



⑩ ES	⑪ NUMERO	⑩ AI
	21	
	⑫ FECHA DE PRESENTACION	
	23	20-8-75

PATENTE DE INVENCION

P.- 61.174

File No.:  
OP 75071-06

⑬ PRIORIDADES:	⑭ NUMERO	⑮ FECHA	⑯ PAIS
	95953/74	21-8-74	Japón

⑰ FECHA DE PUBLICIDAD	⑱ CLASIFICACION INTERNACIONAL	⑳ PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	CO7D; A01N	

⑳ TITULO DE LA INVENCION
"PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION HERBICIDA"

㉑ SOLICITANTE (S)
KUMIAI CHEMICAL INDUSTRY CO., LTD. y HODOGAYA CHEMICAL CO., LTD.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
No. 4-26, Ikenohata 1-chome, Taitoh-ku y No. 2-1, Shibakotohi-rasho, Minato-ku, respectivamente, ambas en Tokyo, Japón

㉒ INVENTOR (ES)
Tetsuo Takematsu, Makoto Konnai, Takayuki Isogawa, Koshiro Kodama, Ichiro Kimura y Sanji Yamauchi.

㉓ TITULAR (ES)

㉔ REPRESENTANTE
D. FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ

### ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Hasta ahora se ha desarrollado y usado un gran número de herbicidas. Sin embargo, la mayoría de ellos no son herbicidas reales, sino un tipo de los llamados "herbicidas de antes del brote". Es extremadamente difícil combatir de modo efectivo las malezas simplemente por medio de herbicidas de antes del brote en los cultivos reales, porque incluso después de un tratamiento del suelo, la germinación y el crecimiento de diversas malezas continúa muy activamente al disminuir la actividad del inhibidor.

Aunque se conocen hasta ahora varios productos químicos como herbicidas de después del brote, aún no son satisfactorios.

Concretamente, la 3,4-dicloro-propionanilida (denominada en adelante "DCPA" es conocida hace tiempo como herbicida para malezas en arrozales y altiplanicies. Sin embargo, esta DCPA es un herbicida para el tratamiento del follaje, y es efectivo como producto químico con selectividad inter-genérica para Gramíneas. No obstante, en el caso de arrozales o de tratamiento de suelos, el DCPA no es utilizable a causa de su tendencia a descomponerse, y además necesita la aplicación directa a los tallos y las hojas. Para la aplicación directa, es requisito previo efectuar un perfecto drenaje de la superficie de los arrozales. Sin embargo, esta operación requiere mucha mano de obra, así como

por lo menos un período de dos o tres días de drenaje superficial para asegurar un mejor efecto. Por lo tanto, es absolutamente inadecuado desde el punto de vista, tanto del cultivo como del mantenimiento.

5 El carbamato de  $\alpha$ -naftil-N-metilo (denominado en adelante " $\alpha$ -NAC", por otro lado, es conocido como insecticida agrícola. Se ha comprobado casualmente que el uso conjunto de  $\alpha$ -NAC y DCPA aumenta notablemente la eficacia. Por medio de este uso conjunto, el efecto continúa mucho más tiempo por pulverización, y el DCPA puede emplearse también por tratamiento del suelo y otros medios. Sin embargo, la característica más importante del DCPA, es decir la selectividad intergenérica para las gramíneas, disminuye, y su campo de aplicación se limita extremadamente.

10  
15 Por consiguiente, se ha investigado el desarrollo de un nuevo herbicida que tenga al mismo tiempo la selectividad intergenérica en las gramíneas que es eficaz para arrozales inundados, y la selectividad entre plantas leñosas y lamezas.

20 De modo sorprendente, se ha encontrado ahora que una combinación de tres ingredientes, DCPA y carbamato de  $\beta$ -naftil-N-metilo (llamado " $\beta$ -NAC"), juntamente con carbamato de 3-(4-clorobencil)-N,N-dietil-tiol (denominado en adelante "Benthoiocarb") que se conocía como herbicida de antes del brote, es capaz de alcanzar los fines citados

anteriormente.

Por lo tanto, esta invención se refiere al desarrollo con éxito de un herbicida constituido por los tres ingredientes antes citados, que de modo selectivo no causa deterioro químico al arroz cuando se usa en arrozales inundados, posee la característica de exterminar *Panicum Crusgalli* y malezas de hoja ancha en sus fases inicial y de madurez, así como las malezas perennes, con la característica adicional de unos efectos sinérgicos muy buenos, cuando se utiliza en plantaciones y en campos no cultivados.

#### RESUMEN DE LA INVENCION

Por consiguiente, un objeto de la presente invención es proporcionar un herbicida para malezas que contiene cantidades efectivas de los tres compuestos, DCFA,  $\beta$ -NAC y Benthocarb, que se utiliza para arrozales inundados, plantaciones y campos no cultivados.

Otro objeto de la presente invención es proporcionar una formulación eficaz de un herbicida para malezas, que contiene los tres compuestos antes citados.

Otro objeto más de la presente invención es proporcionar un método para la aplicación del herbicida, que contiene los tres compuestos antes citados.

Otro objeto adicional de la presente invención es proporcionar un método para producir el herbicida que

comprende los tres compuestos antes citados.

De la presente descripción se deducirán otros objetos de la presente invención.

5            DESCRIPCION DE LAS REALIZACIONES PREFERIDAS.

Como se ha dicho anteriormente, la presente invención se refiere a un herbicida que contiene cantidades efectivas de DCPA,  $\beta$ -NAC y Benthocarb, que se emplea para arrozales inundados, plantaciones y campos no cultivados.

10            El  $\alpha$ -NAC es muy conocido como insecticida ilustrativo perteneciente a la clase de los carbamatos. No obstante, el  $\beta$ -NAC no es tan bien conocido como insecticida. En una de las etapas iniciales del trabajo de investigación de la invención, se encontró que, por adición de  $\beta$ -NAC  
15            a DCPA se podía, a diferencia del  $\alpha$ -NAC, mantener su efectividad como herbicida con selectividad intergenérica en gramíneas, incluso cuando los compuestos químicos se usan en pequeñas cantidades, y que además podía mostrar una actividad mucho más fuerte para destruir malezas.

20            Sin embargo, con respecto al efecto herbicida de los ingredientes citados, no podía decirse que fuera satisfactorio tanto desde el punto de vista de la cantidad a emplear como de su función para combatir las malezas.

25            Por adición aproximada de Benthocarb como tercer ingrediente a los dos compuestos herbicidas antes cita-

dos, su función como herbicida se mejoró notablemente. No sólo disminuye la cantidad de productos químicos necesaria para alcanzar resultados satisfactorios y se estabiliza y refuerza su efecto inhibitor de las malezas, sino que también se ha comprobado que el período de aplicación efectiva se prolonga desde las primeras etapas del crecimiento hasta la fase media, y que se amplía la gama de las plantas a las que puede aplicarse con eficacia el herbicida.

