

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



439.712

(10) ES	(11) NUMERO	(10) A 1
	439.712	
	(22) FECHA DE PRESENTACION	
	24-7-75	

PATENTE DE INVENCION

P.- 60.959
33298/74
NW/DIR/PS

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
33298/74	27-7-74	Gran Bretaña
1449/75	14-1-75	" "
33298/74 (Completa)	11-7-75	" "

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	A01N/1607D	

(54) TITULO DE LA INVENCION

"UN METODO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION HERBICIDA CONCENTRADA ACUOSA DE 2-CLORO-4-ETILAMINO-6-ISOPROPILAMINO-1,3,5-TRIAZINA".

(71) SOLICITANTE (S)

FISONS LIMITED

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Pison House, 9 Grosvenor Street, Londres, Inglaterra.

(72) INVENTOR (ES)

Christopher Gillings e Ian Christopher Jewry.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE

DON ALBERTO DE BIZABURU MARQUEZ

Esta invención se refiere a un método para preparar composiciones herbicidas. Más particularmente, se refiere a la preparación de una formulación nueva y particularmente útil del conocido herbicida 2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-1,3,5-triazina (atrazina).

Hasta ahora, la atrazina se ha presentado convencionalmente, bien como gránulos para aplicación directa, o bien, para su aplicación en forma de una pulverización acuosa, en forma de un polvo humectable que requiere medir cantidades y diluirlas con agua antes de la aplicación. El medir cantidades específicas de estos polvos se ha considerado durante mucho tiempo en la técnica como algo tedioso, impreciso e inseguro, ya que los polvos tienden a ser arrastrados por el viento.

Se ha encontrado ahora en la invención una formulación de atrazina que es conveniente en su uso, evita las desventajas indicadas anteriormente, y además es sorprendentemente estable en forma concentrada en un amplio intervalo de condiciones de almacenamiento.

Por consiguiente, en uno de sus aspectos, esta invención proporciona una composición herbicida que comprende una suspensión acuosa de atrazina en una cantidad de 100 a 700 g/l, un coloide hidrófilo de

Xanthomonas, y uno o más agentes tensioactivos aniónicos.

5 Las partículas de atrazina de la suspensión son, preferiblemente, de un diámetro equivalente de Stokes de menos de 5 micras, estando, por ejemplo al menos el 90%, y preferiblemente el 95% en peso, por debajo de este límite. (Los tamaños de partículas de esta Memoria son medidos con un Contador Coulter Modelo TA, usando un tubo con orificio de 50 micras).

10 Preferiblemente, el coloide hidrófilo de Xanthomonas es uno producido por fermentación por la bacteria Xanthomonas campestris.

15 Las composiciones contienen preferiblemente de 100 a 600 g/l de atrazina, y más preferiblemente de 300 a 600 g/l, por ejemplo 500 g/l de la misma. Para su aplicación, el concentrado se diluirá después normalmente de tal modo que la concentración de atrazina en la suspensión aplicada es desde 0,05 a 5 g/l.

20 Las composiciones contienen en general al menos 100 partes en peso de atrazina por parte en peso de coloide hidrófilo de Xanthomonas, y preferiblemente contienen de 0,05 a 5 g/l del coloide. Más preferiblemente, las composiciones contienen no más de 3 g/l del coloide. Es deseable que la viscosidad del concentrado en suspensión sea de 8.000 a 14.000 centipoises (medido

25

con viscosímetro Brookfield, modelo RVT, eje nº 2, 0,5 rpm, a 20°C). Como es un producto bioquímico, la cantidad de coloide hidrófilo de Xanthomonas que se necesita incorporar puede variar algo para dar un cierto valor de viscosidad.

Las composiciones de la presente invención contienen también uno o más agentes tensioactivos aniónicos, por ejemplo en una cantidad total de desde 0,5 a 10% del peso de la atrazina.

La expresión "agente tensioactivo" se usa aquí para incluir materiales diversos denominados agentes dispersantes y agentes humectantes. Estos agentes son muy conocidos en la técnica de los herbicidas.

