

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

(19) ES	(11) NUMERO	(10) A 1
	(21) 440.648	
	(22) FECHA DE PRESENTACION	
	2-9-75	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES: (31) NUMERO	(32) FECHA	(33) PAIS
502.968 536.322 585.588	3-9-74 24-12-74 10-6-75	ESTADOS UNIDOS

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07D, A01N	

(64) TITULO DE LA INVENCION
UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN COMPUESTO HERBICIDA DEL TIPO DE ISOINDOL.

(71) SOLICITANTE (S)
E. I. DU PONT DE NEMOURS AND COMPANY.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
WILMINGTON, Delaware, Estados Unidos.

(72) INVENTOR (ES)
STEVEN JEROME GODDARD, de nacionalidad estadounidense.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE
D. BERNARDO UNGRIA GOIBURU.

1

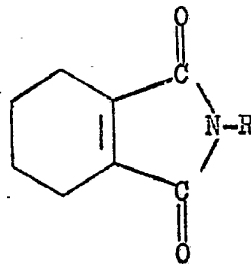
RESUMEN DE LA INVENCION

Esta invención se refiere a 2-aril sustituido-4,5,-
6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-dionas herbicidas. Estos com-
puestos pueden ser utilizados para el control selectivo de
5 las malas hierbas en ciertos cultivos o para el control
total de la vegetación.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

En la técnica anterior se conocen varios compues-
tos del tipo de isoindol. Recientemente, en la publicación
10 de patente alemana 2.165.651, se describe un grupo de iso-
indol-1,3-dionas que son útiles como herbicidas. La fórmu-
la general de las isoindol-1,3-dionas es la siguiente:

15



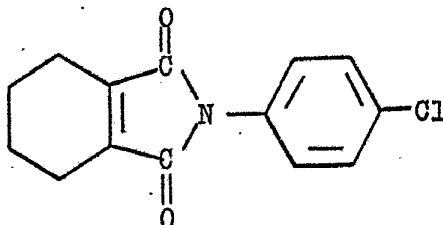
20

25

donde R puede ser arilo, aralquilo o bencilo opcionalmente
sustituídos con 1 a 5 átomos de halógeno, hidroxilo, nitro,
ciano, tiociano, carboxi, alquilo halogenado, alquilo,
alcoxi, alquil(inferior)tio o fenilo y también puede haber
sustituído allí un grupo con la configuración $-O-CH_2A$,
donde A es un grupo fenilo o naftilo y el grupo fenilo
puede contener uno o más sustituyentes tales como átomos
de halógeno, grupos nitro, grupos alquilo inferior o gru-

1 pos alcoxi inferior.

Son típicos de los compuestos descritos en la publicación de patente alemana el compuesto del Ejemplo 1:

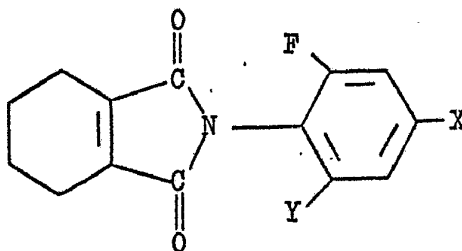


10 Debe insistirse que dentro de la amplia descripción de dicha patente alemana se encuentran comprendidos varios millares de compuestos.

Los compuestos de esta invención son el resultado de los esfuerzos para poner a punto compuestos herbicidas superiores.

COMPENDIO DE LA INVENCIÓN

15 Esta invención se refiere a nuevos compuestos de la siguiente fórmula y a su uso como herbicidas:



donde X es Cl, Br o F e Y es H o F, con la condición de que cuando Y es F, X es F.

Se prefiere que X sea Cl e Y sea H.

25 Esta invención también incluye composiciones her-

1 bicidas que contienen los compuestos anteriores como in-
gredientes activos y los métodos de control de la vegeta-
ción indeseable por aplicación de los compuestos y/o com-
posiciones a la zona donde crece la vegetación indeseable.

5 DESCRIPCION DE LA INVENCION

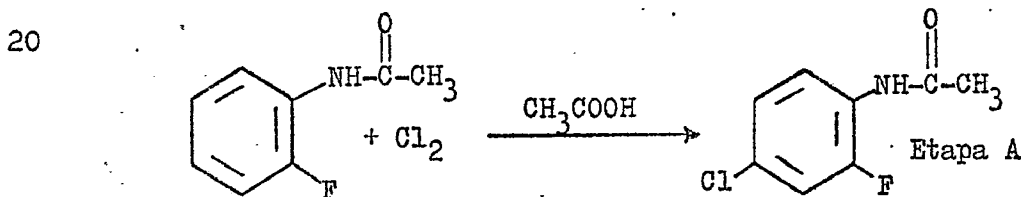
Compuestos preferidos

El compuesto preferido de esta invención es la
2-(4-cloro-2-fluorfenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-
1,3-diona.

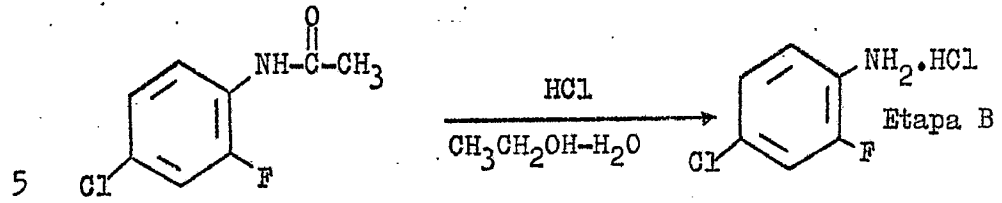
10 Síntesis de los compuestos

Los compuestos de fórmula I pueden ser preparados
por los procedimientos descritos e ilustrados más adelante.