El Benthocarb es un herbicida de antes del brote, y tiene un efecto muy pequeño por sí mismo como herbicida contra las malezas después de la etapa media de su desarrollo. El pequeño efecto que tiene como herbicida sólo puede observarse en la etapa de siembra de las malezas, y se usa como herbicida de antes del brote en arrozales y tratamiento de suelos por su selectividad intergenérica.

No se ha aclarado aún el mecanismo de acción del efecto sinérgico de esta invención. Sin embargo, este herbicida de tres componentes muestra un efecto excelente cuando se emplea en arrozales inundados sin realizar un drenaje de la superficie, como es preciso en el caso del DCPA empleado sólo. La adición del Benthocarb es especialmente eficaz para ampliar el período de exterminación de malezas hasta las fases avanzadas de folloje cuando se aplica en arrozales inundados. Otro efecto es que disminuye la cantidad necesaria de estos productos químicos.

Por ejemplo, en el caso de aplicar estos productos químicos agrícolas a los arrozales inundados, el efecto de represión del producto químico de dos componentes, es decir 100 g de DCPA y 5 g de beta-NAC, en la hierba de corral en la fase de tres hojas, es del 21%, y en la etapa de la cuarta hoja, del 5%. Por otro lado, si se trata de 50 g de Benthiocarb sólo, su efecto de represión de la hierba de corral en ambas fases citadas antes es de 0%. Sin embargo, la mezcla de los tres componentes mostró unos efectos de represión de 87% y 60%, respectivamente, en hierba de corral en las etapas de tercera y cuarta hoja. De modo similar, se ha encontrado este efecto sinérgico en los casos de la "Slender Spikerush" y la Scirpus hotarui.

Además, el herbicida de esta invención puede emplearse en plantaciones tales como huertas, así como en terrenos no cultivados, tales como líneas de ferrocarril, carreteras y terrenos de deportes, por medio de tratamiento del suelo y tratamiento de rocío del follaje de la planta. En este caso, el método de aplicación se amplía de modo efectivo a los tratamientos de antes del brote y después del brote. Además, la cantidad de productos químicos a usar puede reducirse y se amplía el espectro de malezas a las que se aplica este producto químico agrícola.

Las malezas a las que puede aplicarse de modo efectivo esta composición herbicida son gramíneas y malezas

perennes y de follaje ancho.

Algunas de ellas se indican a continuación:

5 Malezas en campos: Manna-grass, las especies de Chenopodium,  
amaranto silvestre, Gnaphalium japonicum, Galinsoga paviflora,  
sanguinaria, Whitebird's eye, Green panicum y Milk pruslana.

10 Malezas en arrozales: Hierba de corral, monocho-  
ria toothcup, Rotala indica, Dopatum juncerum hamilton,  
falso murajes, Fimbristylis miliacea, Polygonum hydropiper,  
Elstine triendra, Aneilema keisak, Umbrella, Eleocharis  
congesta y Slender Spikerush.

Como se ha dicho anteriormente, el herbicida de esta invención puede considerarse como un herbicida casi perfecto.

15 En el caso de los arrozales, la composición her-  
bicida se aplica en el agua del arrozal o sobre el suelo hú-  
medo en el que está contenida el agua. En el caso de plan-  
taciones y terrenos no cultivados, las malezas pueden repri-  
mirse aplicando la composición al suelo o las plantas. Por  
20 consiguiente, la proporción de los ingredientes activos,  
o la cantidad de los productos químicos usados, se varían  
según los diferentes métodos de tratamiento.

Las cantidades de los ingredientes activos en el caso de pulverizar sobre el suelo o las plantas son:

25 DCPA: 1.000 a 5.000 ppm  
beta-NAC: 500 a 1.000 ppm  
Benthiocarb: 500 a 2.000 ppm.

5 Deseablemente, un diluyente que incluye 2.000 a 3.000 ppm de DCPA, 600 a 300 ppm de beta-NAC y 700 a 1.500 ppm de Benthocarb, se pulveriza en una cantidad de 40 a 300 litros por 10 áreas para la completa represión de las malezas.

10 Para producir el herbicida de esta invención para su aplicación a arrozales, la cantidad de cada ingrediente por 10 áreas es en general de 50 a 500 g, y preferiblemente 100 a 400 g de DCPA, de 2 a 30 g, y preferiblemente 5 a 20 g de  $\beta$ -NAC, y 25 a 400 g, preferiblemente 50 a 350 g, de Benthocarb.

15 El herbicida de esta invención puede aplicarse en una forma apropiada de los productos químicos, tal como una emulsión, un polvo mojable, un gránulo y un polvo, según el estado en que se emplee el compuesto químico. En cada caso, el tanto por ciento en peso total de estos tres ingredientes activos que ha de incluirse ha de ser de aproximadamente 20-50%, 10-50%, 3-15% y 1-15%, de emulsión, polvo mojable, gránulos o polvo, respectivamente.

20 Según la forma en que han de aplicarse los productos químicos, pueden usarse métodos generales de producción de composiciones herbicidas, empleando vehículos inertes para cada uno de los compuestos antes citados. Como vehículos líquidos empleables, pueden citarse el xileno, la isoforona, 25 la ciclohexanona, el metilnaftaleno, la dimetilformamida, etc.

Como vehículos sólidos pueden citarse la bentonita, el talco, caolín, arcilla, sílice, tierra de diatomeas, etc.

5 Además, pueden usarse si es necesario, en una proporción deseable, diversos emulsionantes, agentes dispersantes y agentes humectantes. En el caso de los arrozales inundados pueden utilizarse emulsiones, polvos humectables, gránulos, y más preferiblemente polvo. En el caso de plantaciones o terrenos no cultivados pueden emplearse polvo,  
10 emulsiones y polvos humectables.

Como se ha aclarado en la explicación anterior, el herbicida de esta invención tiene características que marcan una época como herbicida subacuático, ya que puede reprimir la hierba de corral y las malezas de hoja ancha que  
15 crecen en el arrozal, estando sumergidas en el agua, tiene un fuerte efecto herbicida incluso en malezas en una etapa avanzada de su follaje, y también amplían el espectro fitotóxico, al mismo tiempo que no causa absolutamente ningún daño al arroz del arrozal ni siquiera fisiológicamente. No  
20 obstante, el valor práctico del herbicida de esta invención es muy importante en cuanto al logro de excelentes mejoras en la técnica agrícola, especialmente en la técnica de empleo del herbicida, gracias a una realización efectiva de las diversas características indicadas anteriormente. El herbicida de esta invención, cuando se usa en arrozales, es  
25

efectivo incluso en estado de inmersión en agua cuando la maleza está completamente sumergida en el agua, o cuando la hierba de corral con un buen grado de crecimiento aparece por encima de la superficie del agua. Por lo tanto, este herbicida es muy efectivo contra las malezas en la etapa inicial posterior al trasplante de los arrozales, y contra diversas malezas en fases posteriores.

