



ESPAÑA

19 ES	11 21	NUMERO 453.196	10 AI
	22	FECHA DE PRESENTACION 11-11-76	

PATENTE DE INVENCION

50 PRIORIDADES:	52 FECHA	53 PAIS
51 NUMERO		
46658/75 Provisional	12-11-75	Gran Bretaña
46659/75 Provisional	12-11-75	" "
46658/75 Completa	27-10-76	" "

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL E02D//A01N	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

54 TITULO DE LA INVENCION

"UN METODO PARA LA PREPARACION DE UNA SUSPENSION ACUOSA DE UN HERBICIDA DE BENZOFURANO SUSTITUIDO"

71 SOLICITANTE (S)

FISONS LIMITED 46658/75
NDW/EJL/PS

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

Fison House, 9. Grosvenor Street, Londres, Inglaterra

72 INVENTOR (ES)

Christopher Gillings, Ian Christopher Jewry y Harold George Haynes

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE

D. ALBERTO DE ELZABURU MARQUEZ (P.- 64.400)

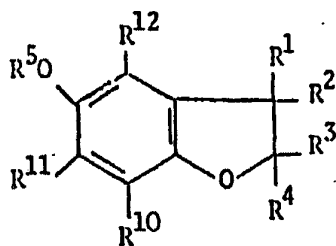
MOG.

BAD ORIGINAL

1 Esta invención se refiere a composiciones.

Los autores de la invención han inventado nuevas
 formulaciones, particularmente útiles, de ciertos herbicidas
 de benzofurano sustituido conocidos. Muchos de los citados
 5 herbicidas se describen y reivindican en la Patente del Rei
 no Unido Nº 1.271.659, de los mismos autores de la presente
 invención.

Los herbicidas de benzofurano sustituido que pue-
 den formularse de acuerdo con la invención son los de la
 10 fórmula:



(I)

15 donde R¹, R² y R³ son iguales o diferentes y son hidrógeno
 o alcoholo (por ejemplo de 1-6 átomos de carbono, tales co-
 mo metilo o etilo), ó R¹ y R² juntos ó R² y R³ juntos for-
 man una cadena de alcoholeno (por ejemplo de 2-5 átomos de
 20 carbono); R⁴ es hidroxilo, alcoxi (por ejemplo de 1-8 átomos
 de carbono, especialmente 1-4 átomos de carbono, tal como
 metoxi, etoxi o butoxi), alcoxi sustituido (por ejemplo de
 1-8 átomos de carbono sustituido por halógeno o alcoxi tal
 25 como cloroetoxi o metoxietoxi), alqueniloxi (por ejemplo de
 2-4 átomos de carbono, tal como aliloxi), alcoholitio (por
 ejemplo de 1-4 átomos de carbono, tal como metiltio o etil-
 tio), alqueniloxi sustituido (por ejemplo de 2-4 átomos de
 carbono, sustituido por halógeno tal como cloroaliloxi), al-
 30 quiniloxi (por ejemplo de 2-6 átomos de carbono tal como pro

1 pargiloxi o butiniloxi), alquiniloxi sustituido (por ejemplo
de 2-4 átomos de carbono sustituido por halógeno tal como
clorobutiniloxi), ariloxi (por ejemplo fenoxi), ariloxi sus
5 tituido (por ejemplo sustituido por nitro o halógeno tal co
mo nitrofenoxi), el grupo NR^6R^7 en el que R^6 y R^7 son alco
hilo (por ejemplo de 1-4 átomos de carbono, tal como metilo
o etilo) o alcoholo sustituido (por ejemplo de 1-4 átomos
de carbono sustituido por halógeno tal como haloetilo) o
junto con el átomo de nitrógeno forman un anillo heterocí-
10 clico, sustituido o insustituido tal como morfolina, pirro-
lidina, piperidina o metil-piperazina, el grupo $-OCOR^{13}$, el
grupo $-OSO_2R^{14}$ ó el grupo $-O-O-R^{15}$, en los que R^{13} es alco-
hilo (por ejemplo de 1-4 átomos de carbono tal como metilo
o isopropilo), alqueniilo (por ejemplo de 2-4 átomos de car-
15 bono tal como alilo), alquinilo (por ejemplo de 2-4 átomos
de carbono tal como propargilo), alcoholo, alqueniilo o al-
quinilo sustituidos (por ejemplo sustituidos con ariloxi o
halógeno tal como trifluorometilo, fenoximetilo o cloroeti-
lo), arilo (por ejemplo fenilo), arilo sustituido (por ejem-
20 plo sustituido con halógeno o alcoholo tal como clorofenilo
o tolilo), alcoholamino (por ejemplo de 1-4 átomos de carbo-
no tal como metilamino), dialcoholamino (por ejemplo de 2-8
átomos de carbono tal como dimetilamino), alcoxi (por ejem-
plo de 1-6 átomos de carbono tal como metoxi o etoxi), ari-
25 loxi (por ejemplo fenoxi), arilamino (por ejemplo fenilami-
no), arilamino sustituido (por ejemplo sustituido por haló-
geno tal como clorofenilamino), alcoxi sustituido (por ejem-
plo de 1-6 átomos de carbono sustituido por halógeno o alco-
xi tal como metoxietoxi), ariloxi sustituido (por ejemplo
30 sustituido con halógeno tal como clorofenoxi), alqueniiloxi

