y presión reducida dando por resultado la formación del producto deseado. Si se emplea un alcohol como el solvente inerte, se recupera mediante destilación y el producto se lleva hasta sequedad bajo calor y presión reducidos.

10 De conformidad con una modalidad preferida de la invención, el dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato se forma disolviendo un mol del ácido 2,4-diclorofenoxiacético en 1,25 moles de dimetilamina acuosa al 40 por ciento mientras que la reacción se mantiene a temperatura de 20° C. El producto se seca al vacío a temperatura de 80°C. Un análisis elemental del producto proporciona los siguientes resultados:

	<u>Análisis</u>	<u>Teórico (C<sub>10</sub>H<sub>13</sub>NO<sub>3</sub>Cl<sub>2</sub>)</u>
Carbono	45,06%	45,14%
20 Hidrógeno	4,79%	4,92%
Oxígeno	18,11%	18,04%
Nitrógeno	5,29%	5,27%

25 El producto que resulta del mismo es cristalino, de color pardo claro, de peso molecular de 266,07, soluble en agua y tiene una temperatura de fusión de aproximadamente



416457

93° C., (y de preferencia aproximadamente de 92,8 a 93,4°C.)  
 De conformidad con otra modalidad preferida de la invención,  
 el dietilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato se prepara, disol-  
 viendo un mol de ácido 2,4-diclorofenoxiacético en 1,25 mo-  
 5 les de una solución acuosa al 25 por ciento de dietilamina.  
 El producto luego se seca al vacío a temperatura de 80° C.,  
 rindiendo un cristal de color pardo claro, soluble en agua  
 que tiene una temperatura de fusión de 48° C. Herbicidamen-  
 te, el derivado de dimetilamonio es más eficaz que el deri-  
 vado de dietilamonio.

Cuando se substituyeron otras dialquilaminas su-  
 periores tales como dipropilamina, diisopropilamina, dibuti-  
 lamina, diisobutilamina y diamilamina por las distintas dial-  
 quilaminas empleadas en la práctica de la invención, los pro-  
 ductos resultantes se encontró que eran insolubles en agua  
 15 y por lo tanto no eran apropiados para la práctica de esta  
 invención.

Los compuestos de la presente invención pueden  
 aplicarse directa o indirectamente a cualquier parte de una  
 mala hierba, que de preferencia está en un estado activo de  
 20 crecimiento. Dichos compuestos son solubles en los tejidos  
 de las malas hierbas, son absorbidos selectivamente en las  
 hojas de las malas hierbas, y son llevados a través del sis-  
 tema de las malas hierbas hacia las raíces para ejercer sus  
 efectos deseados herbicidas y de regulación de crecimiento.  
 25

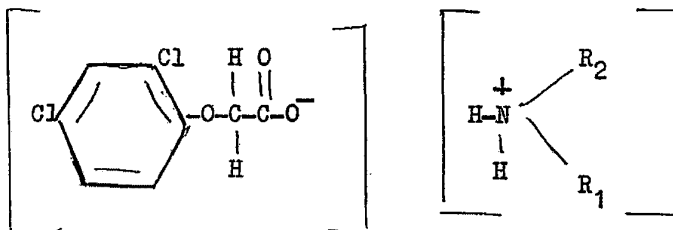
416457



Pueden aplicarse ya sea a las malas hierbas que crecen, a los retoños de las malas hierbas o a la tierra adyacente a la misma, o en donde la semilla está germinando o se espera que germine. Se comprenderá que debido a la actividad superior de estos compuestos, por lo general deben emplearse cantidades relativamente pequeñas.