Además, el herbicida de esta invención, cuando se usa en plantaciones y en terrenos no cultivados, tiene una mayor flexibilidad en el método de tratamiento, teniendo en cuenta la combinación de herbicidas de antes del brote y después del brote y su efecto sinérgico, y reduce la cantidad de herbicida usado.

El efecto del herbicida de esta invención, cuando se usa en arrozales, se explica de acuerdo con sus ingredientes en el párrafo que sigue:

(1) Es suficiente pulverizar el herbicida en el arrozal sólo una vez. En los sistemas usuales de aplicación de herbicida en arrozales, el tratamiento herbicida se efectúa al menos 3 ó 4 veces en el mismo campo, lo que significa, no sólo una mayor carga económica y de mano de obra implicadas, sino también la evidente desventaja de causar daños distintos a los debidos al residuo químico o daño al arroz (descenso de cosecha) causado por una excesiva pulverización con fines herbicidas. En este modo usual de tratamiento

herbicida se intenta aumentar la frecuencia de la pulverización del herbicida de antes del brote y emplear un método adecuado de tratamiento, apropiado para la etapa de germinación de cada maleza, porque la maleza del arrozal crece durante un largo período de tiempo. No obstante, el objeto de la acción herbicida puede alcanzarse efectuando esta represión en una etapa apropiada, antes de que aparezcan daños reales, tales como el deterioro causado por la maleza, dificultad en la absorción de fertilizantes, obstrucción de la luz y de la ventilación, posibilidad de daños por enfermedades e insectos, etc. A este respecto, es obvio que lo más efectivo es realizar el control una vez que las malezas principales han crecido completamente. Desde este punto de vista, la aplicación del herbicida de esta invención, que es eficaz cuando se usa en la fase media o en la última fase después del trasplante del arroz al arrozal, es un método efectivo de tratamiento y que ahorra mano de obra.

(2) El período de aplicación es largo, lo que permite combatir la hierba de corral desde, por ejemplo, su primera etapa de germinación hasta la etapa de la cuarta hoja. Entre los herbicidas empleados realmente hasta ahora en los arrozales, sólo se dispone del Satum J (marca de fábrica), Swep M (marca de fábrica), etc. para aplicación en las etapas de crecimiento de la hierba de corral. Sin embargo, éstos sólo son eficaces hasta la etapa de la segunda hoja. La

cantidad usada ha de aumentarse hasta 1,5 a 2,0 veces la cantidad usual para combatir o reprimir la hierba de corral en etapas posteriores a la de la tercera hoja, y tal aumento causa inevitablemente un daño al arroz. El herbicida de esta invención es efectivo hasta la etapa de la cuarta hoja de la hierba de corral y hasta etapas posteriores en el caso de otras malezas. Puede usarse también en cualquier etapa que se desee de las etapas medias o posteriores después del transplante en suelo sumergido. Por lo tanto, el herbicida de esta invención permite aún más ahorro de mano de obra al hacer posible una adecuada distribución del trabajo. Aunque una combinación de 2 ingredientes (DCPA y  $\beta$ -NAC) es de bajo efecto en hierba de "barnyard" en las etapas finales foliares, su período de aplicación se hace mayor y se estabiliza su efecto herbicida añadiéndoles Benthiocarb según la presente invención.

(3) No se observa daño químico alguno al arrozal.

El tratamiento por medio de un agente de antes del brote hacia el momento del transplante del arroz del arrozal, corresponde al momento en que el arroz echa raíces, lo que es causa de daño químico como muestran muchos ejemplos. Esto se debe a que el arroz es joven y por lo tanto de débil resistencia, y además absorbe el herbicida desde la raíz. En el período de aplicación del herbicida de esta invención, que puede usarse de modo efectivo hasta más de 20 días des-

---

pués del trasplante, la resistencia del arroz ha aumentado mucho y adquiere resistencia química gracias al desarrollo de su sistema radicular, al aumento del tallo y de la hoja, aumento de la altura de la planta, etc. Esto se ha demostrado en experimentos repetidos con este herbicida, que no mostró

5                   daño químico en casi ningún caso.

(4) La gama de las clases de hierbas y malezas que hay que reprimir es amplia, y no se observa ningún descenso en su efecto por un cambio de condiciones.

10                   Los ingredientes activos del herbicida de esta invención son muy poco efectivos para combatir la hierba de corral en su etapa de crecimiento en suelo sumergido cuando se aplican individualmente. Sin embargo, se ha encontrado que el empleo del compuesto de los 3 ingredientes re-

15                   quiere menos cantidad de productos químicos que en el caso del compuesto de 2 ingredientes, y muestra un efecto notable en una amplia gama de malezas. Además, no se ha encontrado casi ningún cambio en el efecto a causa de cambios en la temperatura del agua, en la profundidad de la misma, fugas

20                   de agua, etc. También es una de las características del herbicida de esta invención el que realiza un efecto contra las malezas muy estable frente a los cambios climáticos y de las condiciones del suelo, en comparación con los productos químicos para tratamiento de suelos conocidos hasta ahora.

25                   A continuación se dan ejemplos de preparación

del herbicida de esta invención.

Ejemplo 1: Emulsión (para arrozales)

Se preparó una emulsión mezclando y disolviendo  
5 DCPA (20 partes),  $\beta$ -NAC (1 parte), Benthiocarb (7 partes),  
mezcla disolvente a partes iguales de xileno e isoforona  
(62 partes), éter polioxietilentalcoholilrílico (7 partes)  
y dinaftilmetanodisulfonato de calcio (3 partes).

10 Ejemplo 2: Polvo humectable (para arrozales)

Se preparó un polvo humectable mezclando y agi-  
tando uniformemente DCPA (30 partes),  $\beta$ -NAC (15 partes),  
Benthiocarb (10 partes), mezcla a partes iguales de bento-  
nita y caolín (53,5 partes), alcoholbencenosulfonato de so-  
15 dio (2 partes) y ligninsulfonato de calcio (3 partes).

Ejemplo 3: Gránulos (para arrozales)

Se preparó un gránulo mezclando y agitando DCPA  
(10 partes),  $\beta$ -NAC (0,5 partes), Benthiocarb (5 partes),  
20 bentonita (50 partes), caolín (31,5 partes), dinaftilmetano-  
sulfonato de sodio (2,7 partes) y poli(alcohol vinílico)  
(0,3 partes), y añadiendo agua (10 partes) para granular  
usando un granulador, y secando después.