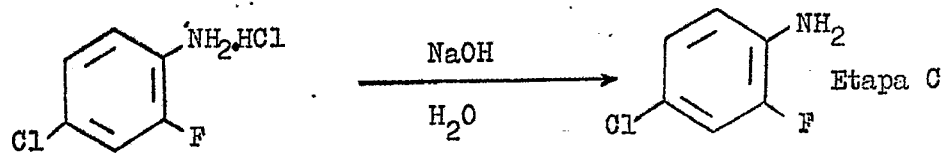
15 La preparación de los compuestos de esta invención
comienza con la 2-fluoranilina y la 2'-fluoracetanilida,
que pueden ser preparadas en la forma descrita por G.
Schiemann y H.G. Baumgarten, Chem. Berichte, 70, 1416 (1937).
El proceso a seguir para formar los compuestos de esta in-
vención es el siguiente:



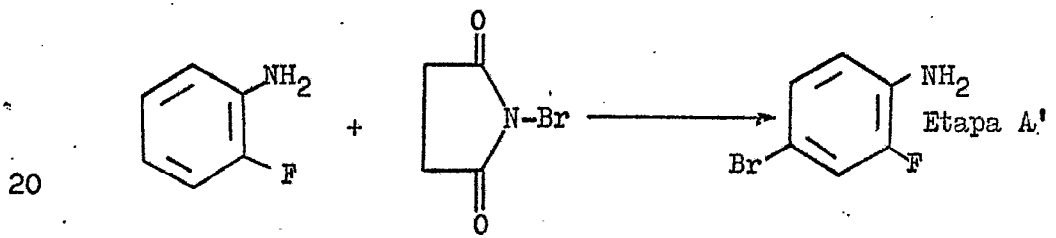
1



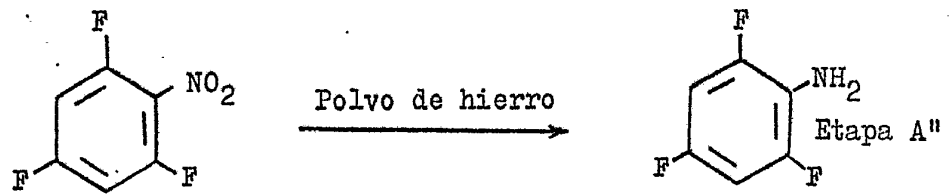
10

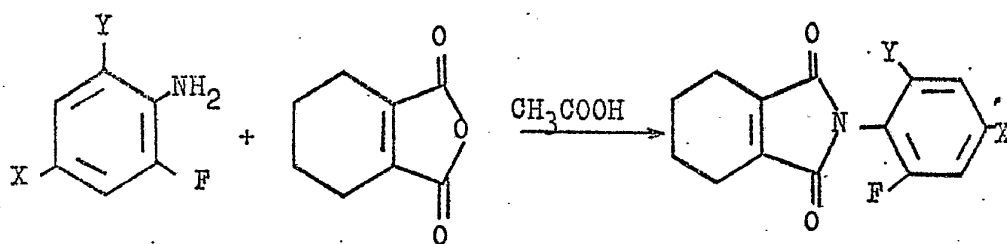


15



25





5 Etapa D

donde X es Cl, Br o F e Y es H o F, con la condición de que, cuando Y es F, X es F.

Se prefiere que X sea Cl e Y sea H.

Etapa A

10

La reacción de la 2'-fluoracetanilida con cloro en ácido acético es conocida por los expertos en este campo, v.g. W.W. Reed y K.J.P. Orton, J.Chem. Soc., 91, 1543 (1907) para la cloración de acetanilida para obtener 2',4'-dicloroacetanilida. La reacción tiene lugar a 25-30°C a lo largo de varias horas a la presión atmosférica.

15

Etapa B

La clorofluoracetanilida se calienta a reflujo en una mezcla de un alcohol inferior (50 %) y ácido clorhídrico concentrado (50 %), durante varias horas a 70-90°C y a la presión atmosférica. La mezcla disolvente se separa a una presión reducida de 100 a 300 mm Hg y 20-50°C para dejar un residuo de la sal hidrocioruro de 4-cloro-2-fluoranilina.

20

Etapa C

Por tratamiento de una solución acuosa de la sal hidrocioruro de 4-cloro-2-fluoranilina con una solución

25

1 de un hidróxido metálico alcalino, la 4-cloro-2-fluorani-
lina libre se extrae en un disolvente orgánico adecuado,
no miscible con agua, como éter etílico o cloruro de meti-
leno. La 4-cloro-2-fluoranimilina cruda se aísla por sepa-
5 ración del disolvente orgánico a una presión reducida de
100 a 300 mm Hg a 20-50°C.

Etapa A'

La reacción de 2-fluoranimilina y N-bromosuccinimi-
da en un disolvente orgánico inerte como cloruro de meti-
10 leno es conocida por los expertos en este campo, v.g. J.B.
Wommack y colaboradores, J.Het.Chem., 6, 243 (1969). La
reacción exotérmica tiene lugar a 0°C a lo largo de va-
rias horas. La mezcla de reacción resultante se lava con
agua varias veces y se seca con un agente desecador apro-
15 piado tal como sulfato sódico anhidro. La 4-bromo-2-fluor-
animilina se recupera por separación del disolvente orgánico
a una presión reducida de 100 a 300 mm Hg a 20-50°C.

Etapa A''

La síntesis de la 2,4,6-trifluoranimilina a partir
20 de 1,3,5-trifluor-2-nitrobenceno utiliza el mismo proce-
dimiento descrito por G. Schiemann y M. Seyhan [Chem.Ber.,
70, 2396 (1937)] para la preparación de 2,4-difluoranimilina.
La preparación de 1,3,5-trifluor-2-nitrobenceno ha sido
descrita por V.I. Siele y H.J. Matsuguma, U.S. Dept.Com.,
25 Office Serv., P.B. Rept. 145, 510, pág. 1 (1960) [Chem.

1 Abst. 56, 15394C (1962)].

Etapas D

5 La reacción de cada una de las di-haloanilinas o tri-haloanilinas (de las Etapas C, A' o A") y anhídrido 3,4,5,6-tetrahidroftálico en ácido acético para formar la imida correspondiente ha sido descrita en la patente holandesa 7.117.690 (Mitsubishi Chem.Ind.). La di-haloanilina o tri-haloanilina y el anhídrido 3,4,5,6-tetrahidroftálico se calientan a reflujo en ácido acético glacial a temperaturas de 115-120°C y a la presión atmosférica, durante varias horas. La di- o tri-halofenil-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona es aislada por precipitación con agua seguida de filtración.