Los agentes tensioactivos usados pueden comprender jabones, ésteres grasos de sulfatos, tales como dodecilsulfato de sodio, octadecilsulfato de sodio y cetilsulfato de sodio, etoxilatos grasos sulfatados, sulfonatos aromáticos grasos, tales como alcohol-aril-sulfonatos, por ejemplo alcohol-bencenosulfonatos o butil-naftalensulfonatos, sulfonatos grasos más complejos, tales como el producto de condensación de amida de ácidos grasos y N-metil-aurina, la sal de sodio de ésteres de dialcohol-sulfosuccinato, sales de ligninsulfonatos, condensados de fenol-formaldehído sulfonados, y condensados de urea-formaldehído sulfonados.

Los agentes tensioactivos preferidos incluyen los alcohol-sulfatos grasos, el producto de condensación de amida de ácido oleico y N-metil-aurina, alcohol-aril-sulfonatos, etoxilatos grasos sulfatados, por ejemplo alcohol laurílico sulfatado con 2-3 moles de óxido de etileno, ésteres de dialcohol-sulfosuccinato, sales de ligninsulfonato, condensados de urea-formaldehído sulfonados, condensados de naftaleno-formaldehído sulfonados, y condensados de fenol-formaldehído sulfonados.

Las composiciones de la invención pueden contener materiales adicionales compatibles miscibles con agua en calidad de vehículos, aunque es preferible que el agua sea el único vehículo.

Las composiciones pueden contener aditivos tales como agentes antiespumantes (por ejemplo un agente antiespumante basado en silicona), por ejemplo en una cantidad de desde 0,02 a 2% en peso de fase continua, o agentes anticongelantes (por ejemplo etilenglicol y/o glicerina) por ejemplo en una cantidad de desde 5 a 20% en peso de la fase continua, o agentes protectores para el coloide, tal como formaldehído, por ejemplo en una cantidad de desde 0,05 a 1% del peso de la fase continua. Además de la atrazina, las suspensiones pueden contener otros pesticidas compa-

tibles, por ejemplo herbicidas, insecticidas o fungicidas, o reguladores del crecimiento de las plantas, bien en forma de partículas en suspensión o disueltos o en emulsión en la fase acuosa. No obstante, es preferible que las suspensiones contengan atrazina como
5 único pesticida.

La atrazina empleada puede ser la disponible en el comercio, que contiene pequeñas cantidades de otras triazinas herbicidas totales.

10 Los concentrados en suspensión conservan sorprendentemente bien su naturaleza homogénea y capaz de fluir durante el almacenamiento, aún a temperaturas cambiantes. Así pues, son de estabilidad muy notable.

15 En otro de sus aspectos, esta invención proporciona un método de preparar una composición según la presente invención en la que están mezcladas agua, atrazina, el coloide hidrófilo de Xanthomonas y el (los) agente(s) tensioactivo(s) aniónico(s).

20 Es conveniente mezclar atrazina de mayor tamaño de partícula que el que se desea en la suspensión con otros ingredientes, excepto el coloide hidrófilo de Xanthomonas, y triturarla hasta el tamaño deseado, por ejemplo en un molino de bolas o un molino de perlas.
25 El coloide hidrófilo de Xanthomonas puede mezclar-

se convenientemente después de la trituración en forma de disolución en agua del mismo.

5 En otro aspecto, esta invención proporciona un método para combatir malezas en un lugar infestado o que está expuesto a infestarse con ellas, método que comprende aplicar al lugar una cantidad eficaz contra las malezas de una composición de la presente invención.

10 Cuando las suspensiones se emplean como herbicidas totales, se requieren usualmente altas velocidades de aplicación, por ejemplo al menos 10 kg de atrazina por hectárea, por ejemplo 10-25 kg de atrazina por hectárea, a no ser que haya presentes otros herbicidas, en cuyo caso la proporción puede reducirse.

15 Cuando se emplean como herbicidas selectivos, la proporción de aplicación es usualmente mucho menor, y puede ser por ejemplo de 0,5 a 8 kg por hectárea, y más preferiblemente 1 a 4 kg por hectárea.