COMPOSICIONES

Las composiciones de la presente invención se preparan mezclando por lo menos un compuesto de la fórmula



en donde  $R_1$  y  $R_2$  son radicales, cada uno de ellos seleccionado del grupo que consiste de metilo y etilo. De esta manera, de conformidad con otra modalidad de la invención, puede también emplearse una composición herbicida que consiste de una mezcla cogenérica de dialquilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato (v.Gr., dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato y dietilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato). Aún cuando es posible utilizar los compuestos novedosos y mezclas de los mismos, una modalidad preferida de la invención incluye el uso de por lo menos uno de los compuestos novedosos en combinación con un portador inerte, tal como un líquido o



416457

5

un sólido finamente dividido. El portador inerte puede ser agua, alcohol, acetona o cualesquiera de los otros solventes orgánicos, destilados de petróleo, así como mezclas de los mismos. Los distintos portadores inertes que pueden emplearse en la práctica de la invención, son bien conocidos para aquellas personas expertas en el ramo.

10

En la formulación de los productos para aplicarse como una aplicación anhidra, los compuestos activos descritos pueden mezclarse uniformemente con cualesquiera de los portadores inertes sólidos secos en partículas que fluyen libremente bien conocidos, que pueden ser orgánicos o inorgánicos tales como aserrín, la harina derivada del frijol de soya, tabaco, cáscara de nuez, trigo, madera, el subproducto de lignina y de lignocelulosa, ácido ligninsulfónico, corcho, resinas de urea-formaldehído y otras resinas, sílices, carbonatos, calcita y dolomita, silicatos, arcillas, fosfato de tricalcio, ácido bórico, etc.

15

20

Estos productos de preferencia deben tener un tamaño de partícula de una prueba de tamiz de malla de aproximadamente 25, que pueden obtenerse con un equipo usual de mezclado, revoltura, o molienda y que por lo general contienen, además del portador inerte, de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 99 por ciento en peso del compuesto activo y de preferencia de aproximadamente 8 a aproximadamente 70 por ciento en peso. Además, pueden también emplearse opcio-

25

416457



5 nalmente de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 1,0 por  
ciento en peso de un agente dispersante, y de aproximada-  
mente 0,5 a aproximadamente 1,0 por ciento en peso de un  
agente humectante, que hace que los productos sean capaces  
de humedecerse y dispersibles, facilitando por lo tanto la  
aplicación de los mismos en el campo. Los ingredientes  
pueden mezclarse juntos simplemente, o los compuestos acti-  
vos pueden rociarse directamente sobre un portador inerte  
con agitación, después de lo cual la mezcla es un producto  
10 que fluye libremente. Los ejemplos de formulaciones apro-  
piadas son los siguientes:

EJEMPLO 1

15 Se preparó una composición que está adaptada  
para aplicarse directamente y que es útil para la destruc-  
ción y/o prevención de malas hierbas. El producto se hace  
combinando o mezclando los ingredientes para proporcionar  
una composición que tiene un tamaño de partícula promedio  
de menos de 50 micrones. La composición incluye:

20

	<u>Porcentaje en Peso</u>
Dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato	20
Talco	78,75
Gel de Sílice	1,00
Metilcelulosa	0,25

25



416457

EJEMPLO 2

Se formó una composición que, cuando se añadió al agua, dió por resultado el control del crecimiento de las plantas:

	<u>Porcentaje en Peso</u>
5	
Dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato	99,5
Gel de sílice	0,5

Las composiciones de los compuestos activos novedosos, junto con los portadores sólidos inertes secos, tales como aquellos descritos en lo que antecede, pueden también formularse en gránulos y píldoras. En dichas composiciones, el portador sólido inerte generalmente variará en tamaño de aproximadamente 65, a aproximadamente 99 por ciento en peso y el ingrediente activo, puede variar entre aproximadamente 1 y 35 por ciento en peso. Debe quedar comprendido que no es necesario incluir un agente tensioactivo en las composiciones granuladas y formadas en píldoras.