15 Los compuestos que pueden ser preparados por este procedimiento son los siguientes:

2-(4-cloro-2-fluorfenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona, p.f. 76,5-78,0°C

2-(4-bromo-2-fluorfenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona, p.f. 102,0-102,5°C

20 2-(2,4-difluorfenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona, p.f. 73-74°C

2-(2,4,6-trifluorfenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona, p.f. 91-92°C.

25 Los siguientes ejemplos ilustran mejor este método para la síntesis de los compuestos de esta invención.

1 Todas las partes se dan en peso y todas las temperaturas en grados centígrados salvo indicación en contrario.

EJEMPLO 1

Preparación de 2-(4-cloro-2-fluorfenil)-4,5,6,7-tetrahidro-
5 2H-isoindol-1,3-diona

Una solución de 140 partes de 2'-fluoracetanilida en 500 partes de ácido acético glacial se trata con 71 partes de cloro, durante una hora, a 25-27°C mientras se enfría con agua de hielo. Mientras se está agitando durante
10 4 horas a 25-27°C, precipita la 4'-cloro-2'-fluoracetanilida. Después de recoger el producto por filtración, el filtrado se vierte sobre 2000 partes de hielo. La segunda porción de producto precipitado resultante se recoge por filtración, se combina con la primera porción y se
15 recristaliza en 700 partes de metanol a -45°C para dar 119 partes de 4'-cloro-2'-fluoracetanilida en forma de cristales blancos que funden a 152-155°C.

Una mezcla de 119 partes de 4'-cloro-2'-fluoracetanilida en 475 partes de etanol y 200 partes de ácido
20 clorhídrico al 37 % se calienta a reflujo durante 17 horas y después el disolvente se separa a una presión reducida de 300 mm Hg para dar la sal hidrocioruro de 4-cloro-2-fluoranilina sólida, húmeda.

La sal hidrocioruro de 4-cloro-2-fluoranilina sólida húmeda se enfría en un baño de hielo y acetona y se
25

1 trata a 10°C con una solución acuosa de hidróxido sódico
al 50 % hasta que se llega a un pH de 11. La mezcla bi-
fásica resultante se extrae cuatro veces; para cada ex-
tracción se utilizan 500 partes de cloruro de metileno.
5 Los extractos orgánicos combinados se secan con sulfato
sódico anhidro y el disolvente se separa a una presión
reducida de 300 mm Hg para dar 89 partes de 4-cloro-2-
fluoranilina oleosa, de color castaño pálido, $n_D^{25} = 1,5541$.

10 Una solución de 88 partes de anhídrido 3,4,5,6-te-
trahidroftálico en 2000 partes de ácido acético glacial
se trata de una sola vez con 84 partes de 4-cloro-2-fluor-
anilina y se agita durante una hora. Después de calentar
a reflujo durante 19 horas, se separan por destilación
de la mezcla de reacción 1000 partes de ácido acético. El
15 residuo de la destilación se vierte sobre 3000 partes de
hielo. Los cristales resultantes se filtran y recristali-
zan en 700 partes de metanol a -40°C, después de trata-
miento con carbón activo, para dar 117 partes de crista-
les blanquecinos de 2-(4-cloro-2-fluorfenil)-4,5,6,7-te-
trahidro-2H-isoindol-1,3-diona que funde a 76,5-78,0°C.
20

EJEMPLO 2

Preparación de 2-(4-bromo-2-fluorfenil)-4,5,6,7-tetrahi- dro-2H-isoindol-1,3-diona

25 Una solución de 100 partes de 2-fluoranilina en
400 partes de cloruro de metileno se enfría a 0°C y se

1 trata discontinuamente con 160 partes de N-bromosuccinimida
sólida, a lo largo de 2 horas, a 0°C. Después de agitar
durante 20 minutos, la mezcla de color rojo oscuro se la-
va cuatro veces; para cada lavado se utilizan 200 partes
5 de agua fría. La fase orgánica roja se seca con sulfato só-
dico anhidro y se evapora bajo 300 mm Hg hasta formar 164
partes de 4-bromo-2-fluoranilina oleosa parda, $n_D^{25} = 1,5885$.

Una solución de 10 partes de anhídrido 3,4,5,6-te-
trahidroftálico en 100 partes de ácido acético glacial se
10 trata de una sola vez con 11 partes de 4-bromo-2-fluorani-
lina y se agita durante 30 minutos. La mezcla de reacción
se calienta a reflujo durante 16 horas y después se vier-
te sobre 200 partes de hielo. Los cristales púrpura resul-
tantes se filtran y recristalizan en 100 partes de metanol
15 a -40°C para dar 13 partes de plaquetas de color rosa de
2-(4-bromo-2-fluorfenil)-4,5,6,7-tetrahydro-2H-isindol-
1,3-diona que funde a 102,0-102,5°C.

EJEMPLO 3

Una solución de 5 partes de anhídrido 3,4,5,6-te-
20 trahidroftálico en 100 partes de ácido acético glacial se
trata con 4,3 partes de 2,4-difluoranilina de una sola
vez y se agita durante una hora. Después de calentar a
reflujo durante 20 horas, la mezcla de reacción se vierte
sobre 200 partes de hielo. Los cristales resultantes se
25 filtran y recristalizan en 70 partes de metanol a -40°C

1 para dar 5 partes de cristales blanquecinos de 2-(2,4-di-
fluorfenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona que
funde a 73-74°C.

EJEMPLO 4

5 Una solución de 5,3 partes de anhídrido 3,4,5,6-
tetrahidroftálico en 100 partes de ácido acético glacial
se trata con 5 partes de 2,4,6-trifluoranilina de una so-
la vez. Después de calentar a reflujo durante 24 horas, el
ácido acético se destila de la mezcla de reacción bajo una
10 presión de 300 mm Hg. El residuo se disuelve en 100 partes
de cloruro de metileno y se lava con 100 partes de solu-
ción acuosa de carbonato sódico al 10 %. Después de secar
sobre sulfato sódico anhidro, la solución se destila bajo
una presión de 300 mm Hg. El aceite rosa resultante se
15 cristaliza en 70 partes de metanol a -40°C para dar 4,7
partes de cristales blancos de 2-(2,4,6-trifluorfenil)-4,-
5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona que funde a 91-92°C.