20 Las suspensiones pueden aplicarse a las plantas, al suelo, en zonas terrestres o acuáticas. Pueden usarse como herbicidas selectivos por aplicación a un lugar en el que se desarrolla, o se va a desarrollar, un cultivo, por ejemplo un cultivo para alimentación. Así pues, las suspensiones pueden apli-

25

carse antes o después de plantar el cultivo. Pueden emplearse para uso después del brote o, preferiblemente, antes del brote.

La invención se describe además, aunque sólo como ilustración, en los Ejemplos que siguen.

Ejemplo 1

Se preparó un concentrado en suspensión acuosa capaz de fluir a partir de lo siguiente:

10	Atrazina técnica (que contiene 98% de triazina herbicida total)	510 g
	Arkopon T muy concentrado (64% de N-oleoil-N-metil-taurida de sodio con sales inorgánicas, principalmente NaCl y Na ₂ SO ₄)	20 g
	Wettol D2 (de la BASF)	5 g
15	Emulsión de Antifoam RD (antiespumante basado en silicona de la Eow Corning Corporation)	1 g
	Biopolymer XB-23 (coloide hidrófilo de Xanthomonas de Rhône-Poulenc)	1,1 g
	Formalina (disolución acuosa al 40% de formaldehído)	2,5 ml
20	Etilenglicol	75 g
	Glicerina	25 g
	Agua, hasta 1 litro	aprox. 480 ml

Se mezclaron agua (330 ml) y los demás ingredientes, excepto el Biopolymer XB-23 y la formalina, y se hicieron pasar a través de un molino de perlas para

5 reducir el tamaño de partículas a un 95% menor de 5 micras, determinado por el Contador Coulter (modelo TA) usando un tubo de abertura de 50 micras. Después se añadió una disolución del Biopolymer XB-23 y la formalina en agua (150 ml), y la suspensión se mezcló hasta que se logró la homogeneidad.

Ejemplo 2

10 Se preparó una suspensión acuosa fluida a partir de lo siguiente:

Atrazina técnica (que contenía 98% de triazina herbicida total)	510 g
Arkopon T en polvo (33% de N-oleoil-N-metil-aurina de sodio con sales inorgánicas, principalmente cloruro de sodio y sulfato de sodio)	25 g
15 Emulsión de Antifoam RD (antiespumante basado en silicona, de la Dow Corning Corporation)	1 g
"Kelzan" (coloide hidrófilo de Xanthomonas de la Kelco Company)	1,5 g
Agua, hasta 1 litro	570 ml

20 Se introdujeron agua (470 ml), la emulsión de Antifoam RD, el Arkopon T en polvo y la atrazina, por este orden, en un molino de bolas con agitación. La mezcla se molturó después para reducir el tamaño de partículas hasta un 97% en peso por debajo de 5 micras, determinado por medida con el contador Coulter.

25 Después se añadió una disolución del "Kelzan" en agua

(100 ml), y se continuó la molturación hasta que se logró la homogeneidad.

Ejemplo 3

5 Se preparó un concentrado en suspensión acuosa flúida a partir de lo siguiente:

	Atrazina técnica (que contenía 98% de triazina herbicida total)	510 g
	Genapol RLO (sal de Na de etoxilato de alcohol graso sulfatado, de Hoechst)	15 g
10	Wettol D2 (de BASF)	10 g
	Emulsión de Antifoam RD	1 g
	Formalina (disolución acuosa de formaldehído al 40%)	2,5 ml
	Kelzan (Coloide hidrófilo de Xanthomas de Kelco Company)	1,5 g
15	Agua, hasta 1 litro	aprox. 570 ml.

Se introdujeron agua (470 ml), la emulsión de Antifoam RD, el Genapol LRO, el Wettol D2 y la atrazina, por este orden, en un molino de bolas con agitación. La mezcla se molturó después para reducir el tamaño de partículas hasta un 95% en peso por debajo de 5 micras, determinado por medidas con Contador Coulter modelo TA con tubo de 50 micras de abertura. Después se añadió una disolución de la formalina y Kelzan en agua, y se continuó la molturación hasta lograr la homogeneidad.