25 Ejemplo 4: Polvo humectable (para plantaciones y terrenos

no cultivados)

Se preparó un polvo humectable mezclando y agitando uniformemente DCPA,  $\beta$ -NAC y Benthiocarb en los tantos por ciento indicados en la tabla que sigue, alcohilbencenosulfonato de sodio (2 partes), ligninsulfonato de calcio (3 partes) y una mezcla de cantidades iguales de bentonita y caolín (la cantidad para completar las 100 partes totales).

	<u>DCPA, %</u>	<u>beta-NAC, %</u>	<u>Benthiocarb, %</u>
Formulación (1)	10	5	5
10 (2)	20	6	7
(3)	15	4	5

Ejemplo 5: Emulsión (para plantaciones y terrenos no cultivados)

Se preparó una emulsión mezclando y disolviendo DCPA (20 partes),  $\beta$ -NAC (6 partes), Benthiocarb (7 partes), una mezcla de cantidades iguales de xileno e isoforona (57 partes), éter polioxietilentalcohilarílico (7 partes), y dinaftilmetanodisulfonato de calcio (3 partes).

20

Ejemplo 6: Polvo fino (para plantaciones y terrenos no cultivados)

Se preparó un polvo fino mezclando y moliendo DCPA (8 partes),  $\beta$ -NAC (2,4 partes), Benthiocarb (2,8 partes) y mezcla de proporciones iguales de arcilla y talco

25

(86,8 partes).

A continuación se explican los efectos del herbicida de esta invención según los ejemplos de ensayo.

5      Ejemplo de ensayo 1

Una tierra de arrozal se colocó en macetas Wagner de 1/5000 áreas cada una, y una tierra que contenía semillas de hierba de corral y diversas semillas de malezas de arrozal, se mezcló uniformemente en una profundidad de 2 cm desde la capa superficial. Además, se plantaron 2 plantículas de arroz de arrozal (variedad Akibare), en la etapa de 3 hojas, en una siembra en 2 cepas, y se dejaron sumergidas en agua una profundidad de 3 cm. En la etapa de 3 hojas (altura de la planta, 5 a 7 cm) después de la germinación de hierba de corral, se llevó hasta 4 cm la profundidad de inmersión de la tierra, y el herbicida de esta invención, en forma de emulsión (véase ejemplo 1), se hizo gotear uniformemente sobre la superficie del agua, de tal modo que no se pusiera en contacto con los tallos y las hojas. Después se mantuvo en 4 cm la profundidad del agua, y la muestra de ensayo se dejó reposar. Dos semanas después del tratamiento, se observaron la hierba de corral y el arroz, para determinar su reacción al herbicida. Por otro lado, y como comparación, el ensayo se realizó de modo similar para cada ingrediente individual y también para la compo-

10

15

20

25

---

sición de 2 ingredientes. El resultado se muestra en la Tabla 1. La puntuación de la tabla corresponde al siguiente significado:

10: Muerte por agostamiento completo, a  
0: ningún daño.

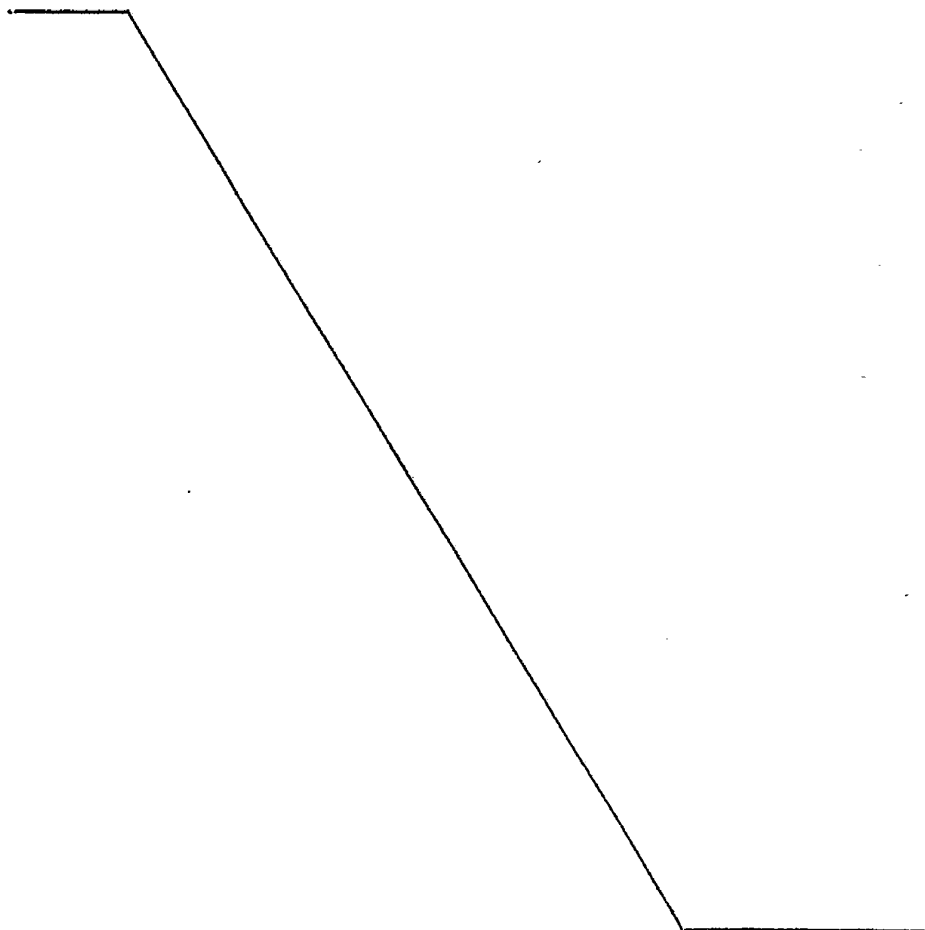


TABLA I

DCPA	Ingredientes activos (g/10a)		Efecto de regresión				Daño químico	
	$\beta$ -NAO	Benthiocarb	Hierba de corral	Monochoria	Toothcup	Otras ma- lezas de hoja ancha	Arroz	
200	-	-	0	0	0	0	0	
400	-	-	0	0	0	0	0	
600	-	-	0	0	0	0	0	
-	20	-	0	0	0	0	0	
-	40	-	0	0	0	0	0	
-	60	-	0	0	0	0	0	
-	-	100	0	0	0	0	0	
-	-	200	2,5	0	0	0,5	0	
-	-	300	4	0,5	0	1,5	0	
100	5	-	0,5	1	1,5	0,5	0	
200	10	-	5	4	4	5	0	
300	15	-	8	6	6	7	0	
100	5	50	6	5	4	3	0	
200	10	50	8,5	8	7,5	8	0	
300	15	50	10	10	10	10	0	
100	5	100	9	8	7	7	0	
200	10	100	10	10	10	10	0	
300	15	100	10	10	10	10	0	

TABLA 1 (Continuación)

ECFA	Ingredientes activos (g/10g)	Efecto de remisión				Daño químico	
		Benthiocarb	Hierba de corral	Monochoria	Toothcup	Otras malezas de hoja ancha	Arroz
100	5	200	10	9	9	8,5	0
200	10	200	10	10	10	10	0
300	15	200	10	10	10	10	0
Sin tratamiento							
			0	0	0	0	0

Como indica claramente la Tabla 1, el poder herbicida para malezas en el área, el uso aislado de cada ingrediente muestra un notable descenso. Pero se comprueba que mezclando los tres ingredientes, puede reprimirse casi completamente cualquier clase de maleza, y que además no se observa influencia alguna en el arroz.

