



ESPAÑA

19 ES	11	NUMERO	10 A1
	21	474.152	
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		11 octubre 1978	

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
841.450	12.10.1977	Estados Unidos
938.631	7.9.1978	Estados Unidos

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

64 TITULO DE LA INVENCION  
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE  
UNA COMPOSICION HERBICIDA DE TRIAZINA DISPERSABLE EN AGUA.

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

DOMICILIO DEL SOLICITANTE  
Wilmington, Delaware 19898 - Estados Unidos.

72 INVENTOR (ES)  
Robert Eyer Albert y James Douglas Metzger, ambos de nacionalidad estadounidense.

73 TITULAR (ES)  
El mismo solicitante.

74 REPRESENTANTE  
DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU.

1

RESUMEN DE LA INVENCION

5

10

Una composición herbicida de triazina dispersable en agua, con características de cristalización mejoradas cuando se dispersa en agua por debajo de unos 37°C a concentraciones superiores a los límites de solubilidad de la triazina, constituida esencialmente por: (a) 1-metil-3-ciclohexil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona y (b) por lo menos alrededor del 2 % en peso, calculado sobre la triazina seca, de un agente tensoactivo seleccionado entre el grupo formado por ácido isopropilnaftalensulfónico y sus sales de metales alcalinos o alcalino-térreos.

CAMPO DE LA INVENCION

15

La invención se refiere a una composición herbicida dispersable en agua que puede ser aplicada por pulverización o rociada. En particular, se refiere a estas composiciones que pueden ser aplicadas a altas concentraciones sin que se produzcan obturaciones de la boquilla pulverizadora.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

20

25

Es costumbre formular los herbicidas como composiciones dispersables en agua que pueden ser fácilmente mezcladas con el agua y aplicadas mediante un aparato pulverizador. Una clase importante de herbicidas que puede ser aplicada de esta forma son las triazindionas simétricas, de las cuales la más ampliamente utilizada es la 1-metil-3-ciclohexil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona. Las formulaciones de este herbicida son comercializadas en todo el mundo bajo el nombre comercial de compuestos destructores de malas hierbas Velpar<sup>(R)</sup> (marca registrada de E.I. du Pont de Nemours and Company, Wilmington, Delaware).

30

Una dificultad que presentan muchas formulaciones herbi-

1 cidas es que el ingrediente activo tiene una solubilidad li-  
mitada en el agua en la cual se dispersa, bajo las condicio-  
nes de temperatura a las cuales se realiza la pulverización.  
Hasta ahora, esto ha significado que las concentraciones de  
5 pulverización de muchos herbicidas tienen que limitarse a  
valores inferiores a su límite de solubilidad con objeto de  
evitar la cristalización dentro del aparato pulverizador y  
la consiguiente obturación de la boquilla pulverizadora. Las  
10 probabilidades de que la boquilla se obture son máximas cuan-  
do se alcanza un tamaño de cristales de 150 micras en cual-  
quier dimensión. Esta obturación constituye un perjuicio eco-  
nómico importante por las siguientes razones: (1) se desper-  
dicia el tiempo de la mano de obra para interrumpir las ope-  
raciones de pulverización y retirar el material obturador y  
15 (2) cualquier zona pulverizada antes de que la obturación  
haya sido detectada y corregida probablemente queda cubierta  
inadecuadamente. Por lo tanto, existe una considerable nece-  
sidad práctica de sistemas pulverizadores con menor tendencia  
a las obturaciones y que, no obstante, pueden ser utilizados  
20 a concentraciones relativamente altas.

La importante triazindiona simétrica, 1-metil-3-ciclohe-  
xil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona, es uno de los  
compuestos que, debido a su limitada solubilidad en agua,  
frecuentemente produce obturaciones cuando se utiliza a con-  
25 centraciones superiores a su límite de solubilidad a tempe-  
raturas inferiores a unos 37°C. Por esta razón, las composi-  
ciones líquidas para pulverización que contienen los compues-  
tos herbicidas Velpar<sup>(R)</sup> se han limitado a concentraciones del  
orden del 2-3 % en peso de triazinas activas, a no ser que se  
30 calienten para elevar el límite de solubilidad.