Los materiales en forma de píldora, se forman rociando una solución del dialquilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato sobre un portador inerte, mientras que el portador inerte se está mezclando en un mezclador apropiado. De esta manera, de acuerdo con la modalidad preferida de la invención, 340.500 kilogramos de una arcilla de malla 25 se colocaron en un mezclador de polvo seco de tipo de cinta, de capacidad de 454 kilogramos y se rociaron 113.500 kilogra-

416457



5 mos de dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato sobre el portador a medida que el portador se mezclaba. El dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato se adhiere a la superficie de la arcilla dando por resultado la formación de un material que fluye libremente que se desintegra lentamente, cuando se coloca en contacto con la humedad. Los fertilizantes pueden reemplazar la arcilla.

10 Los ejemplos de las composiciones granuladas que están particularmente adaptadas para aplicarse por medio de un aparato de dispersión de fertilizante o un equipo semejante, se dan a conocer en los Ejemplos 3.4. Estas composiciones granuladas pueden prepararse fácilmente mezclando los ingredientes con agua para formar una pasta. La pasta se extruye luego y se seca para proporcionar el tamaño  
15 granulado deseado. De preferencia, los gránulos serán dentro del orden de 0,80 a 6,35 milímetros de diámetro.

EJEMPLO 3

		<u>Porcentaje en Peso</u>
20	Dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato	50
	Goulac (Agente Dispersante)	3
	Gelatina	25
	Talco	22

25



416457

EJEMPLO 4

	<u>Porcentaje en Peso</u>
	Dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato 10
	Goulac 3
5	Keroseno destufado 1
	Gelatina 25
	Talco 61

El agente tensioactivo útil en la práctica de la invención, puede incluir agentes aniónicos, catiónicos y no iónicos, tales como aquellos que se han empleado por lo general en las composiciones herbicidas y de regulación de crecimiento de las plantas. Los agentes tensioactivos apropiados se dan a conocer por ejemplo en la patente Norteamericana de Searle Número 2.426.417; en la patente Norteamericana de Tode Número 2.655.447; en la patente Norteamericana de Jones Número 2.412.510 ó en la patente Norteamericana de Lehner Número 2.139.276. Se da también a conocer una lista detallada de dichos agentes en "Anuario de Detergentes y Emulsionantes" (1964) de John W. McCutcheon, Inc.

Los agentes tensioactivos apropiados útiles como agentes dispersantes y/o humectantes en las composiciones de la presente invención incluyen: ésteres del ácido graso de polietilenglicol y condensados de alquilolamida grasa, sulfonatos de alquilarilo, sulfatos de alcohol graso,

416457



dialquilésteres de isotionato de sodio, éteres de polixietileno y tioéteres de polioxietileno y los compuestos de cloruro de amonio cuaternario de cadena larga.

5

Los agentes dispersantes tensioactivos tales como sulfonatos de lignino de sodio, metilcelulosa de baja viscosidad, sales de sodio polimerizadas de los ácidos alquilnaftalensulfónicos son también apropiados en las composiciones de regulación de crecimiento de plantas y herbicidas de la invención.

10

Entre los surfactantes preferidos están los del tipo aniónico y no iónico. Entre los agentes tensioactivos aniónicos, aquellos preferidos son las sales de metal alcalino o de amina de los ácidos alquilbencensulfónicos tales como ácido dodecibencensulfónico, sulfato de laurilo de sodio, sulfonatos de alquilnaftaleno, éster del ácido oléico de isotionato de sodio, sulfonsuccinato de sodio de dioctilo, etc. Entre los compuestos no iónicos, los miembros preferidos son poli(etilenoxi)etanoles de alquilfenoxi tales como los aductos de nonilfenol con óxido de etileno; éteres de polietilenglicol de trimetilnonilo, aductos del óxido polietileno de los ácidos de colofonia grasos, aductos de mercaptanos de alquilo de cadena larga con óxido de etileno.

15

20

25

Por lo general, se usará menos del 2 por ciento de los agentes tensioactivos en las composiciones de esta invención y ordinariamente la cantidad de los agentes ten-

416457



sioactivos variará de 0,5 a 1,0 por ciento en peso.