#### Ejemplo de ensayo 2

Se colocó tierra de arrozal en macetas Wagner de 1/5000 áreas, y se sembraron semillas de hierba de corral a intervalos de 6 días. En la segunda siembra, se plantaron 2 plantículas de arroz de arrozal en una siembra en dos cepas, y se dejaron en la tierra sumergida a una profundidad de 3 cm.

Cuando la hierba de corral alcanzó las etapas de la 3ª y 4ª hoja, respectivamente, el herbicida de esta invención, que contenía ingredientes activos en diversas proporciones, y preparado según el ejemplo 2, se diluyó en agua a razón de 10 ml por maceta, sumergiendo la tierra a 4 cm de profundidad, y se hizo gotear uniformemente sobre la superficie del agua. La observación se efectuó dos semanas después del tratamiento, según la escala de valoración del Ejemplo de ensayo 1.

Además, y como comparación, se sometió a ensayo también la composición de 2 ingredientes. El resultado se muestra en la Tabla 2.

TABLA 2

Ingrediente activo	Proporción (g/10g)	Efecto de represión sobre la hierba de corral En la etapa de la				Daño químico Arroz
		3ª hoja	4ª hoja	En la etapa de la	4ª hoja	
DCPA + $\beta$ -NAC	100 + 5	0,5	0		0	
	200 + 10	5	2,5		0	
	300 + 15	8	4,5		0	
	400 + 20	9,5	6		0	
DCPA + Benthicarb	50 + 25	0	0		0	
	100 + 50	2	0,5		0	
	200 + 100	5	3		0	
	300 + 150	8,5	5,5		0	
DCPA + $\beta$ -NAC + Benthicarb.	400 + 200	10	8,5		0	
	50 + 2,5 + 25	5	3,5		0	
	100 + 5 + 50	8,5	6		0	
	200 + 10 + 100	10	9		0	
Sin tratamiento	300 + 15 + 150	10	10		0	
	400 + 20 + 200	10	10		0	

Como se ve claramente en la Tabla 2, la hierba de corral silvestre en la etapa de la 4ª hoja muestra una notable resistencia al compuesto de DCFA más  $\beta$ -NAC, en comparación con la misma planta en la etapa de la 3ª hoja. Para alcanzar igual actividad de agostamiento en hierba de corral en la etapa de la 4ª hoja, la cantidad usada ha de ser aproximadamente doble. Cuando se añadió Benthocarb a este compuesto de los dos ingredientes, se encontró que el efecto de represión aumentaba, y se lograba un efecto casi igualmente notable en la hierba de corral en las etapas de la 3ª y 4ª hoja.

#### Ejemplo de ensayo 3

Se colocó tierra de arrozal en un bastidor cuadrado de hormigón de 1/4 de metro de lado y 40 cm de altura, y se sembraron en su interior 30 semillas de hierba de corral y semillas de plantas de tallo duro. Después se transplantaron 5 plantas de Slender Spikerush inmediatamente después de la germinación, y al mismo tiempo se plantaron 2 plantas de arroz de arrozal en la etapa de la 3ª hoja (Variedad Akibare) en un plantado en 2 cepas, y se dejó que tuviera lugar el ensayo en la tierra sumergida bajo 3 cm de agua. Para hierba de corral en la etapa de 3 a 3,5 hojas, Scirpus hotarui en la etapa de 3 hojas, Pickorel en la etapa de 3,5 hojas, Toothcup en la etapa de la 5ª hoja, y otras

malezas, sumergiendo la tierra a 4 cm, el herbicida de esta invención en forma de concentrado emulsionable, que contenía los ingredientes efectivos preparados según el Ejemplo 2, se diluyó en agua y una porción de 30 ml se hizo gotear de tal modo que no tocara directamente el tallo y las hojas de las plantas. Dos semanas después del tratamiento se midió el peso de malezas residuales vivas, y se determinaron el efecto herbicida y el daño químico por medio de la fórmula que sigue:

10

$$\text{Grado de daño} = \left( 1 - \frac{\text{peso del área de tratamiento}}{\text{peso del área sin tratamiento}} \right) \times 100$$

Además, y como comparación, los ensayos se efectuaron con el compuesto que contenía cada ingrediente individual y también con el compuesto que contenía dos ingredientes activos. Los resultados se dan en la Tabla 3.

15

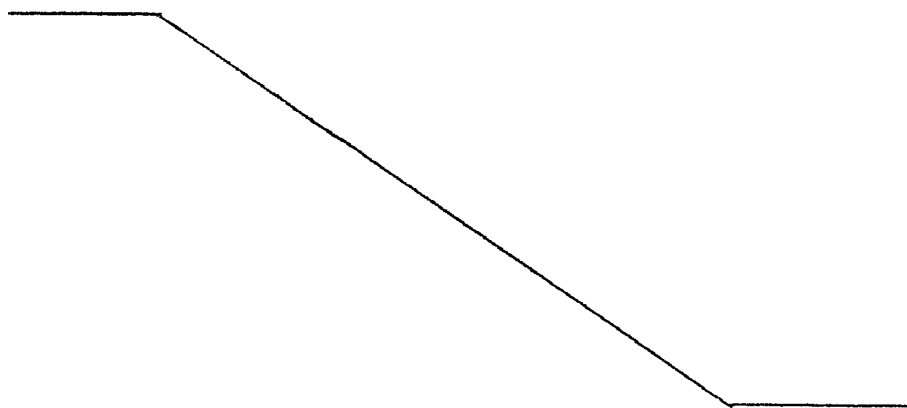


TABLA 3

Ingrediente activo (g/10g)		Efecto de represión						Daño químico		
DCPA	$\beta$ -MAC	Benthio- carb	Hierba de corral	Tooth- cup	Monochoria	Falso murajes	Scipus hotarui	Slender spike- rush	Malezas de ho- ja ancha	Arroz
200	-	-	0	0	0	0	0	0	0	0
400	-	-	0	0	0	0	0	0	0	0
800	-	-	0	0	0	0	0	0	0	0
-	50	-	0	0	0	0	0	0	0	0
-	100	-	0	0	0	0	0	0	0	0
-	-	100	0	0	0	0	0	0	0	0
-	-	200	11	0	0	0	6	10	0	0
-	-	400	28	0	0	0	31	24	18	0
100	5	-	21	11	7	13	0	0	14	0
200	10	-	48	37	41	32	15	0	40	0
300	15	-	77	76	68	60	27	5	58	0
400	20	-	100	87	90	82	48	18	88	0
100	5	25	44	37	21	33	15	7	41	0
200	10	50	71	63	85	78	56	21	66	0
300	15	75	100	100	100	100	92	47	91	0
400	20	100	100	100	100	100	100	85	100	0