1 (por ejemplo de 2-4 átomos de carbono tal como aliloxi), al
queniloxi sustituido (por ejemplo de 2-4 átomos de carbono
sustituido por halógeno tal como cloroaliloxi), alquiniloxi
(por ejemplo de 2-4 átomos de carbono tal como propargiloxi)
5 o alquiniloxi sustituido (por ejemplo de 2-4 átomos de car-
bono sustituido por halógeno tal como clorobutiniloxi), en
los que R^{14} es alcoholo (por ejemplo de 1-4 átomos de carbo-
no tal como metilo o etilo), alcoholo sustituido (por ejem-
plo de 1-4 átomos de carbono sustituido por halógeno tal co
10 mo cloroetilo), arilo (por ejemplo fenilo), arilo sustitui-
do (por ejemplo sustituido con halógeno, nitro o alcoholo
tal como clorofenilo, nitrofenilo o tolilo), en los que R^{15}
es alcoholo (por ejemplo de 1-4 átomos de carbono tal como
metilo, isopropilo o butilo terciario), alquenilo (por ejem-
15 plo de 2-4 átomos de carbono tal como alilo) o alquínilo
(por ejemplo de 2-4 átomos de carbono tal como propargilo);
o bien R^3 y R^4 juntos representan un átomo de oxígeno o el
grupo $=NR^{16}$ en el que R^{16} es alcoholo (por ejemplo de 1-4
átomos de carbono tal como metilo o isopropilo) o cicloalco-
20 hilo (por ejemplo de 5 ó 6 átomos de carbono tal como ciclo-
hexilo); R^5 es el grupo R^8CO- ó el grupo R^9SO_2- ó el grupo
 R^9SO- ó el grupo $R^{31}R^{32}NSO_2-$, en los que R^8 es alcoholo sus-
tituido con halógeno (por ejemplo de 1-4 átomos de carbono
tal como clorometilo, dicloroetilo, tricloroetilo o bromo-
25 etilo), R^9 es alcoholo (por ejemplo de 1-4 átomos de carbo-
no tal como metilo o etilo), alcoholo sustituido (por ejem-
plo de 1-4 átomos de carbono sustituido por halógeno o alco-
xi tal como clorometilo, metoxipropilo y bromoetilo), arilo
(por ejemplo fenilo) o arilo sustituido (por ejemplo susti-
30 tuido con halógeno o alcoholo tal como clorofenilo o tolilo),

1 y R^{31} y R^{32} son iguales o diferentes y son hidrógeno, alco-
hilo (por ejemplo de 1-4 átomos de carbono tal como metilo
o etilo), alcoholo sustituido (por ejemplo de 1 a 4 átomos
de carbono, especialmente sustituido con cloro, tal como 2-
5 -cloroetilo), acilo carboxílico (por ejemplo de 1 a 4 áto-
mos de carbono, tal como acetilo) o acilo carboxílico susti-
tuido (por ejemplo de 1 a 4 átomos de carbono, especialmen-
te sustituido con cloro, tal como cloroacetilo); y R^{10} , R^{11}
y R^{12} son iguales o diferentes y son hidrógeno, alcoholo
10 (por ejemplo de 1-4 átomos de carbono tal como metilo, eti-
lo o isopropilo), halógeno (por ejemplo cloro o bromo), cia-
no, acilo (por ejemplo de 2-6 átomos de carbono tal como
acetilo) o alcoxi (por ejemplo de 1-4 átomos de carbono tal
como metoxi), con la condición de que dicho compuesto tenga
15 un punto de fusión de 50°C o superior, y una solubilidad en
agua de como máximo 0,1% a 25°C.

Los compuestos preferidos de fórmula I son aquéllos
en los que R^1 y R^2 representan ambos metilo, R^3 , R^{10} , R^{11} y
 R^{12} representan hidrógeno, R^4 representa alcoxi (especial-
20 mente etoxi, propoxi o isopropoxi), alquenciloxi (especial-
mente aliloxi), alquenciloxi (especialmente propargiloxi), un
grupo NR^6R^7 en el que R^6 y R^7 junto con el átomo de nitróge-
no forman un anillo heterocíclico insustituido (especialmen-
te morfolino o piperidini), un grupo $-OCOR^{13}$ en el que R^{13}
25 es alcoholo (especialmente metilo), o bien, junto con R^3 ,
representa un átomo de oxígeno, y R^5 representa un grupo
 R^9SO_2- en el que R^9 es alcoholo (especialmente metilo) o un
grupo $R^{31}R^{32}NSO_2$ donde uno cualquiera de R^{31} y R^{32} represen-
ta hidrógeno, y el otro representa alcoholo (especialmente
30 metilo), o bien uno de R^{31} y R^{32} representa metilo y el otro

1 representa acilo carboxílico (especialmente acetilo) o acilo
carboxílico sustituido (especialmente cloroacetilo).

Un compuesto específicamente preferido que puede
formularse de acuerdo con la presente invención es el meta-
5 nosulfonato de 2-etoxi-2,3-dihidro-3,3-dimetilbenzofuran-5-
-ilo (denominado comúnmente etofumesato).

En uno de sus aspectos, la invención proporciona
una suspensión acuosa herbicida que comprende agua, uno o
más compuestos de fórmula I como se han definido anteriormen
10 te, un polímero de vinilo policarboxilado como agente de sus-
pensión, un agente tensioactivo que tiene una temperatura
de espesamiento reversible como se define más adelante en
esta memoria de 45°C o superior, y, en el caso de que dicho
agente tensioactivo sea diferente de un copolímero de blo-
15 ques de óxido de etileno y óxido de propileno, un agente des-
floculante.

Por la expresión "temperatura de espesamiento re-
versible", tal como se utiliza en esta memoria, se entiende
la temperatura a la cual se produce un cambio acusado obser-
20 vable en la viscosidad por calentamiento de una suspensión
acuosa triturada que comprende 48,5% peso/volumen de etofu-
mesato puro, 1,5% peso/volumen del agente tensioactivo,
4,85% peso/volumen de Dyapoc PFS (un agente desfloculante
producto de condensación sulfonado aniónico en forma de sal
25 sódica, fabricado por Yorkshire Chemicals Limited) y 0,1%
peso/volumen de Antifoam RD (agente antiespumante fabricado
por Dow Corning).

En otro aspecto, la invención proporciona una sus-
pensión acuosa herbicida que comprende agua, uno o más com-
30 puestos de fórmula I, un copolímero de bloques de óxido de

1 etileno y óxido de propileno como agente tensioactivo que
tiene una temperatura de espesamiento reversible como se ha
definido anteriormente de 45°C o superior, y un agente de
suspensión.

5 La invención proporciona también un método de combatir
batir las malezas en un lugar infestado o expuesto a infestarse
con ellas, método que comprende aplicar al lugar una
cantidad capaz de combatir las malezas de una suspensión de
la presente invención.

10 Las suspensiones se pueden preparar por un procedimiento
que comprende mezclar los ingredientes. Las partículas del o los
ingredientes activos en las suspensiones son preferiblemente
menores de 5 micras de diámetro, siendo deseablemente al menos
el 85% en peso de las partículas inferiores a este límite. Los
15 tamaños de partícula en esta memoria descriptiva hacen referencia
a los determinados en un Coulter Counter. Convenientemente, el o los
ingredientes activos de tamaño de partícula mayor que el deseado
en la suspensión se mezclan con otros ingredientes (con inclusión
del copolímero de bloques de óxido de etileno y óxido de propileno,
20 cuando está presente) y se trituran a este tamaño, p. ej. en un
molino de bolas. El polímero de vinilo policarboxilado u otro agente
de suspensión puede mezclarse convenientemente como una solución o
suspensión del mismo en agua.