5 Como se ha señalado en lo que antecede, el portador inerte puede también ser un líquido, si por ejemplo, el compuesto activo va a aplicarse en la forma de una rociadura. Las formulaciones líquidas pueden contener por lo menos 0,5 por ciento en peso del compuesto activo y de preferencia de 0,5 a aproximadamente 70 por ciento en peso, siendo determinadas las cantidades reales, mediante varios factores, tales como la naturaleza del diluyente líquido, el uso a que se destine y factores semejantes.

10 Al producir las formulaciones líquidas que contienen el compuesto activo, por lo menos uno de los compuestos activos puede mezclarse con por lo menos uno de los siguientes solventes inertes: agua, acetona, soluciones alcalinas tales como soluciones de sodio, potasio y amonio acuosas, alcohol y soluciones de dialquilamina solubles en agua. Los compuestos activos de la invención pueden también mezclarse con varias fracciones de petróleo incluyendo queroseno, hidrocarburos alifáticos, naftalenos alquilados y otros aceites lubricantes minerales. Estas formulaciones líquidas pueden también incluir varios agentes dispersantes y/o humectantes, tales como aquellos dados a conocer en la presente. Los alcoholes típicos útiles en la práctica de la invención incluyen aquellos alcoholes dados a conocer en la patente Norteamericana Número 2.900.293, que se incorpora en

15

20

25

416457



la presente por referencia.

Los compuestos herbicidas y de regulación de crecimiento de las plantas novedosos, pueden también formularse con varios tipos de composiciones fertilizantes.

5 Los fertilizantes o nutritivos de las plantas, tal y como son llamados comúnmente, incluyen los compuestos comúnmente usados de nitrógeno, fósforo y potasio; es decir, sulfato de amonio, nitrato de amonio, urea, metilenureas, polímeros de urea-formaldehído de bajo peso molecular, nitrato de sodio, amoniaco anhidro, soluciones amoniacaes acuosas de urea, o nitrato de amonio, fosfatos de amonio, superfosfatos, 10 superfosfatos triples y los ácidos fosfóricos y las sales de potasio, tales como cloruro, sulfato y nitrato. Los nutritivos de las plantas se aplican individualmente o mezclados entre sí. 15

Los dialquilamoni-2,4-diclorofenoxiacetatos novedosos de preferencia se añaden a dichas mezclas de fertilizante o a los compuestos después de las operaciones de fabricación de mezclado, granulación, amoniación, secado y 20 otras operaciones, a fin de evitar los posibles efectos perjudiciales de dichas operaciones en los compuestos cuando se emplean como agentes retardadores de crecimiento de malas hierbas.

De acuerdo con una modalidad preferida de esta 25 invención, los dialquilamoni-2,4-diclorofenoxiacetatos se



416457

formulan con por lo menos un agente de penetración que se  
 selecciona del grupo que consiste de dimetilsulfóxido,  
 ácido etilendiamintetra-acético, dialquilbisulfuro soluble  
 en agua, y mezclas de los mismos. Los agentes de penetra-  
 5 ción se ha encontrado que son agentes particularmente valio-  
 sos para ayudar a los agentes herbicidas para penetrar en  
 la sección vascular de las plantas que se están tratando.  
 Por lo general, las composiciones herbicidas contienen de  
 aproximadamente 5 a 25 por ciento en peso y de preferencia  
 10 20 por ciento en peso de la composición total.

Los siguientes ejemplos ilustran composiciones  
 típicas que utilizan los agentes de penetración anteriormen-  
 te citados:

15 EJEMPLO 5

	<u>Porcentaje en peso</u>
Dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato	67
Dimetilsulfóxido	10
Acido etilendiamintetraacético	10
20 Agua	13

0,946 litros de esta solución en 189,250 litros  
 de agua controla el cardo en una superficie tan eficiente-  
 mente que no vuelve a crecer al siguiente año. Los dialquil-  
 bisulfuros solubles en agua, pueden substituirse por el di-  
 metilsulfóxido en este ejemplo.  
 25

416457

10



EJEMPLO 6

Porcentaje en Peso

Dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato	65
Acido etilendiamintetraacético	10
Agua	25

5                                    0,946 litros de esta solución en 189,250 litros de agua y rociándose sobre una superficie de un paso controlaron todas las malas hierbas de hoja caduca sin daño al pasto.