Formulación de los compuestos

20 Las formulaciones de los compuestos de Fórmula I
para uso en esta invención pueden ser preparadas de for-
ma convencional. Incluyen polvos finos, gránulos esféri-
cos, gránulos cilíndricos, soluciones, suspensiones, emul-
siones, polvos mojables, concentrados emulsionables y si-
milares. Muchos de estos pueden ser aplicados directamente.
25 Las formulaciones pulverizables pueden ser diluidas en me-

1 dios adecuados y utilizadas a volúmenes de pulverización desde algunas pintas (algunos litros) a varios centenares de galones por acre (1 galon = 3,78 litros; 1 acre = 0,4 Ha). Las composiciones de gran concentración se utilizan

5 fundamentalmente como intermediarios para otras formulaciones. En términos amplios, las formulaciones contienen alrededor de 1 a 99 % en peso de ingrediente(s) activo(s) y por lo menos uno de los siguientes ingredientes: (a) alrededor de 0,1 a 20 % de agente(s) tensoactivo(s) y (b) alrededor de 5 a 99 % de un diluyente(s) sólido(s) o líquido(s).

10 Más específicamente, contienen estos ingredientes en las siguientes proporciones aproximadas.

	Ingredien te activo, %	Diluyente, %	Agente tensoac tivo, %	
15	Polvos mojables	20-90	0-74	1-10
	Suspensiones, emulsiones y soluciones oleosas (incluidos los concentrados emulsionables)	5-50	40-95	0-10
	Suspensiones acuosas	10-50	40-89	1-10
20	Polvos finos	1-25	70-99	0- 5
	Gránulos esféricos y cilíndricos	1-35	65-99	0-15
	Composiciones de gran concentración	90-99	0-10	0- 2

25 Naturalmente, puede haber presentes unas proporciones mayores o menores de ingrediente activo según el uso

1 a que se destine la formulación y las propiedades físicas
del compuesto. Algunas veces son convenientes unas propor-
ciones mayores de agente tensoactivo a ingrediente activo
y se consiguen por incorporación al preparado o por mez-
5 clado en el tanque.

Los compuestos de fórmula I pueden ser combinados
con otros herbicidas y son especialmente útiles en combina-
ción con bromacil [3-(sec-butil)-5-bromo-6-metiluracilo],
diuron [3-(3,4-diclorofenil)-1,1-dimetilurea], paraquat
10 [ion 1,1'-dimetil-4,4'-bipiridinio], terc-butilcarbamato
de m-(3,3-dimetilureido)fenilo, 4-amino-6-terc-butil-3-
metiltio-as-triazin-5(4H)-ona y las s-triazinas tales como
2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triazina, para con-
trolar un amplio espectro de malas hierbas.

15 Los diluyentes sólidos típicos están descritos en
la obra de Watkins y colaboradores titulada "Handbook of
Insecticide Dust Diluents and Carrier", 2ª edición, Dorland
Books, Caldwell, New Jersey. Se prefieren los diluyentes
más absorbentes para los polvos mojables y los más densos
20 para los polvos finos. Los diluyentes y disolventes líqui-
dos típicos están descritos en la obra de Marsden titulada
"Solvents Guide", 2ª edición, Interscience, New York, 1950.
Para los concentrados en suspensión se prefiere una solu-
bilidad inferior al 0,1 %; los concentrados en solución
25 son preferiblemente estables contra la separación de fases

1 a 0°C. Las obras "McCutcheon's Detergents and Emulsifiers
Annual", Allured Publishing Corporation, Ridgewood, New
Jersey y la de Sisely and Wood "Encyclopedia of Surface-
Active Agents", Chemical Publishing Co., New York, 1964,
5 contienen listas de agentes tensoactivos y sus usos reco-
mendados. Todos los preparados pueden contener cantidades
minoritarias de aditivos para reducir la formación de es-
puma, el apelmazamiento, la corrosión, el crecimiento mi-
crobiológico, etc. Preferiblemente, los ingredientes deben
10 estar aprobados por la Agencia para la Protección del Am-
biente de Estados Unidos para el uso a que se destinan.

Los métodos de preparación de estas composiciones
son muy conocidos. Las soluciones se preparan simplemente
mezclando los ingredientes. Las composiciones sólidas fi-
15 nas se preparan mezclando y habitualmente moliendo, por
ejemplo en un molino de martillos o en un molino de ener-
gía fluída. Las suspensiones se preparan por molienda en
mojado (véase, por ejemplo, la patente estadounidense
3.060.084 de Littler). Los gránulos esféricos y cilíndri-
20 cos pueden ser preparados pulverizando el material activo
sobre portadores granulados preformados o por técnicas
de aglomeración (véase J.E. Browning, "Agglomeration",
Chemical Engineering, 4 de Diciembre de 1967, págs. 147
ff y "Perry's Chemical Engineer's Handbook", 4ª edición,
25 McGraw-Hill, New York, 1963, págs. 8-59 ff.

- 1 Para más información sobre la técnica de la for-
mulación véanse, por ejemplo, las siguientes referencias:
- 5 H.M. Loux, patente estadounidense 3.235.381, 15 de Febrero
de 1966, columna 6, línea 16 a columna 7, línea 19 y
Ejemplos 10-41.
- R.W. Luckenbaugh, patente estadounidense 3.309.192, 14 de
Marzo de 1967, columna 5, línea 43 a columna 7, línea
62 y Ejemplos 8, 12, 15, 39, 41, 52, 53, 58, 132, 138-
140, 162-164, 166, 167 y 169-182.
- 10 H. Gysin y E. Knüsli, patente estadounidense 2.891.855,
23 de Junio de 1959, columna 3, línea 66 a columna 5,
línea 17 y Ejemplos 1 a 4.
- G.C. Klingman, "Weed Control as a Science", John Wiley and
Sons, Inc., New York, 1961, págs. 81 a 96.
- 15 J.D. Fryer y S.A. Evans, "Weed Control Handbook", 5ª edi-
ción, Blackwell Scientific Publications, Oxford, 1968,
págs. 101-103.