25 Las presentes suspensiones contienen preferiblemente en total de
0,05 a 700 g/l y más preferiblemente de 0,05 a 600 g/l del o de los
ingredientes activos.

Usualmente, la suspensión se produce inicialmente en la forma de un
concentrado, que contiene preferiblemente de 100 a 700 g/l y más
30 preferiblemente de 100 a 600 g/l y

1 especialmente al menos 300 g/l, por ejemplo 500 g/l, en total, del o de los ingredientes activos.

El concentrado se diluye luego usualmente con agua para su aplicación, usualmente de tal modo que la concentración del o de los ingredientes activos aplicada es de 0,05 a 5 g/l, y más preferiblemente de 0,5 a 5 g/l. Sin embargo, pueden aplicarse concentraciones mayores si se desea, especialmente si se prefiere una aplicación de volumen bajo.

Las suspensiones contienen generalmente de 0,5 a 10 50 g/l, preferiblemente de 0,5 a 35 g/l, del agente de suspensión. Más preferiblemente, el agente de suspensión está presente en una cantidad que va desde 0,5 a 10 g/l.

Quando el agente de suspensión es un polímero de vinilo policarboxilado, dicho agente es preferiblemente uno de tales polímeros en el que algunos o todos los grupos carboxilo se encuentran en forma de sales de metal alcalino, de amonio o de aminas. Estos polímeros tienen equivalentes de neutralización comprendidos entre 71 y 800 (expresados como gramos de polímero seco neutralizados por un equivalente de hidróxido de sodio o de potasio). Las soluciones acuosas al 1% de estos polímeros tienen generalmente viscosidades Brookfield (20 rpm) menores de 7000 centipoises, aunque, por neutralización de tales soluciones a un pH de 7, las viscosidades aumentan hasta quedar comprendidas entre 10.000 y 70.000 centipoises. Ejemplos de tales polímeros son polímeros de carboxivinilo (p. ej. los que pueden adquirirse bajo la marca comercial Carbopol, de Goodrich Chemical Company, especialmente el Carbopol 941) o copolímeros acrílicos que contienen grupos carboxilo (p. ej. los que pueden adquirirse bajo la marca comercial Viscalex, de la Allied Colloids Compa

1 ny, especialmente Viscalex HV 30).

Otros agentes de suspensión preferidos son las go-
mas de polisacáridos de peso molecular alto obtenidas por
fermentación de azúcares derivados del almidón. Estas gomas
5 tienen generalmente pesos moleculares de aproximadamente
2.000.000 a 50.000.000, contienen grupos hidroxilo y carbo-
xilo reactivos, son ligeramente higroscópicas, se disuelven
fácil y completamente en agua fría para producir soluciones
coloidales de alta viscosidad, y se hinchan rápidamente en
10 soluciones acuosas hidratadas para producir soluciones esta-
bles no tixotrópicas y esencialmente neutras.

Preferiblemente, la goma de polisacárido es un co-
loide hidrófilo de Xantomonas (conocido por otro nombre co-
mo una goma de xantano), p. ej. el que puede adquirirse ba-
15 jo la marca comercial Kelzan, de Kelco Company. Un coloide
hidrófilo de Xantomonas es un coloide producido por feimen-
tación por una bacteria del género Xantomonas, p. ej. Xantho-
monas campestris.

La expresión "agente tensioactivo" se utiliza en
20 el sentido amplio para incluir materiales denominados diver-
samente agentes emulsificantes, agentes dispersantes y agen-
tes humectantes. Tales agentes son bien conocidos en la téc-
nica de formulación de los herbicidas.

Los agentes tensioactivos que tienen una temperatu-
25 ra de espesamiento reversible de 45°C o superior pueden com-
prender agentes tensioactivos aniónicos, por ejemplo mono-
diésteres del ácido fosfórico con etoxilatos de alcoholes
grasos o sales de tales ésteres, condensados sulfatados de
alcoholfenoles con óxido de etileno, sulfatos de alcoholes
grasos etoxilados, lignin-sulfonatos, sulfonatos de petróleo,
30

1 sales de condensados naftaleno-formaldehído sulfonados, sa-
les de condensados fenol-formaldehído sulfonados, o sulfona
tos más complejos tales como los sulfonatos de amidas, p.
ej. el producto de condensación sulfonado de ácido oleico y
5 N-metil-aurina o los sulfosuccinatos de dialcoholo.

Los agentes tensioactivos pueden comprender alter
nativamente agentes no iónicos, por ejemplo productos de
condensación de ésteres de ácidos grasos, alcoholes grasos,
amidas de ácidos grasos, o fenoles alcohol-sustituidos con
10 óxido de etileno, ésteres grasos de ésteres de alcoholes po
livalentes p. ej. ésteres de ácidos grasos de sorbitán, pro
ductos de condensación de tales ésteres con óxido de etile
no, p. ej. ésteres de ácidos grasos de polietilen-sorbitán,
copolímeros de bloques de óxido de etileno y óxido de propi
15 leno, glicoles acetilénicos tales como 2,4,7,9-tetrametil-5-
-decin-4,7-diol, o glicoles acetilénicos etoxilados.

Los agentes tensioactivos pueden comprender alter
nativamente agentes catiónicos, por ejemplo compuestos de
amonio cuaternario sustituidos con alcohol y/o arilo tales
20 como bromuro de cetil-trimetilamonio, o aminas grasas ter
ciarias etoxiladas.

Aquellas suspensiones que no contienen necesaria
mente un copolímero de bloques de óxido de etileno y óxido
de propileno contienen uno o más agentes tensioactivos, y
25 preferiblemente contienen uno o más copolímeros de bloques
de óxido de etileno y óxido de propileno, o sales de mezclas
de mono- ó diésteres de ácido fosfórico con etoxilatos de
alcoholes grasos.

Sales preferidas de mezclas de mono- ó diésteres
30 de ácido fosfórico con etoxilatos de alcoholes grasos son

1 las asequibles bajo el nombre comercial "Crodafos", de Cro-
da Chemicals Limited, especialmente aquéllas que tienen los
números de código 02, 05, 010, ES 10, T10 y ID 10.