EJEMPLO 7

Porcentaje en Peso

Dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato	67
Dimetilsulfóxido	10
Acido etilendiamintetraacético	10
Alcohol de poliéter de arilo alquilado	3
Agua	10

15                                    0,946 litros de esta solución en 189,250 litros de agua aplicados a una superficie de caña de azúcar, controla todas las malas hierbas de hoja caduca, la verdolaga y la anserina madura.

20                                    Se comprenderá que los compuestos herbicidas de la presente invención pueden aplicarse en una forma al 100 por ciento pero esto es impráctico debido a las dificultades durante el manejo, las medidas, la aplicación, etc.  
25                                    Por lo tanto, se prefieren las composiciones formuladas tal



4 1 6 4 5 7

5 y como se describen en lo que antecede. Independientemente de si el compuesto activo se aplica en forma pura o en formulaciones a la planta o a las malas hierbas que van a tratarse o sus medios ambiente, siempre se usa en una cantidad eficaz o herbicida, cuya cantidad puede determinarse fácilmente, mediante una persona experta en el ramo mediante experimentos de rutina. Se comprenderá que estas composiciones pueden contener otros agentes funcionales y auxiliares tales como pesticidas, incluyendo insecticidas, aracnicidas, bactericidas, fungicidas y semejantes, así como otros herbicidas, agentes ligadores, de dispersión y de pegajosidad.

10

Otras composiciones herbicidas útiles de conformidad con esta invención se ilustran en los siguientes ejemplos:

15

EJEMPLO 8

Formulación Líquida

	<u>Porcentaje en Peso</u>
Dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato	50
20 3,9-dietiltridecanol-6-sulfato de sodio (agente humectante)	1
Agua	48,75
Metilcelulosa, 1500 centipoises (agente dispersante)	0,25
	<hr/>
	100,00

25

4 16457

10 JUN



EJEMPLO 9

Formulación Líquida

	<u>Porcentaje en peso</u>
Dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato	50
5 3,9-dietiltridecanol-6-sulfato de sodio (agente humectante)	1
Agua	48,75
Metilcelulosa, 1500 centipoises (agente dispersante)	0,25
	<hr/>
	100,00

10

APLICACION

Los cuerpos de agua tales como zanjas de drenaje, lagos, estanques, canales, ríos, depósitos y semejantes, pueden tratarse con los compuestos o composiciones herbicidas presentes que contienen los mismos, tal y como se describe en lo que antecede, para controlar la vegetación acuática indeseable, incluyendo las malas hierbas flotantes, parcialmente sumergidas y totalmente sumergidas. En estas aplicaciones acuáticas, los compuestos y composiciones presentes pueden aplicarse por encima o por debajo de la superficie del agua, en cantidades efectivas que son suficientes para controlar las malas hierbas deseadas.

15

20

25

Las cantidades efectivas para la vegetación acuática flotante y parcialmente sumergida, son de aproximadamente 3,375 a 6,750 kilogramos del compuesto herbicida



416457

10 J



5 Estas pruebas son algo importantes, en vista de la similitud estructural estrecha entre la sal de dimetilamina del ácido 2,4-diclorofenoxiacético y el dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato. Sin embargo, en pruebas adicionales llevadas a cabo mediante un laboratorio independiente, las muestras de la sal de dimetilamina del ácido 2,4-diclorofenoxiacético, siendo equivalentes a 480 kilogramos por litro del ácido 2,4-diclorofenoxiacético se compararon con el dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato, que tenía un equivalente de 480 gramos por litro del ácido 2,4-diclorofenoxiacético.