 Los siguientes ejemplos ilustran las formulaciones
de esta invención. Todas las partes se dan en peso salvo
20 indicación en contrario.

EJEMPLO 5

	<u>Polvo mojable</u>	
	2-(4-cloro-2-fluorfenil)-4,5,6,7-tetrahidro- 2H-isocindol-1,3-diona	50 %
25	Caolinita	38 %

1	Diatomita	5 %
	Sílice sintética	3 %
	Ligninsulfonato sódico	2 %
	Alquilnaftalensulfonato sódico	2 %

5 Los ingredientes se mezclan, se muelen a martillos hasta formar un polvo fino del que prácticamente la totalidad atraviesa un tamiz de 50 mallas y se vuelven a mezclar.

EJEMPLO 6

10	<u>Polvo mojable</u>	
	2-(4-bromo-2-fluorfenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona	50 %
	Caolinita	46 %
	Alquilnaftalensulfonato sódico	2 %
15	Metilcelulosa de baja viscosidad	2 %

Los ingredientes se mezclan, se muelen a martillos hasta formar un polvo fino del que prácticamente la totalidad atraviesa un tamiz de 50 mallas y se vuelven a mezclar.

EJEMPLO 7

20	<u>Polvo mojable</u>	
	2-(2,4-difluorfenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona	50 %
	Caolinita	46 %
	Alquilnaftalensulfonato sódico	2 %
25	Metilcelulosa de baja viscosidad	2 %

1 Los ingredientes se mezclan, se muelen a marti-
llos hasta formar un polvo fino del que prácticamente
la totalidad atraviesa un tamiz de 50 mallas y después
se vuelven a mezclar.

5 EJEMPLO 8

Polvo mojable

2-(2,4,6-trifluorfenil)-4,5,6,7-tetrahi- dro-2H-iscindol-1,3-diona	50 %
Caolinita	46 %
Alquilnaftalensulfonato sódico	2 %
10 Metilcelulosa de baja viscosidad	2 %

Los ingredientes se mezclan, se muelen a marti-
llos hasta formar un polvo fino del que prácticamente la
totalidad atraviesa un tamiz de 50 mallas y después se
15 vuelven a mezclar.

Utilidad

Los compuestos de fórmula I son útiles para el
control selectivo de pre-emergencia de la vegetación inde-
seable en cultivos como arroz, soja, cacahuet, judías de
20 lima, judías verdes y calabazas. Estos compuestos tam-
bién son útiles para el control de post-emergencia de las
malas hierbas en ciertos cultivos, por ejemplo zanaho-
rias. Además, los compuestos de esta invención pueden ser
utilizados como tratamientos dirigidos para el control de
25 pre y post-emergencia de las malas hierbas en diversos

1 cultivos entre los que se encuentran la soja, cacahuets,
 judías de huerta y arroz sembrado en surcos.

 Los compuestos de esta invención son útiles para
 el control de las malas hierbas en cultivos transplantedos
 tales como tabaco, tomates, batatas, lechugas, apios, pimienu
5 tos y berenjenas. El tratamiento puede aplicarse a la super
 ficie del terreno antes del transplante y con el cultivo
 transplantedo en el terreno tratado o puede incorporarse al
 terreno antes del transplante y fijar el cultivo en el te-
 rreno tratado. Las proporciones utilizadas pueden variar de
10 1/8 a 1-1/2 kg/ha según cultivo, tipo de terreno, compuesto
 y método de aplicación. Una persona entendida en la materia
 puede seleccionar la proporción para cualquier situación dada.

 Además, estos compuestos son útiles siempre que se
 requiera un control general de las malas hierbas, como en
15 las zonas industriales, servidumbres de paso del ferrocarril
 y servicios, a lo largo de vallas, cimientos de edificios,
 zonas de estacionamiento y almacenamiento, etc.

 La cantidad precisa de compuestos de fórmula I a uti
 lizar en cualquier situación dada variará con el resultado
20 final particular deseado, el uso a que se destinen, el tipo
 de planta y de terreno implicados, la formulación utilizada,
 la forma de aplicación, las condiciones atmosféricas reinanu
 tes, la densidad del follaje y factores similares. Como el
 número de variables que desempeñan un papel es tan grande,
25 no es posible establecer una proporción de aplicación ade-
 cuada para todas las situaciones. En general, los compuestos

1 de la invención se utilizan en proporciones de unos 0,125 a 20
kg, preferiblemente de unos 0,25 a 10 gh, por hectárea. Las pro-
porciones inferiores dentro de este intervalo se seleccionan
generalmente para los terrenos más ligeros, terrenos con poco
contenido en materia orgánica, para el control selectivo de las
5 malas hierbas en cultivos o en situaciones donde no es necesa-
ria una persistencia máxima.

La actividad herbicida de los compuestos de esta inven-
ción fué descubierta mediante diversos ensayos en campo.

En el ensayo A, se sembraron soja, cacahuet, judía de li-
10 ma, judías verdes y calabazas en un campo infestado con las si-
guientes semillas de malas hierbas: pata de gallina (Digitaria
sanguinalis), almorejo (Setaria sp.), cerreig (Echinochloa
crusgalli), anserina (Amaranthus sp.), ambrosía (Ambrosia arte-
missiifolia), verbasco (Abutilon theophrasti), verdolaga (Portu-
15 laca oleracea) y flor de una hora (Hibiscus trionum). Una formu-
lación en polvo mojable al 50% de 2-(4-cloro-2-fluorfenil)-4,5,
6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona fué aplicada en forma de
suspensión acuosa en las proporciones de 0,125, 0,25, 0,5 y 1,0
kg/Ha, repitiéndose cada tratamiento dos veces. Las parcelas se
20 clasificaron de acuerdo con el porcentaje de control de las malas
hierbas y con la respuesta del cultivo 7 semanas después del
tratamiento. La respuesta del cultivo fué expresada en una esca-
la de 0 = ningún daño a 10 = destrucción completa. Los resulta-
dos obtenidos se encuentran en la siguiente tabla.