TABLA 3 (Continuación)

Ingrediente activo (g/10a)	Efecto de represión						Daño químico			
	Benthio- carb	Micba de corral	Tooth- cup	Monochoria	Falso murajes	Scipus hotarui	Slender spike- rush	Malezas de ho- ja ancha	Arroz	
100	5	50	87	56	47	65	22	11	42	0
200	10	100	100	93	91	100	73	57	86	0
300	15	150	100	100	100	100	96	100	100	0
400	20	200	100	100	100	100	100	100	100	0
Area sin tratamiento										
			0	0	0	0	0	0	0	0

Como indica claramente la Tabla 3, el efecto de represión de malezas en la etapa de crecimiento en tierra sumergida es difícil lograrlo con el uso individual de los ingredientes, pero empleando el compuesto que contiene los 3 ingredientes activos de esta invención, se observa un efecto herbicida casi perfecto, a pesar de ser una mezcla de productos químicos en baja cantidad, y realiza el efecto herbicida de un modo casi no selectivo.

10 Ejemplo de ensayo 4

Una parte del arrozal se subdividió, por medio de placas de madera, en parcelas de 1,5 m<sup>2</sup> cada una (1 m x 1,5 m) y en una parcela se sembraron 150 semillas de hierba de corral, y se efectuó el encharcamiento final. Al día siguiente se plantaron 3 plantículas de arroz de arrozal en la etapa de 3,5 hojas, en plantaciones de 15 cepas. Esta última distribución se hizo según el método usual. Cuando la hierba de corral estaba en la etapa de 3 a 3,5 hojas y la Scipurus hotarui estaba en la etapa de la 3ª hoja, la tierra se sumergió a una profundidad de 4,5 a 5 cm, y la maleza se trató usando el herbicida de esta invención en forma de polvo humectable y en forma de gránulos, preparados según los Ejemplos 2 y 3. La observación se hizo dos semanas después del tratamiento, y se comprobó el número de malezas residuales. El resultado se midió por la inversa del grado de daño del área de no tratamien-

to (0: normal, 10: represión perfecta).

Como comparación, se sometieron también a ensayo el compuesto que contenía los dos ingredientes activos y también con Benthicarb sólo. Los resultados se indican en la Tabla

5 4.

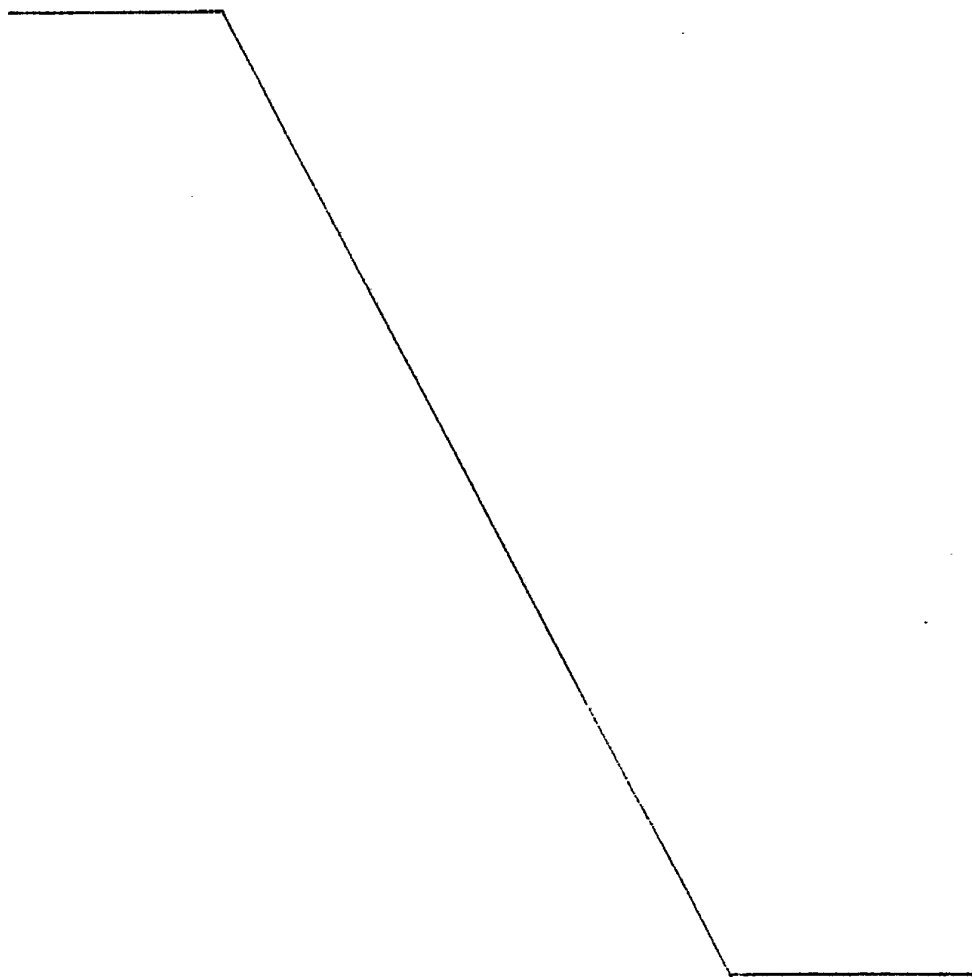


TABLA 4

	Ingredientes activos (g/10g)			Efecto de represión					Grado me- dio de daño	Daño químico
	DCPA	$\beta$ -NAC	Benthi- carb	Hierba de pariyad	Scirpus hotarui	Falso murajes	Slender Spikerush	Ctrns ma leas de hoja an- cha		
100	5	-	-	11	0	6	0	13	6	0
200	10	-	-	48	5	13	0	31	24	0
300	15	-	-	76	13	46	22	43	41	0
400	20	-	-	100	21	77	60	72	64,1	0
100	-	50	-	7	2	0	0	6	3	0
200	-	100	-	21	12	10	17	22	16,4	0
300	-	150	-	43	32	41	47	36	40	0
400	-	200	-	79	60	53	80	90	73	0
100	5	50	-	53	26	21	8	27	30	0
200	10	100	-	100	68	59	38	96	72	0
300	15	150	-	100	100	100	100	100	100	0
400	20	200	-	100	100	100	100	100	100	0
100	5	-	-	4	0	0	0	4	1,6	0
200	10	-	-	36	0	16	0	26	15	0
300	15	-	-	68	11	37	34	42	38	0
400	20	-	-	95	36	71	62	85	65	0