En los casos en que se emplea un copolímero en blo-
5 que de óxido de etileno y óxido de propileno como el agente
tensioactivo, el mismo se deriva preferiblemente de la adi-
ción de óxido de etileno a una cadena de polioxipropileno
para formar un poliol. Más preferidos son aquellos polioles
10 que 1.500, y especialmente mayor que 1.800. Más deseablemen-
te, el poliol contiene de 30 a 70%, p. ej. de 40 a 60%, p.
ej. aproximadamente 50% en peso de óxido de etileno. Prefe-
ridos entre tales polialcoholes son los que pueden adquirirse
se bajo la denominación comercial "Pluronic" de Uguine Kuhl-
15 mann, especialmente los que tienen los números de código
F68, F127, L62, L103, P75, P94, P104 y P105.

Se apreciará, sin embargo, que existen muchos otros
agentes tensioactivos apropiados que pueden emplearse. La
idoneidad de cada uno puede ser determinada fácilmente por
20 una persona experta en formulación de plaguicidas empleando
las técnicas descritas anteriormente en esta memoria para
averiguar su temperatura de espesamiento reversible.

El o los agentes tensioactivos están presentes pre-
feriblemente en una cantidad en peso comprendida entre 0,5
25 y 30%, y más preferiblemente entre 3 y 15% del contenido del
o los compuestos de fórmula I.

El agente desfloculante que tiene que estar presen-
te cuando el agente tensioactivo es distinto de un copolíme-
ro de bloques de óxido de etileno y óxido de propileno, y
30 que puede por supuesto estar presente si lo es, puede ser

1 cualquier agente desfloculante convencional. Preferiblemen-
te, sin embargo, es un producto de condensación sulfonado
aniónico en forma de sal sódica, p. ej. el que puede adqui-
5 rirse de Yorkshire Chemicals Limited bajo el nombre comer-
cial "Dyapol DFS".

El agente desfloculante está presente preferible-
mente en una cantidad comprendida entre 0,5 y 30% en peso,
y más especialmente entre 3 y 15% en peso basado en el peso
del o los compuestos de fórmula I presentes.

10 Las suspensiones pueden contener materiales compa-
tibles adicionales miscibles con el agua como vehículos,
aunque preferiblemente el agua es el único vehículo.

Las suspensiones pueden contener aditivos tales
como agentes antiespumantes (p. ej. un agente antiespumante
15 a base de silicona) por ejemplo en una cantidad de 0,02 a
2% en peso de la fase continua, agentes anticongelantes (p.
ej. etilenglicol) por ejemplo en una cantidad de 5-20% en
peso de la fase continua, o agentes de conservación (p. ej.
formaldehído), por ejemplo en una cantidad de 0,02-2% en pe-
20 so de la fase continua.

Otros plaguicidas compatibles, p. ej. herbicidas,
insecticidas, fungicidas, o reguladores del crecimiento de
las plantas, pueden incluirse en las suspensiones concentra-
das o en las formulaciones diluidas. Es particularmente útil
25 incluir uno o más herbicidas, especialmente herbicidas úti-
les para el control selectivo de las malezas en la remolacha
azucarera. Ejemplos de tales herbicidas, que pueden emplear-
se en casos apropiados, en la forma de derivados funcionales,
p. ej. sales metálicas, incluyen ácidos fenoxialifáticos (p.
30 ej. 2,4-D, esto es ácido 2,4-diclorofenoxiacético; MCPA, es-

1 to es ácido 4-cloro-2-metil-fenoxiacético; 2,4,5-T, esto es
ácido 2,4,5-tricloro-fenoxiacético; 2,4-DB, esto es ácido
4-(2,4-diclorofenoxi)butírico; MCPB, esto es, ácido 4-(4-clo
ro-2-metilfenoxi)butírico; y CMPP, esto es ácido 2-(4-cloro-
5 -2-metilfenoxi)-propiónico); ureas sustituidas (p. ej. monu
ron, esto es 3-(4-clorofenil)-1,1-dimetilurea; diuron, esto
es 3-(3,4-diclorofenil)-1,1-dimetilurea; neburon, esto es,
1-butil-3-(3,4-diclorofenil)-1-metilurea; monolinuron, esto
es 3-(4-clorofenil-1-metoxi-1-metilurea; linuron, esto es,
10 3-(3,4-diclorofenil)-1-metoxi-1-metilurea; fenuron, esto es
1,1-dimetil-3-fenilurea; y benztiазuron, esto es 1-(benzoti
azol-2-il)-3-metilurea); triazinas (p. ej. simazina, esto
es 2-cloro-4,6-di(etilamino)-1,3,5-triazina; atrazina, esto
es 2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-1,3,5-triazina; tri-
15 etazina, esto es 2-cloro-4-dietilamino-6-etilamino-1,3,5-tri-
azina; y prometrina, esto es 2,4-di(isopropilamino)-6-metil
tio-1,3,5-triazina); DNOC, esto es, 4,6-dinitro-o-cresol;
PCP, esto es pentaclorofenol; ioxinil, esto es 4-hidroxi-
-3,5-diyodobenzonitrilo; bromoxinil, esto es 3,5-dibromo-4-
20 -hidroxibenzonitrilo; diclobenil, esto es 2,6-diclorobenzo-
nitrilo; diquat, esto es ion 1,1'-etileno-2,2'-bipiridilio;
paraquat, esto es ion 1,1'-dimetil-4,4'-bipiridilio; ácido
2,3,6-triclorobenzoico; dalapon, esto es ácido 2,2-dicloro-
propanoico; dicamba, esto es ácido 3,6-dicloro-2-metoxiben-
25 zoico; TCA, esto es ácido tricloroacético; cloroprofam, es-
to es 3-clorofenilcarbamato de isopropilo; barban, esto es
3-clorofenilcarbamato de 4-cloro-but-2-inilo; EPTC, esto es
S-etil-dipropiltiocarbamato; butilato, esto es S-etil-di-iso
butiltiocarbamato; dialato, esto es S-2,3-dicloroalil-di-iso
30 propiltiocarbamato; alidoclor, esto es N,N-dialilcloroaceta-