10 La transmisión de luz se midió de 300 a 800 mmu. Se observaron variaciones significativas en la absorción en la escala de longitud de onda de 375 a 625 mmu. Llegando a la conclusión de que había presentes compuestos diferentes en las muestras. Los resultados de las pruebas se dan a conocer en la Figura 2.

15 Las pruebas llevadas a cabo mediante la Comisión de Caza y Pesca en Agua Dulce, en el Estado de Florida, demuestran que el dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato a razón de 2,724 kilogramos del ingrediente activo por 378,500 litros de agua que se aplica a 0,405 hectárea de superficie de agua, no tuvo efecto perjudicial en cangrejos, peces (con púas y lisos) o caracoles.

25 Las pruebas llevadas a cabo mediante el Servi-



416457

5                   cio de Peces y Vida Selvática, del Departamento del Interior de los Estados Unidos, demuestran que los peces no asimilan el dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato a razón de 2,724 kilogramos del ingrediente activo por 378,50 litros de agua, cuando se suministran de manera regulada en un tanque de prueba durante dos semanas. Las pruebas adicionales demuestran que estos compuestos no tienen efecto perjudicial en los peces, camarones ni ostiones en agua de mar corriente.

10                   En una comparación de la sal de dimetilamina del ácido 2,4-diclorofenoxiacético y el dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato, se demostraron las siguientes diferencias:

15                   1. La solución concentrada de la sal de dimetilamonio del ácido 2,4-diclorofenoxiacético era inestable y se precipitaba el ácido básico dentro de un período de 72 horas después de la formulación. El dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato es una solución estable a la misma concentración y tiene una duración de conservación en almacén de más de tres y medio años.

20                   2. El Departamento de Agricultura de los Estados Unidos, manifiesta que el dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato es cuatro veces más eficaz para el control de hierba anfibia que la sal de dimetilamina del ácido 2,4-diclorofenoxiacético.

25

416457



3. El Servicio de los Estados Unidos de Peces y Vida Selvática así como la Comisión de Caza y Pesca en Agua Dulce del Estado de Florida, manifiestan que el dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato no tiene efecto perjudicial en la vida acuática. La sal de dimetilamina del ácido 2,4-diclorofenoxiacético cuando se usó en una concentración suficiente para controlar las malas hierbas acuáticas, tiene efecto perjudicial en la vida acuática.

4. La Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos ha concedido su aprobación para el uso del dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato en el medio ambiente.

5. La sal de dimetilamina del ácido 2,4-diclorofenoxiacético es un compuesto cristalino soluble en agua blanco. El dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato es un cristal grande monoclinico, de una coloración de pardo claro, con un olor leve de amino.

6. La temperatura de fusión de la sal de dimetilamina del ácido 2,4-diclorofenoxiacético es de 85 a 87° C. La temperatura de fusión del dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato es de 92,8 a 93,4°C.

7. La solubilidad de la sal de dimetilamina del ácido 2,4-diclorofenoxiacético es de 300 gramos en 100 gramos de agua. La solubilidad del dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato es de 395 gramos en 100 gramos de agua.

8. El examen con rayos ultravioleta de la sal

416457



de dimetilamina del ácido 2,4-diclorofenoxiacético y del dimetilamonio-2,4-diclorofenoxiacetato no deja duda en cuanto a la diferencia.

5 9. El examen del espectro infrarrojo da también a conocer la diferencia.

Habiendo discutido en detalle considerable las modalidades ilustrativas y preferidas de la invención, debe ser evidente que los objetos dados a conocer al comienzo de esta especificación se han llenado.