Polvo humectable :Gránulos

Tabla 4 (Continuación)

Ingredientes activos (g/10a)		Efecto de represión					Daño químico	
Dosis	3-7% Perthi carb	Herba barbaryd	Scirpus hotarui	Falso murejes	Slender Spikerush	Otras ma lezas de hoja an- cha	Grado mc- dio de daño	Arroz
-	100	0	0	0	5	3	1,6	0
-	200	11	4	7	10	11	9	0
100	50	36	10	8	11	19	16	0
200	10	33	18	41	33	61	47	0
300	15	100	100	100	100	100	100	0
400	20	100	100	100	100	100	100	0
<hr/>								
Área de tratamiento		0	0	0	0	0	0	0

Gránulos

Como indica claramente la Tabla 4, el gránulo es de efecto un poco inferior al producto químico dispersable en agua, pero casi no hay diferencia entre ellos por encima de una cierta cantidad de producto químico. En las cifras que representan el grado de daño se observa fácilmente que el efecto del compuesto que contiene 3 ingredientes activos no se limita simplemente a un efecto adicional, sino que presenta una evidente actividad sinérgica. A juzgar por este resultado, puede decirse que 300 g de DCPA, 15 g. de beta-NAC y 150 g de Ben-thiocarb por cada 10 áreas pueden lograr una represión perfecta de todas las malezas en un arrozal.

#### Ejemplo de ensayo 5

La tierra de arrozal se colocó en una maceta de 1/100.000 áreas, y se mezclaron semillas de malezas de hoja ancha a una profundidad de 1 cm de su superficie. Después se sembraron y se desarrollaron al exterior semillas de arroz en germinación en estado de "pechuga de paloma" y semillas de hierba de corral. Cuando la hierba de corral alcanzó la etapa de 3,5 a 4,0 hoja y el arroz alcanzó la etapa de 3,5 a 3,8 hojas, se aplicó el herbicida de esta invención en forma granular, preparado según el Ejemplo 3, al agua que cubría la tierra, sumergiendo la tierra a 3 cm de profundidad (1 de julio de 1974). 30 días después del tratamiento se investigaron el efecto herbicida y también la influencia química en

---

el arroz, por observación (31 de julio de 1974). La valoración del efecto herbicida se hizo según la escala de valoración del Ejemplo 1, y la valoración del daño químico se hizo según el siguiente criterio:

5

- : ningún daño, a  $\pm$  : daño ligero

Como comparación, se sometió a ensayo al mismo tiempo el compuesto de dos ingredientes, de DCPA y Benthiccarb.

10

Los resultados se muestran en la Tabla 5.

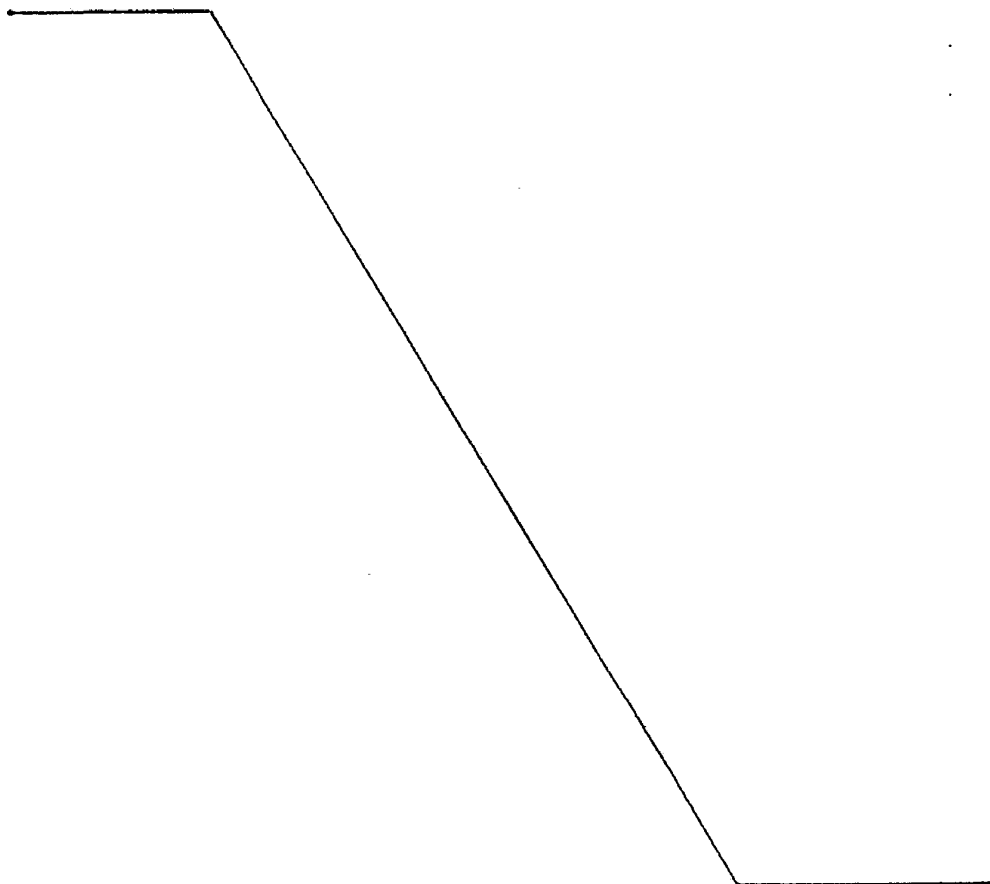


TABLA 5

DCPA	Ingredientes activos (g/10g)			Efecto de regresión					Daño químico
	-MAC	Benthio- carb	Hierba de corral	Slender Spikerush	Ghufa	Maleza de hoja ancha	Arroz		
300	15	150	10	10	10	10	10	4	
300	"	100	10	10	10	10	10	-	
"	"	50	8	10	10	10	10	-	
"	"	0	6	4	6	9	9	-	
300	10	150	10	10	10	10	10	-	
"	"	100	10	10	10	10	10	-	
"	"	50	8	10	10	10	10	-	
"	"	0	6	3	5	7	7	-	
200	15	150	10	10	10	10	10	-	
"	"	100	10	10	10	10	10	-	
"	"	50	8	10	10	10	10	-	
"	"	0	4	2	4	5	5	-	
200	10	150	10	10	10	10	10	-	
"	"	100	10	10	10	10	10	-	
"	"	50	8	10	10	10	10	-	
"	"	0	4	0	2	4	4	-	