1 mida; propaclor, esto es 2-cloro-N-isopropil-N-fenilacetami-
da; bromacil, esto es 5-bromo-3-sec-butil-6-metiluracilo;
lenacil, esto es 3-ciclohexil-6,7-dihidro-1H-ciclopentapiri-
midina-2,4-diona; hidrazida maleica; sales del ácido meta-
5 noarsónico; ácido cacodílico; aminotriazol, esto es 3-amino-
-1,2,4-triazol; picloram, esto es ácido 4-amino-3,5,6-triclo-
ropicolínico; trifluralin, esto es 2,6-dinitro-N,N-dipropil-
-4-trifluorometilenilina; S,S,S-tributil fosforotritioato;
fenmedifam, esto es 3-m-tolilcarbamoiloxi-fenilcarbamato;
10 azolamid, esto es N-isobutil-2-oxoimidazolidina-1-carboxami-
da; trialato, esto es S-2,3,3-tricloroalil-di-isopropiltio-
carbamato; cicloato, esto es S-etil-ciclohexil-etiltiocarba-
mato; carbetamida, esto es 1-(etil-carbamoil)etilfenilcarba-
mato; difenamida, esto es N,N-dimetildifenilacetamida; pebu-
15 late, esto es S-propil-butiletiltiocarbamato; benfluralin,
esto es N-butil-N-etil-2,6-dinitro-4-trifluorometilenilina;
metóbromurón, esto es, 3-(4-bromofenil)-1-metoxi-1-metilu-
rea; pirazon, esto es 5-amino-4-cloro-2-fenil-piridazina-3-
-ona; N-(fosfonometil)glicina; 3-(metoxicarbonilamino)-fenil-
20 -N-(3,5-dimetilfenil)carbamato; y 3-etoxicarbonilaminofenil-
-N-fenilcarbamato. Son especialmente preferidos fenmedifam,
pirazon, lenacil y cicloato.

25 Las composiciones de la invención pueden aplicar-
se alternativamente en secuencia con uno o más de los herbi-
cidas arriba enumerados.

La relación de la cantidad total del o los compues-
tos de fórmula I presentes al o a cada uno de los herbicidas
adicionales presentes es preferiblemente de 1:5 a 5:1 en pe-
so.

30 El o cada uno de los herbicidas adicionales puede

1 incorporarse en la suspensión de la presente invención bien sea antes de la dilución de un concentrado si aquél no perturba inaceptablemente la estabilidad del concentrado, o después.

5 Las suspensiones tienen una estabilidad excelente y los concentrados conservan su naturaleza homogénea y capaz de fluir de modo muy satisfactorio durante el almacenamiento incluso a temperaturas fluctuantes. Además, dichos concentrados poseen una dispersabilidad excelente en el medio utilizado para diluirlos para su aplicación. Las suspensiones son particularmente útiles para la represión de las malezas en las cosechas, p. ej. remolacha azucarera, girasol, tabaco, pastos y cosechas de crucíferas, y especialmente la remolacha azucarera.

15 La dosis de aplicación es usualmente de 0,5-8 kg en total del o los compuestos de fórmula I por hectárea, por ejemplo 1-4 kg por hectárea.

Las suspensiones se pueden aplicar antes o después de la plantación de la cosecha. Las mismas se pueden emplear para uso antes del brote o, más preferiblemente, uso después del brote.

La invención se ilustra por los Ejemplos siguientes.

Ejemplo 1

25 Se preparó un concentrado de suspensión acuosa capaz de fluir a partir de los componentes siguientes, como se describe abajo:

Etofumesato técnico, de 98% de pureza 510 g

Pluronic P75 (copolímero de bloques producido por condensación de óxido de

etileno con una cadena de polioxipro-

30

1	pileno de peso molecular aproximado	
	2050, en el que el polioxietileno cons	
	tituye el 50% en peso del copolímero	
	de bloques); fabricado por UGINE-Kuhl-	
5	mann Company	15, g
	Polyfon H (sal sódica de Lignina Kraft	
	sulfonada fabricada por Westvaco Corpo	
	ration)	15 g
	Emulsión de Antiespumante RD (emulsión en	
10	tiespumante a base de silicona, fabri-	
	cada por Dow Corning Corporation)	0,5 g
	Etilenglicol	80 g
	Goma de xantano (Kelzan, fabricada por	
	Kelco Company)	2 g
15	Formaldehido	1 g
	Agua, hasta 1 litro	aproximadamente 310 ml

Agua (360 ml), la emulsión de Antiespumante RD, el Pluronic P75, el Polyfon H, el etilenglicol y el etofumesato se cargaron por orden a un molino de bolas agitado. La mezcla se molió hasta que más del 95% en peso del etofumesato tenía un tamaño de partícula inferior a 5 micras tal como se determina por las mediciones con el Coulter Counter. Una solución de la goma de xantano y el formaldehido (un agente de conservación para la goma de xantano) en agua (150 ml) se incorporó luego en el producto molido utilizando un agitador de paletas hasta que se obtuvo la homogeneidad. Se ajustó luego el pH de la suspensión a 7,0 con ácido clorhídrico acuoso al 10%.

Ejemplo 2

30 Por un procedimiento similar al descrito arriba en

1 el Ejemplo 1, se preparó un concentrado herbicida capaz de
fluir, de constitución idéntica excepto que 2,5 g de Carbo-
pol 941 (fabricado por Goodrich Chemical Company) reemplaza-
ron a la goma de xantano y al formaldehído. El agua, la emul-
5 sión de Antiespumante RD, el Pluronic P75, el Polyfon H, el
etilenglicol y el etofumesato se pusieron en forma de suspen-
sión como se ha descrito arriba en el Ejemplo 1. El pH de
esta suspensión se ajustó a 7,0 por adición de ácido clorhí-
drico acuoso al 10%, y se dispersó homogéneamente en ella
10 una solución del ácido Carbopol 941. El pH de la suspensión
se ajustó luego a 7,0 por adición de hidróxido sódico acuo-
so al 10%.

Ejemplo 3

15 Por un procedimiento similar al descrito arriba en
el Ejemplo 1, se preparó un concentrado herbicida capaz de
fluir, de constitución idéntica excepto que 32 g de Viscalex
HV 30 (fabricado por Allied Colloids Manufacturing Company)
reemplazaron a la goma de xantano y al formaldehído. Se ajus-
tó luego el pH de la suspensión a 8,0 por adición de ácido
20 clorhídrico acuoso al 10%.