1

BREVE DESCRIPCION DE LA INVENCION

Por lo tanto, esta invención se dirige a una composición herbicida dispersable en agua, constituida esencialmente por: (a) 1-metil-3-ciclohexil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona y (b) un agente tensoactivo seleccionado entre el grupo formado por ácido isopropilnaftalensulfónico y sus sales de metales alcalinos o alcalino-térreos, en cantidad suficiente para mejorar las características de cristalización del componente triazínico.

5

10

DESCRIPCION DETALLADA DE LA INVENCION

El componente herbicida primario de la composición de esta invención es la triazindiona antes citada. Sin embargo, puede utilizarse en combinación con otros herbicidas o compuestos que ejerzan la actividad biológica deseada siempre que el otro material activo no cause a su vez problemas de obturación en las condiciones de uso. Así, el herbicida triazindiona puede ser utilizado con otros herbicidas como diuron, terbacil y atrazina.

15

20

En la mayoría de los casos, se preferirá formular el ingrediente herbicida activo en la forma convencional, de acuerdo con el tipo de formulación. Estos aditivos de formulación incluyen agentes humectantes, agentes dispersantes, ligantes, agentes antifloculantes, agentes antiaglomerantes, cargas, diluyentes y similares.

25

30

Al formular la composición de la invención, el componente tensoactivo también sirve como agente humectante. Por lo tanto, la cantidad de agente humectante que habitualmente se requeriría puede ser normalmente reducida en la cantidad del agente tensoactivo isopropilnaftalensulfonato antes citado.

1           La cantidad mínima de agente tensoactivo respecto a la  
2           triazindiona es bastante importante y debe ser por lo me-  
3           nos alrededor del 2 % en peso y preferiblemente alrededor  
4           del 5 % en peso como mínimo, calculado sobre el compuesto  
5           triazínico seco, para conseguir una modificación eficaz de  
6           las características de cristalización del compuesto triazí-  
7           nico. Sin embargo, el límite superior no es crítico siempre  
8           que no interfiera con la reología del sistema. No obstante,  
9           no se necesita más de alrededor del 10 % en peso, sobre el  
10          compuesto triazínico seco, para obtener una modificación  
11          adecuada de la cristalización. No obstante, pueden utilizar-  
12          se cantidades adicionales para obtener un mayor efecto humec-  
13          tante sin detrimento de las características de cristalización  
14          de la composición. La cantidad efectiva mínima de un agente  
15          tensoactivo dado será aumentada, naturalmente, por la inclu-  
16          sión en el mismo de materiales inertes como diluyentes y  
17          cargas.

18                 Dentro de la limitación anterior en cuanto a la cantidad  
19          de agente tensoactivo sulfónico con respecto a las triazindio-  
20          nas, la composición de la invención puede ser formulada de  
21          la manera convencional. Estas formulaciones incluyen forma-  
22          ciones en partículas concentradas en forma de polvos finos,  
23          gránulos, granzas y polvos mojables. El compuesto de triazina  
24          puede ser formulado antes, durante o después de la adición  
25          del sulfonato tensoactivo. Por ejemplo, la composición puede  
26          estar constituida por partículas finamente divididas de la  
27          triazina y el sulfonato en mezcla o el sulfonato puede ser  
28          incorporado en el seno de las partículas de triazina o apli-  
29          cado como recubrimiento sobre las mismas.