10

#### REIVINDICACIONES

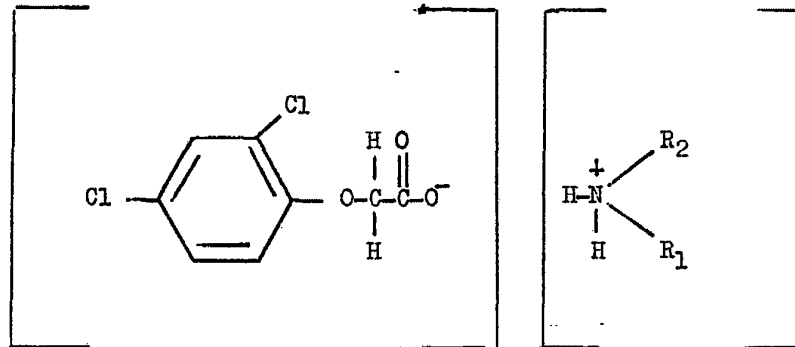
Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

15

1ª.- Un método para preparar un compuesto de la fórmula

  
3.7.73  
FC

416457



5 en donde  $R_1$  y  $R_2$  son radicales seleccionados cada uno de ellos del grupo que consiste en metilo y etilo, que comprende solubilizar ácido diclorofenoxiacético con una dialquilamina que tiene la fórmula  $R_1R_2NH$ , en donde  $R_1$  y  $R_2$  son radicales seleccionados del grupo que consiste en metilo y etilo y se-  
 10 car bajo vacío a una temperatura menor de  $100^\circ C$  durante un periodo de tiempo suficiente para formar el producto deseado.

15 2<sup>a</sup>.- Método de acuerdo con la reivindicación 1<sup>a</sup>, que comprende además la etapa de separar dicho disolvente inerte de dicho producto de reacción cuando se emplean disolventes.

3<sup>a</sup>.- Método de acuerdo con la reivindicación 1<sup>a</sup>, que comprende introducir 1,25 moles de dicha dialquilamina

3.7.73  
FC

416457



por cada mol de ácido diclorofenoxiacético.

4ª.- Método de acuerdo con la reivindicación 1ª, que comprende además la etapa de mezclar dicha dialquilamina y el ácido diclorofenoxiacético a aproximadamente  
5 una temperatura de 20°C.


5ª.- Método de acuerdo con la reivindicación 1ª, que comprende además la etapa de secar dicho producto de reacción a una temperatura de 50 a 100°C.

6ª.- Método de acuerdo con la reivindicación 1ª, en donde dicho disolvente inerte es agua.  
10

7ª.- Método de acuerdo con la reivindicación 3ª, que comprende además la etapa de recuperar dicho producto llevándolo hasta sequedad a presión reducida y calor.

8ª.- Método para preparar un producto de  
15 acuerdo con la reivindicación 1ª, que comprende las etapas de disolver un mol de ácido 2,4-diclorofenoxiacético en 1,25 moles de dimetilamina acuosa, agitar dicha mezcla a aproximadamente 20°C, y secar dicho producto bajo presión reducida y calor, con lo cual se obtiene un producto soluble en agua que  
20 tiene un punto de fusión desde aproximadamente 92,8 a aproximadamente 93,4°C.

9ª.- Un método de preparar una mezcla co-  
genérica que consiste en una composición herbicida que contiene al menos uno de dichos compuestos preparados por el método de la reivindicación 1ª, que comprende las etapas de in-  
25

  
3.7.73  
FC



10

416457

roducir una mezcla de dimetilamina y dietilamina en ácido 2,4-  
-diclorofenoxiacético, hacer reaccionar dichos ingredientes  
para formar un producto de reacción, y secar dicho producto  
de reacción bajo presión reducida y calor.

5                    10ª.- UN METODO PARA PREPARAR DIALQUILLAMONIO-  
-2,4-DICLOROFENOXIACETATOS.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que  
antecede, y para los fines que se han especificado.

10                    Esta Memoria consta de treinta hojas escri-  
tas a máquina por una sola cara.

10 JUL. 1973

Madrid,

P.A.

Fernando de Elcáburu  
Per Foz  
*[Handwritten signature]*

3.7.73 FC

- 30 -

*[Handwritten signature]*