Ejemplo 4

Para comparación, se prepararon concentrados de
suspensión idénticos a los de los Ejemplos 1, 2 y 3, excepto
que en todos los casos se omitió el agente de suspensión (res-
pectivamente la goma de xantano, el Carbopol 941 y el Visca-
25 lex HV 30).

Ejemplo 5

También para fines de comparación, se produjeron
concentrados de suspensión idénticos a los de los Ejemplos 1
a 3, excepto que 15 g de un condensado de alcohol laurílico
30

1 con 6 moles de óxido de etileno (Serfal LA60, fabricado por
D.G. Bennet Chemicals Limited) reemplazaron al Pluronic P75.
El producto Serfal LA60 tiene una temperatura de espesamien
to reversible como se ha definido anteriormente en esta me-
5 moria menor que 45°C.

Ejemplo 6

Los concentrados de suspensión de los Ejemplos 1,
2 y 3 se compararon en un ensayo de almacenamiento a tempe-
ratura (manteniéndose las temperaturas en uno de los ensa-
10 yos a 40°C y manteniéndose en otro sucesivamente durante pe-
ríodos de 12 horas a 12°C y 38°C a lo largo de un período
de 6 meses) con los concentrados de suspensión de los Ejem-
plos 4 y 5. Al final del período de almacenamiento, se en-
contró que las suspensiones de los Ejemplos 1, 2 y 3 no pre-
15 sentaban sedimento duro alguno y eran todavía capaces de
fluir, pero que las del Ejemplo 4 se habían sedimentado pa-
ra dejar un sedimento duro y aproximadamente 50% en volumen
de líquido sobrenadante claro. Además, se encontró que el
sedimento no podía redispersarse en el líquido sobrenadante
20 por los métodos que podría esperarse razonablemente que uti-
lizara un usuario, con inclusión de agitación y sacudidas.

Se encontró que las suspensiones del Ejemplo 5 al
final de los ensayos de almacenamiento ya no eran capaces
de fluir, y además ya no podían hacerse utilizables por nin-
25 gún método de los que podría esperarse razonablemente que
utilizara un usuario, con inclusión de agitación y sacudidas.

Ejemplo 7

Se prepararon concentrados de suspensión acuosos
y capaces de fluir, idénticos a los de los Ejemplos 1, 2 y
3, excepto que 50 g de Dyapol PFS y 5 g de Crodafos T10 neu
30

1 tro (fabricado por Croda Chemicals Limited) reemplazaron al
Pluronic P75. Todas las suspensiones seguían siendo capaces
de fluir y no presentaban en absoluto sedimentos duros o lí-
quido claro sobrenadante después del almacenamiento como se
5 ha descrito en el Ejemplo 6.

Ejemplo 8

Se preparan concentrados de suspensión acuosos ca-
paces de fluir, idénticos a los de los Ejemplos 1, 2, 3 y 7,
excepto que el etofumesato técnico se reemplaza por centida-
10 des apropiadas de los compuestos siguientes (los cuales re-
presentan un grupo preferido de compuestos para las composi-
ciones de la invención) para dar una concentración de com-
puesto puro de 500 g por litro:

15 etanosulfonato de 2-etoxi-2,3-dihidro-3,3-dimetil-
benzofuran-5-ilo;

metanosulfonato de 2-morfolino-2,3-dihidro-3,3-di-
metilbenzofuran-5-ilo;

metanosulfonato de 2-piperidino-2,3-dihidro-3,3-di-
metilbenzofuran-5-ilo;

20 metanosulfonato de 2-oxo-2,3-dihidro-3,3-dimetil-
benzofuran-5-ilo;

metanosulfonato de 2-acetiloxi-2,3-dihidro-3,3-di-
metilbenzofuran-5-ilo;

25 metilaminosulfonato de 2-etoxi-2,3-dihidro-3,3-di-
metilbenzofuran-5-ilo;

dimetilaminosulfonato de 2-etoxi-2,3-dihidro-3,3-
-dimetilbenzofuran-5-ilo;

N-metil-N-acetilaminosulfonato de 2-etoxi-2,3-dihí-
dro-3,3-dimetilbenzofuran-5-ilo;

30 N-metil-N-cloroacetilaminosulfonato de 2-etoxi-2,3-

- 1 -dihidro-3,3-dimetilbenzofuran-5-ilo;
metilaminosulfonato de 2-propoxi-2,3-dihidro-3,3-
-dimetilbenzofuran-5-ilo;
dimetilaminosulfonato de 2-propoxi-2,3-dihidro-3,3-
5 -dimetilbenzofuran-5-ilo;
metilaminosulfonato de 2-isopropoxi-2,3-dihidro-
-3,3-dimetilbenzofuran-5-ilo;
dimetilaminosulfonato de 2-isopropoxi-2,3-dihidro-
-3,3-dimetilbenzofuran-5-ilo;
10 metilaminosulfonato de 2-aliloxi-2,3-dihidro-3,3-
-dimetilbenzofuran-5-ilo;
dimetilaminosulfonato de 2-aliloxi-2,3-dihidro-3,3-
-dimetilbenzofuran-5-ilo;
metilaminosulfonato de 2-propargiloxi-2,3-dihidro-
15 -3,3-dimetilbenzofuran-5-ilo;
dimetilaminosulfonato de 2-propargiloxi-2,3-dihidro-
-3,3-dimetilbenzofuran-5-ilo;
metilaminosulfonato de 2-morfolino-2,3-dihidro-3,3-
-dimetilbenzofuran-5-ilo;
20 dimetilaminosulfonato de 2-morfolino-2,3-dihidro-
-3,3-dimetilbenzofuran-5-ilo;

Después del almacenamiento como se ha indicado en el Ejemplo 6, todas las suspensiones siguen siendo capaces de fluir y no presentan en absoluto sedimentos duros ni líquido transparente sobrenadante.