25

TABLA I
Ensayo A

Propor- ción, kg/Ha	% de control					Respuesta del cultivo						
	Pata de gallina	Almorejo	Cerreig rina	Anse- Ambro sia	Verbasco	Verdo lega	Fior de ra	Flor de una ho- ra	Cala beza verdes	Judias lima	Caca mets	Soja
0,125	60	40	45	90	90	82	87	2	2	0	0	0
0,25	94	82	82	98	99	97	99	2	2,5	1	0	1,5
0,50	99	95	98	95	99	100	99	6	8	4	2	3
1,00	99	99	99	100	100	100	100	9,5	8,5	8,5	3,5	7,5

1

5

10

15

20

25

1

TABLA I

Ensayo A

% de control

	<u>Propor-</u> <u>ción,</u> <u>kg/Ha</u>	<u>Pata de</u> <u>gallina</u>	<u>Almorejo</u>	<u>Cerreig</u>	<u>Anse-</u> <u>rina.</u>	<u>Ambro</u> <u>sía.</u>	<u>Verbasco</u>	<u>Verdo</u> <u>laga</u>	<u>Flor de</u> <u>una ho-</u> <u>ra</u>
5	0,125	60	40	45	90	90	90	82	87
	0,25	94	82	82	98	99	99	97	99
	0,50	99	95	98	95	99	100	100	99
	1,00	99	99	99	100	100	100	100	100

10

15

20

25

Respuesta del cultivo

Ambrosía	Verbasco	Verdo laga	Flor de una hora	Cala baza	Judías verdes	Judías de lima	Caca huets	Soja
90	90	82	87	2	2	0	0	0.
99	99	97	99	2	2,5	1	0	1,5
99	100	100	99	6	8	4	2	3
100	100	100	100	9,5	8,5	8,5	3,5	7,5

1 En el Ensayo B se utilizó un campo sembrado de
zanahorias y en el que emergían naturalmente las siguien-
tes especies de malas hierbas: pata de gallina (Digitaria
5 sanguinalis), almorejo (Setaria sp.), cerreig (Echinochloa
crusgalli), anserina (Amaranthus sp.), ambrosía (Ambrosia
artemisiifolia), verbasco (Abutilon theophrasti), polígono
(Polygonum sp.) y cenizo (Chenopodium album). Diez y seis
días después de la siembra, cuando todas las especies de
malas hierbas habían emergido, las plantas se rociaron to-
talmente con una formulación en polvo mojable al 50 % de
10 2-(4-cloro-2-fluorfenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-
diona (Tratamiento I) en forma de suspensión acuosa, a propor-
ciones de 0,5, 1,0, 2,0 y 4,0 kg/Ha y con 2-(4-clorofenil)-
4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona (Tratamiento II)
15 en la misma forma y a las mismas proporciones. El volumen
de pulverización fué de 425 litros/Ha. A todos los tratamien-
tos se agregó el agente tensoactivo Tween 20[®]*, a una con-
centración de 0,1 % en peso. Seis semanas después del trata-
miento, se observó visualmente el porcentaje de control de
20 las malas hierbas y, para las zanahorias, la respuesta del
cultivo. Los datos pertinentes se encuentran en la Tabla II.

* Tween 20[®] - Marca comercial de ICI of America que es el
25 producto de reacción de monolaurato de sorbitano con un
promedio de 20 moles de óxido de etileno.

1

TABLA II

Ensayo B

Tratamiento I	% de control						Respuesta del cultivo
	Malas hierbas de emergencia natural						
Proporción, kg/Ha	Pata de gallina	Almo rejo	Gerreig	Anse rina	Ambro Ver-sia basco	Poli-fono Cenizo	Zanahorias
0,5	60	70	65	92	98	99+	2
1,0	85	90	90	99	99+	100	3
2,0	90	94	94	100	100	100	5
4,0	100	99+	99+	100	100	100	6

10

Tratamiento II

Proporción, kg/Ha

0,5	0	0	0	50	50	70	70	4
1,0	20	20	20	70	70	80	80	4
2,0	40	40	40	90	90	100	100	4
4,0	60	40	50	99	99+	100	99	4

15

20

25

1

TABLA II

Ensayo B

% de control

	<u>Tratamiento I</u>	<u>Malas hierbas de emergencia natural</u>								
		<u>Proporción, kg/Ha</u>	<u>Pata de gallina</u>	<u>Almo rejó</u>	<u>Cerreig</u>	<u>Anse rina</u>	<u>Ambrosía</u>	<u>Verbasco</u>	<u>Polígono</u>	<u>Cen</u>
5		0,5	60	70	65	92	98	100	99+	1
		1,0	85	90	90	99	99+	100	100	1
		2,0	90	94	94	100	100	100	100	1
		4,0	100	99+	99+	100	100	100	100	1
10	<u>Tratamiento II</u>									
	<u>Proporción, kg/Ha</u>									
		0,5	0	0	0	50	50	70	70	
		1,0	20	20	20	70	70	80	80	
15		2,0	40	40	40	90	90	100	80	
		4,0	60	40	50	99	99+	100	99	

20

25

ontrol

urgencia natural

Respuesta del cultivo

<u>use</u> <u>na</u>	<u>Ambro</u> <u>sia</u>	<u>Ver-</u> <u>basco</u>	<u>Poligono</u>	<u>Cenizo</u>	<u>Zanahorias</u>
92	98	100	99+	100	2
99	99+	100	100	100	3
00	100	100	100	100	5
00	100	100	100	100	6
0	50	70	70	70	4
0	70	80	80	80	4
0	90	100	80	99	4
3	99+	100	99	99	4

1 La superioridad del Tratamiento I es bastante
pronunciada con respecto a las malas hierbas que emer-
gen naturalmente. En cada uno de los 8 ensayos, el Trata-
5 miento I produjo unos porcentajes de control que eran cla-
ramente superiores a los del Tratamiento II. En especial,
resultó notable el control de la pata de gallina, el almo-
rejo y el cerreig con el Tratamiento I en comparación con
el Tratamiento II.