TABLE 5 (Continuación)

DCPA	Ingredientes activos (g/lca)		Efecto de represión				Daño químico	
	-NAC	3enthio- carb	Herba de corral	Slender Spikerush	Chufa	Kaleza de hoja ancha	Arroz	
100	15	150	10	10	10	10		-
"	"	100	10	10	10	10		-
"	"	50	6	9	9,5	10		-
"	"	0	2	0	2	3		-
100	10	150	9,5	10	10	10		-
"	"	100	9,5	10	10	10		-
"	"	50	5	9	9	9		-
"	"	0	2	0	2	2		-
300	-	150	8	10	10	10		-
"	-	100	7	10	10	10		-
"	-	50	6	6	8	9		-
"	-	0	0	0	0	0		-
200	-	150	7	10	10	10		-
"	-	100	6	10	10	10		-
"	-	50	5	5	6	8		-
"	-	0	0	0	0	0		-

Como se ve claramente en la Tabla 5, la composición que contenía los dos ingredientes DCPA y Benthocarb mostró también un poder herbicida bastante fuerte, pero usando el herbicida de esta invención, se observó claramente el efecto sinérgico, y además la cantidad de DCPA usada disminuyó hasta casi la mitad. Además, se amplió el espectro fitotóxico, lo que indica que el herbicida de esta invención se aproxima al objeto final de alcanzar un herbicida perfecto.

10 Ejemplo de ensayo 6

Después de dividir un terreno de cultivo en el que habían crecido hierba de corral de 30 cm de altura, mannagrass de 50 cm de altura y persicaria de 30 cm de altura, en secciones de 3 m<sup>2</sup> cada una, se pulverizó sobre las malezas el producto químico dispersable en agua preparado según el Ejemplo 4, diluido con agua hasta una concentración especificada, en una proporción de 15 litros por área, y se investigó el efecto herbicida a los 15 días de la pulverización.

Los resultados obtenidos se muestran en la Tabla 6.

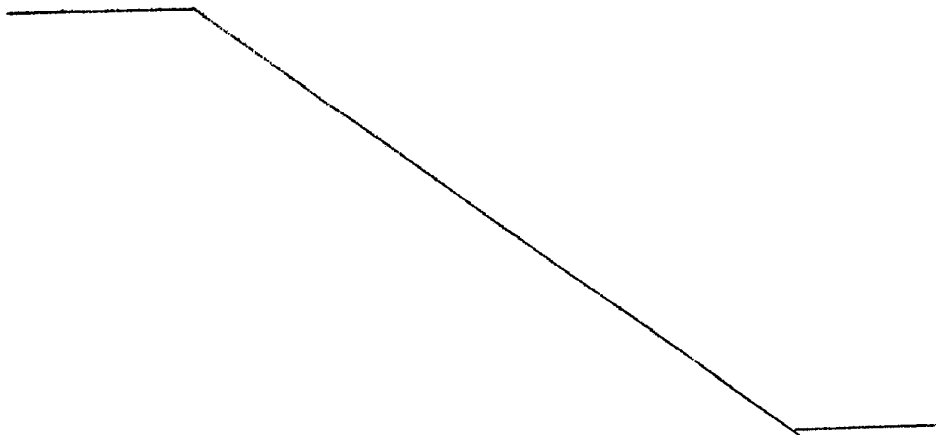


TABLA 6

	<u>Ingrediente activo</u>			<u>Efecto herbicida (1)</u>		
	DCPA (ppm)	-NAC (ppm)	Benthio- carb (ppm)	Hierba de corral	Manna Grass	
Formu- lación						
(1)	1.000	500	500	4	4	4
(2)	2.000	600	700	5	5	5
(3)	3.000	800	1.000	5	5	5
-	3.000	-	-	2	2	2
-	3.000	800	-	4	4	3
-	-	1.000	1.500	1	0	0
-	-	-	1.500	0	0	0
-	-	1.000	-	0	0	0

Notas.: El efecto herbicida observado se clasificó en los 5 grupos siguientes:

5. Muerte por agostamiento
4. Daño extraordinariamente grande
3. Daño importante
2. Daño bastante importante
1. Daño pequeño
0. Ningún efecto

Los anteriores Ejemplos y Ejemplos de ensayo se han dado para ilustrar esta invención. Ha de entenderse que es posible hacer varios cambios sin apartarse del objeto indicado por los ejemplos anteriores y que se especifica en las reivindicaciones.

10

- REIVINDICACIONES -

15

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:

20

25

1ª.- Procedimiento para preparar una composición herbicida para arrozales, plantaciones y terrenos sin cultivar, que comprende seleccionar como ingredientes activos 3,4-dicloropropionanilida (denominada en adelante DCFA), beta-naftil-N-metil-carbamato (denominado en adelante  $\beta$ -NAC) y carbamato de S-(4-clorobencil)-N,N-diethyltiol (denominado en adelante Benthocarb), mezclar estos

ingredientes entre sí tomando de 1000 a 5000 ppm de DCPA, de 500 a 1000 ppm de  $\beta$ -NAC y de 500 a 2000 ppm de Benthio-  
carb, incorporar la mezcla obtenida en un vehículo inerte  
para herbicidas en unión, si es necesario, de otros coad-  
yuvantes, y agitar la formulación resultante hasta que los  
diversos componentes queden uniformemente mezclados entre  
sí.

2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª,  
en el que las cantidades de los ingredientes a mezclar entre  
sí se ajustan de modo que, por cada 10 áreas de arrozal, re-  
sulten de 50 a 500 g, preferiblemente 100 a 400 g, de DCPA,  
de 2 a 30 g, preferiblemente 5 a 20 g, de  $\beta$ -NAC, y de 25 a  
400 g, preferiblemente 50 a 300 g, de Benthiocarb.

3ª.- Procedimiento de acuerdo con la reivindi-  
cación 1ª, en el que la DCPA, el  $\beta$ -NAC y el Benthiocarb se  
emplean en una proporción de 1:0,004 a 0,6:0,05 a 8 en pe-  
so.

4ª.- Procedimiento de acuerdo con la reivindi-  
cación 1ª, en el que la DCPA, el  $\beta$ -NAC y el Benthiocarb se  
emplean en una proporción de 1:0,017 a 6:0,017 a 12 en pe-  
so.

5ª.- Procedimiento para preparar una composi-  
ción herbicida.

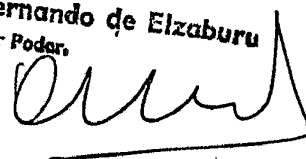
Tal y como se ha descrito en la Memoria que an-  
tecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de treinta y nueve hojas  
escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 31.ENE.1977

P.A.

Fernando de Elizaburu  
Por Poder.



27-1-77  
V&D.