25

Ejemplo 9

Determinación de la Temperatura de Espesamiento

Reversible

Una mezcla de etofumesato técnico molido (98% de pureza; 1020 g), Dyapol PFS (agente desfloculante de Yorkshi

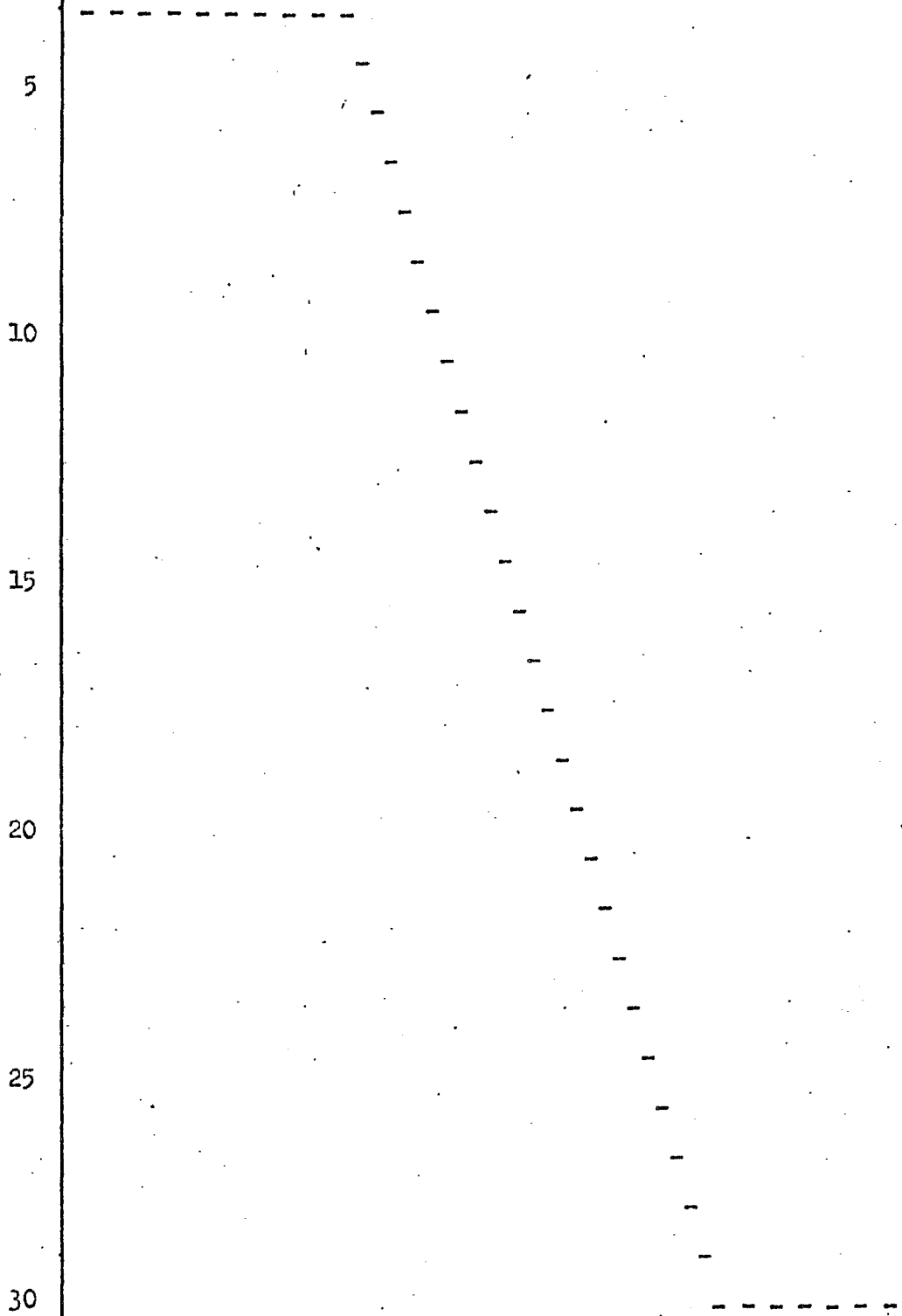
30

1 re Chemicals Limited; 100 g), Antiespumante RD (agente anti-
 espumante de Dow Corning; 2 g) y agua (844 ml) se molió du-
 rante 5,5 horas, dando una suspensión de consistencia lecho
 sa con una densidad relativa de 1,12. Una porción de esta
 5 suspensión (8,5 ml) se mezcló luego con 1,5 ml de una solu-
 ción acuosa al 10% de Renex 690 (agente tensioactivo fabri-
 cado por Atlas Chemical Industries Company). Esta mezcla se
 calentó luego lentamente en un baño de agua mientras que se
 observaba su temperatura. A 45°C se produjo un espesamiento
 10 importante de la suspensión, que fué fácilmente observable
 por el experimentador. La suspensión permaneció en estas con-
 diciones al calentarla ulteriormente, pero por enfriamiento
 a temperatura inferior a 45°C volvió a su consistencia ini-
 cial. Por esta razón, se consideró la temperatura de espesa-
 15 miento reversible del Renex 690 como 45°C.

Muchos otros agentes tensioactivos se evaluaron de
 esta manera, siendo los resultados seleccionados como sigue:

	Pluronic P75	> 62°C
	Pluronic F127	> 62°C
20	Pluronic P105	> 62°C
	Pluronic P94	> 62°C
	Pluronic L103	> 62°C
	Pluronic F68	51°C
	Pluronic L62	49°C
25	Crodafos T10	49°C
	Crodafos ID10	47°C
	Crodafos 02	54°C
	Crodafos .05	60°C
	Crodafos 010	51°C
30	Crodafos ES10	52°C

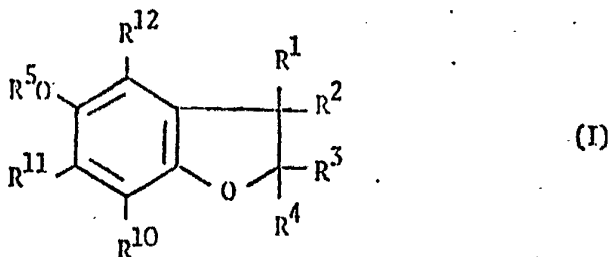
1	Renex 30	40°C
	Serfal LA60	39°C
	Serfal LA50	36°C



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:

1ª.- Un método para la preparación de una suspensión acuosa de un herbicida de benzofurano sustituido que comprende de 0,05 a 700 g/l de dicho herbicida de benzofurano sustituido, que tiene la fórmula:



(en la que: R^1 , R^2 y R^3 son iguales o diferentes y son hidrógeno o alcoholo, o bien R^1 y R^2 juntos o R^2 y R^3 juntos forman una cadena de alcoholeno; R^4 es hidroxilo, alcoxi, alcoholo sustituido, alquenoiloxi, alcoholo, alquenoiloxi sustituido, alquenoiloxi, alquenoiloxi sustituido, ariloxi, ariloxi sustituido, el grupo NR^6R^7 donde R^6 y R^7 son alcoholo o alcoholo sustituido o junto con el átomo de nitrógeno forman un anillo heterocíclico que puede estar sustituido o insustituido, el grupo $-OCOR^{13}$, $-OSO_2R^{14}$ ó $-OOR^{15}$ en los que R^{13} es alcoholo, alquenoilo, alquenoilo; alcoholo, alquenoilo o alquenoilo sustituidos; arilo, arilo sustituido, alcoholamino, dialcoholamino, alcoxi, ariloxi, arilamino, arilamino sustituido, alcoxi sustituido, ariloxi sustituido, alquenoiloxi, alquenoiloxi sustituido, alquenoiloxi, o alquenoiloxi sustituido, en los que R^{14} es alcoholo, alcoholo

1 lo sustituido, arilo, o arilo sustituido, en los que R¹⁵
es alcoholilo, alquenoilo o alquinilo; o bien R³ y R⁴ repre-
sentan juntos un átomo de oxígeno o el grupo =NR¹⁶ en el
que R¹⁶ es alcoholilo o cicloalcoholilo; R⁵ es el grupo R⁸CO-
5 ó el grupo R⁹SO₂- ó el grupo R⁹SO- ó el grupo R³¹R³²HSO₂O-
en el que R⁸ es alcoholilo sustituido con halógeno, R⁹ es
alcoholilo, alcoholilo sustituido, arilo o arilo sustituido,
y R³¹ y R³² son iguales o diferentes y son hidrógeno, al-
coholilo o alcoholilo sustituido; y R¹⁰, R¹¹ y R¹² son iguales
10 o diferentes y son hidrógeno, alcoholilo, halógeno, ciano,
acilo o alcoxi), con la condición de que dicho compuesto
tiene un punto de fusión de 50°C o superior y una solubi-
lidad en agua de como máximo 0,1% a 25°C, teniendo al me-
nos el 85% en peso de las partículas de dicho compuesto un
diámetro menor que 5 micras tal como se determina por el
15 Coulter Counter, de 0,5 a 50 g/l de un agente de suspen-
sión, de 0,5 a 30% en peso, basado en el peso del o de los
compuestos de fórmula I presentes, de un agente tensioacti-
vo que tiene una temperatura de espesamiento reversible co-
mo se define anteriormente en esta memoria de 45°C o supe-
rior, y, cuando dicho agente tensioactivo es diferente de
un copolímero de bloques de óxido de etileno y óxido de
propileno, de 0,5 a 30% en peso de un agente desfloculan-
te basado en el peso del o de los compuestos de fórmula I
20 presentes, método que comprende moler los ingredientes só-
lidos hasta alcanzar un tamaño de partícula apropiado, mez-
clarlos con los otros ingredientes, y ajustar el pH de la
composición formada a un valor apropiado.

25
30 2ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1ª
en el que el agente de suspensión es un polímero vinílico

1 polycarboxilado.

3ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 2ª en el que al menos algunos de los grupos carboxilo del polímero vinílico polycarboxilado se encuentran en forma de sales de metal alcalino, sales de amonio o sales de aminas.

5 4ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1ª en el que se prepara una suspensión acuosa de un herbicida que comprende agua, uno o más compuestos de fórmula I como se definen en la reivindicación 1ª, un copolímero de bloques de óxido de etileno y óxido de propileno como agente tensioactivo, y un agente de suspensión, método que comprende moler los ingredientes sólidos hasta un tamaño de partícula apropiado, mezclarlos con los otros ingredientes, y ajustar el pH de la composición formada a un valor apropiado.

15 5ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 4ª en el que el copolímero de bloques de óxido de etileno y óxido de propileno es un poliol derivado de la adición de óxido de etileno a una cadena de polioxipropileno, y en el que la cadena de polioxipropileno tiene un peso molecular mayor que 1500.

20 6ª.- Un método de acuerdo con la reivindicación 5ª en el que el poliol contiene de 30 a 70% en peso de óxido de etileno.

25 7ª.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 6ª que contiene presentes como mínimo 100 g/l de uno o de los compuestos de fórmula I.

30 8ª.- Un método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 7ª, en el que el o cualquiera de los compuestos de fórmula I presentes en uno en el que R^1 y R^2

1 representan ambos metilo, R^3 , R^{10} , R^{11} y R^{12} representan
 todos ellos hidrógeno, R^4 representa alcoxi de 1-4 átomos
 de carbono, alquenciloxi de 2-4 átomos de carbono, alquini-
 loxi de 2-6 átomos de carbono, un grupo $-NR^6R^7$ en el que
 5 R^6 y R^7 junto con el átomo de nitrógeno forman un anillo
 heterocíclico insustituido, un grupo $-COR^{13}$ en el que R^{13}
 es alcohilo de 1-4 átomos de carbono, o junto con R^3 repre-
 senta un átomo de oxígeno, y R^5 representa un grupo R^9SO_2
 donde R^9 es alcohilo de 1-4 átomos de carbono, o un grupo
 10 $R^{31}R^{32}SO_2$ en el que uno cualquiera de R^{31} y R^{32} represen-
 ta hidrógeno, y el otro representa alcohilo de 1-4 átomos
 de carbono, o uno de R^{31} y R^{32} representa metilo y el otro
 representa acilo carboxílico de 1-4 átomos de carbono.

9^a.— Un método de acuerdo con la reivindicación
 15 8^a, en el que el o uno de los compuestos de fórmula I pre-
 sentes es metanosulfonato de 2-etoxi-2,3-dihidro-3,3-dime-
 tilbenzofuran-5-ilo.

10^a.— Un método para la preparación de una suspen-
 sión acuosa de un herbicida de benzofurano sustituido.

20 Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante-
 cede y con los fines que se han especificado.

25

30

1

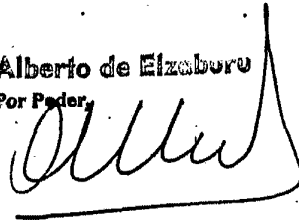
Esta Memoria consta de veintisiete hojas escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid, 24. NOV. 1977

P.A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder,



10

15

20

25

30