20

25

Ejemplo 4

Como comparación, se preparó una suspensión idéntica a la del Ejemplo 1, pero que no contenía coloide hidrófilo de Xanthomonas.

5

Ejemplo 5

Se efectuaron ensayos para evaluar la estabilidad de almacenamiento de las composiciones de los Ejemplos 1 y 4. Las dos composiciones se almacenaron durante seis meses a una temperatura que variaba entre períodos de 12 horas y 25°C, y 12 horas y 38°C. Al cabo del período de seis meses se compararon las dos suspensiones. Se encontró que la suspensión del Ejemplo 4 había sedimentado en tal grado que contenía 40% en volumen de líquido que sobrenadaba, y una cantidad considerable de sedimento indispersable duro. La suspensión del Ejemplo 1, sin embargo, tenía sólo 5% en volumen de líquido que sobrenadaba, y no tenía sedimento indispersable duro.

10

15

20

Ejemplo 6

5 litros de una suspensión que tenía la composición indicada en el Ejemplo 1 se vertieron en 495 litros de agua en un depósito mezclador, y la mezcla se agitó brevemente. Se obtuvo una suspensión blanca

25

homogénea que se pulverizó sobre un cultivo en crecimiento de maíz en una proporción de 2 kg de atrazina por hectárea (aproximadamente 400 litros de suspensión por hectárea).

5

- REIVINDICACIONES -

10

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 una composición herbicida concentrada acuosa de 2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-1,3,5-triazina, estable en almacenamiento, dispersable en agua y adecuada para dilución con agua a fin de dar una formulación para aplicación, cuyo método incluye las operaciones de formar una compo-

20

sición que comprende de 100 a 700 g/l de 2-cloro-4-etil amino-6-isopropilamino-1,3,5-triazina (atrazina), de 0,05 a 5 g/l de un coloide hidrófilo de Xanthomonas, y de 0,5 a 10% en peso, basado en la atrazina presente, de uno o más agentes tensioactivos aniónicos, triturando en presencia del agente tensioactivo o de cada uno de ellos una cantidad apropiada de atrazina de modo que al menos el 90% en peso de las partículas de la misma tengan un diámetro de menos de 5 micras, medido por medio de un contador Coulter, mezclar con ello una solución o suspensión acuosa del coloide hidrófilo de Xanthomonas, y triturar la suspensión producida hasta que se consiga homogeneidad.

2ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que el coloide hidrófilo de Xanthomonas es uno producido por fermentación por la bacteria Xanthomonas campestris.

3ª.- Un método según cualquiera de las reivindicaciones 1ª y 2ª, en el que el agente tensioactivo o cada uno de ellos es un jabón, un éster graso de sulfato, un sulfonato aromático graso, un etoxilato graso sulfatado, un producto de condensación de amida de un ácido graso y N-metil-aurina, una sal de sodio de un éster de dialcohol-sulfosuccinato, una sal de ligninsulfonato, un condensado de fenol-formaldehído sulfonado, o un conden

sado de urea-formaldehido sulfonado.

4ª.- Un método según la reivindicación 3ª, en el que el agente tensioactivo o cada uno de ellos es el producto de condensación de amida de ácido oleico y N-
5 -metil-aurina, un alcohol-sulfato graso, un alcohol-
-aril-sulfonato, un etoxilato graso sulfatado, un éster de dialcohol-sulfosuccinato, una sal de ligninsulfonato, un condensado de fenol-formaldehido sulfonado o un condensado de urea-formaldehido sulfonado.

10 5ª.- Un método para preparar una composición herbicida concentrada acuosa de 2-cloro-4-etilamino-6-
-isopropilamino-1,3,5-triazina.

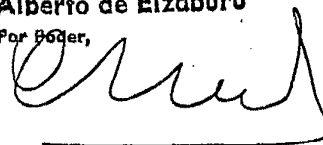
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 28.ENE.1977

P.A.

20 **Alberto de Elzaburu**
Por **B63er,**



25

25.1.77
EBL. -