10 El ensayo C trató del control de pre-emergencia de
las malas hierbas en el arroz. El campo seleccionado con-
tenía semillas de las siguientes especies de malas hierbas:
pata de gallina (Digitaria sanguinalis), almorejo (Setaria
sp.), cerreig (Echinochloa crusgalli), anserina (Amaranthus
sp.), ambrosía (Ambrosia artemisiifolia), verbasco (Abutilon
15 theophrasti), verdolaga (Portulaca oleracea) y flor de una
hora (Hibiscus trionum). Se sembraron dos variedades de
arroz CSM-3 y Nato, a profundidades de 1 y 2 cm. Además,
se trasplantaron unas plantitas de arroz de ambas varie-
dades al campo en tratamiento. Inmediatamente después, el
20 terreno fué tratado con una suspensión acuosa de 2-(4-clo-
ro-2-fluorfenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona
(Tratamiento I), a proporciones de 0,125 y 0,25 kg/Ha y
una suspensión acuosa de 2-(4-clorofenil)-4,5,6,7-tetra-
hidro-2H-isoindol-1,3-diona (Tratamiento II), a proporcio-
25 nes de 0,25, 0,50, 1,00 y 2,00 kg/Ha. Los productos qui-

1 micos de ensayo fueron formulados como polvos mojables al
50 %. El volumen de pulverización global fué de 540 li-
tros/Ha. Se obtuvieron los porcentajes de control de las
malas hierbas y las respuestas del cultivo al cabo de 29
5 días después del tratamiento, como se ha descrito para el
ensayo A. Los resultados obtenidos se encuentran en la Ta-
bla III.

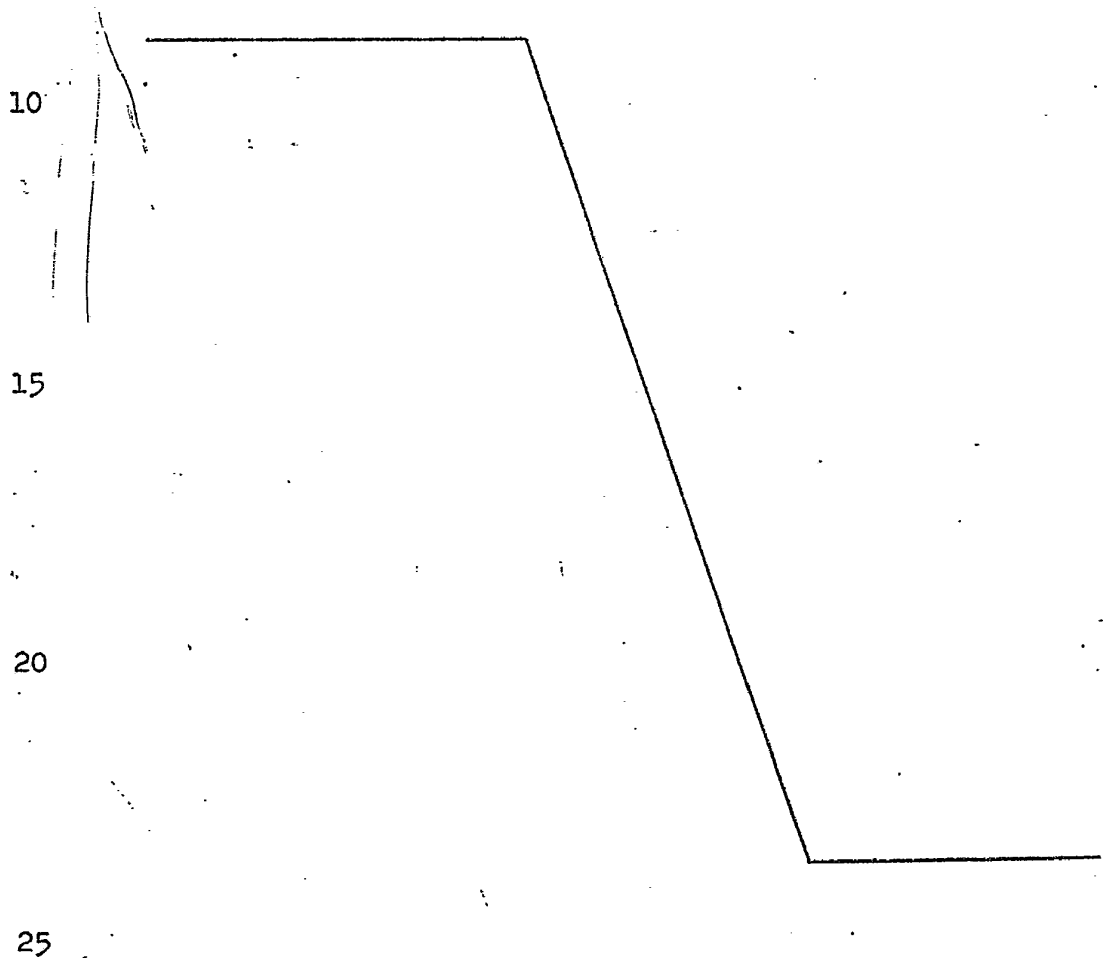


TABLA III

Ensayo C

Tratamiento	% de control						Respuesta del cultivo									
	Proporción, Kg/Ha	Pata de Almo gallina rojo	Cerreig	Anse rina	Ambrosía	Verbas co	Verdo Flor de laga una hora	1 cm ²	2 cm ²	1 cm ²	2 cm ²	1 cm ²	2 cm ²			
5	0,125	96	96	90	99	100	100	100	100	3	0	0	3	1	0	
	0,25	100	100	99	100	100	100	100	100	5	1	0	6	2	0	
10	Tratamiento II															
	0,25	99	99	58	100	100	100	100	100	4	1	0	5	0	1	
	0,50	100	100	97	100	100	100	100	100	5	2	0	8	1	1	
	1,0	100	100	99	100	100	100	100	100	7	4	0	9	4	1	
2,0	100	100	100	100	100	100	100	100	10	7	1	9	6	2		

* 1 cm y 2 cm = profundidad de siembra; T = trasplantado.

1

TABLA IIIEnsayo C

	<u>Tratamiento I</u>		<u>% de control</u>						
	<u>Proporción, Kg/Ha</u>	<u>Pata de gallina</u>	<u>Almo rejo</u>	<u>Cerreig</u>	<u>Anse rina</u>	<u>Ambrosía</u>	<u>Verbas co</u>	<u>Verdo laga</u>	<u>Flor de una hora</u>
5	0,125	96	96	90	99	100	100	100	100
	0,25	100	100	99	100	100	100	100	100
	<u>Tratamiento II</u>								
	<u>Proporción, Kg/Ha</u>								
10	0,25	99	99	58	100	100	100	100	98
	0,50	100	100	97	100	100	100	100	100
	1,0	100	100	99	100	100	100	100	100
	2,0	100	100	100	100	100	100	100	100

15

* 1 cm y 2 cm = profundidad de siembra; T = trasplantado.

20

25

control				Respuesta del cultivo					
				Arroz					
osía	Verbas co	Verdo laga	Flor de una hora	GSM-3			Nato		
				1 cm ²	2 cm ²	T ²	1 cm ²	2 cm ²	T ²
0	100	100	100	3	0	0	3	1	0
00	100	100	100	5	1	0	6	2	0
00	100	100	98	4	1	0	5	0	1
00	100	100	100	5	2	0	8	1	1
00	100	100	100	7	4	0	9	4	1
00	100	100	100	10	7	1	9	6	2

= trasplantado.

1 La utilización de estos compuestos en cultivos transplan-
tados se ilustra por los siguientes experimentos llevados a
cabo en un terreno fangoso. Como se ha indicado en la tabla
dada a continuación, una serie se incorporó acto seguido del
tratamiento y los cultivos se transplantaron el mismo día. Se
5 muestran los resultados obtenidos tres semanas más tarde. El
control de malas hierbas se da en porcentajes. Los daños en
cultivo se expresan como: 0= ningún daño; 10 = destrucción
completa (cultivo muerto), 6 = retraso en el desarrollo.

10

15

20

25

1 Control de las malas hierbas en el transplante de tomates y tabaco

<u>Tratamiento</u>	<u>Preparación activa, kg/ha</u>	<u>Porcentaje control hierbas</u>	<u>Porcentaje control ambas hierbas de hoja ancha</u>	<u>Daños en cultivo (0-10) Tomates Tabaco</u>
2-(4-cloro-2-fluor-fenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona (incorp. a la preplant.)	0,125	88	75	0 0
2-(4-cloro-2-fluor-fenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona	0,25	96	93	0 0
2-(4-cloro-2-fluor-fenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona	0,5	99 +	99 +	0 0
2-(4-cloro-2-fluor-fenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona	1,0	100	100	16 16
2-(4-cloro-2-fluor-fenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona	0,125	97	97	0 0
2-(4-cloro-2-fluor-fenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona	0,25	99 +	99 +	0 0
2-(4-cloro-2-fluor-fenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona	0,5	99 +	100	0 0
2-(4-cloro-2-fluor-fenil)-4,5,6,7-tetrahidro-2H-isoindol-1,3-diona	1,0	100	100	0 0
(Pretranspl. superficie aplicada)				
Control	-	0	0	0 0

15

20

25

1

Control de las malas hierbas en el transplante de tomates

	<u>Tratamiento</u>	<u>Preparación activa, kg/ha</u>	<u>Porcentaje control amba hierbas</u>	<u>de h</u>
	2-(4-cloro-2-fluor-	0,125	88	
	fenil)-4,5,6,7-te-	0,25	96	
5	tahedo -2H-isoindol-	0,5	99 +	
	1,3-diona	1,0	100	1
	(incorp. a la preplant.)			
	2-(4-cloro-2-fluor-	0,125	97	
	fenil)-4,5,6,7-tetrahidro-	0,25	99 +	
10	2H-isoindol-1,3-diona	0,5	99 +	1
		1,0	100	1
	(Pretranspl. superficie aplicada)			
	Control	-	0	

15

20

25

Trasplante de tomates y tabaco

<u>Porcentaje control</u> <u>hierbas</u>	<u>ambas hierbas</u> <u>de hoja ancha</u>	<u>Daños en cultivo</u> <u>Proporción (0-10)</u>	
		<u>Tomates</u>	<u>tabaco</u>
88	75	0	0
96	93	0	0
99 +	99 +	0	0
100	100	16	16
97	97	0	0
99 +	99 +	0	0
99 +	100	0	0
100	100	0	0
0	0	0	0

1

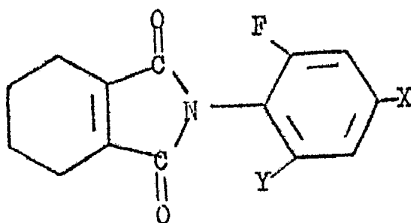
En resumen la Patente de Invención que se solicita
deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

5

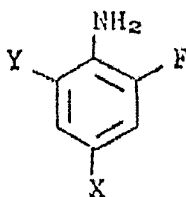
1. Un procedimiento para preparar un compuesto her-
bicida del tipo isoindol de fórmula

10



donde X es Cl, Br o F e Y es H o F, con la condición de que
cuando Y es F, X es F, que consiste en hacer reaccionar
anhídrido 3,4,5,6-tetrahydroftálico con al menos un equi-
valente de un compuesto de fórmula

15



20

donde X e Y son tal como se les ha definido anteriormente,
con la condición de que cuando Y es F, X es F.

25

2. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde
X es Cl.

1

3. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde X es Br.

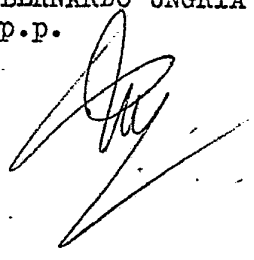
5

4. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN COMPUESTO HERBICIDA DEL TIPO ISOINDOL.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de treinta páginas mecanografiadas.

10

Madrid 2 de septiembre de 1975
BERNARDO UNGRIA
P.P.



15

20

25