30                 Análogamente, la composición de la invención puede ser

1 formulada como suspensiones o soluciones fluídas en las que  
la triazina está dispersa o disuelta en una solución acuosa  
del sulfonato tensoactivo. Las composiciones de gran concen-  
5 tración se utilizan fundamentalmente como intermediarios para  
nuevas formulaciones o dilución con agua para la pulveriza-  
ción. En sentido amplio, las formulaciones contienen alrede-  
dor de 1 a 99 % en peso de uno o varios ingredientes activos  
y por lo menos uno de los siguientes ingredientes: (a) alre-  
10 dedor de 0,1 a 20 % de uno o varios agentes tensoactivos y  
(b) alrededor de 1 a 99 % de uno o varios diluyentes sólidos  
o líquidos. Más específicamente, habitualmente contienen es-  
tos ingredientes en las siguientes proporciones aproximadas:

	<u>Porcentaje en peso, en seco</u>		
	<u>Ingredien</u> <u>te activo</u>	<u>Diluyen</u> <u>te(s)</u>	<u>Agente(s)</u> <u>tensoactivo(s)</u>
15 Polvos mojables	20-90	0-74	1-10
Suspensiones, emulsiones y soluciones oleosas (incluir 20 los concentrados emul- sionables)	5-50	40-95	0-15
Suspensiones acuosas	10-50	40-84	1-20
Polvos finos	1-25	70-99	0- 5
Gránulos y granzas	1-95	5-99	0-15
Composiciones de gran concen- tración	90-99	0-10	0- 6

25 Naturalmente, puede haber proporciones mayores o menores  
de ingrediente activo de acuerdo con el uso pretendido y las  
propiedades físicas del compuesto. Algunas veces interesan  
unas relaciones más altas de agente tensoactivo a ingredien-  
te activo y se consiguen por incorporación a la formulación  
o mezclando en tanque.

30 Los diluyentes sólidos típicos están descritos en la

1 obra de Watkins y colaboradores, "Handbook of Insecticide  
Dust Diluents and Carriers", segunda edición, Dorland Books,  
Caldwell, N.J. Los diluyentes más absorbentes son preferidos  
5 para los polvos mojables y los más densos para los polvos  
finos. Los diluyentes y disolventes líquidos típicos están  
descritos en la obra de Marsden, "Solvents Guide", segunda  
edición, Interscience, New York, 1950. Para los concentrados  
en suspensión se prefiere una solubilidad inferior al 0,1 %;  
preferiblemente, los concentrados en solución son estables  
10 contra la separación de fases a 0°C. "McCutcheon's Detergents  
and Emulsifiers Annual", MC Publishing Co., Ridgewood, New  
Jersey, así como Sisely and Wood, "Encyclopedia of Surface  
Active Agents", Chemical Publ. Co., Inc., New York, 1964,  
contienen listas de agentes tensoactivos y sus aplicaciones  
15 recomendadas. Todas las formulaciones contienen pequeñas can-  
tidades de aditivos para reducir la formación de espuma, el  
apelmazamiento, la corrosión, el desarrollo microbiológico,  
etc. Preferiblemente, los ingredientes deben estar aprobados  
por la U.S. Environmental Protection Agency para el uso pre-  
20 tendido.

Los métodos de preparación de estas formulaciones son  
muy conocidos. Las soluciones se preparan simplemente mezclan-  
do los ingredientes. Las composiciones sólidas finas se pre-  
paran mezclando y habitualmente moliendo, por ejemplo en un  
25 molino de martillos o de energía fluída. Las suspensiones se  
preparan por molienda en mojado (véase, por ejemplo, la paten-  
te estadounidense 3.060.084 de Littler). Los gránulos y gran-  
zas pueden prepararse rociando el material activo sobre por-  
tadores granulados preformados o por técnicas de aglomera-  
30 ción.

1 Aunque las composiciones de esta invención son total-  
mente adecuadas para su uso como herbicidas por encima de  
37°C, de hecho no se obtiene ninguna ventaja a esta tempe-  
5 ratura más alta ya que el problema de la formación de gran-  
des cristales del compuesto de triazindiona no aparece a  
no ser que el compuesto se encuentre a una concentración su-  
perior a su límite de solubilidad a temperaturas inferiores  
a unos 37°C. Por lo tanto, no es necesaria la composición de  
10 la invención si el medio pulverizador se calienta por enci-  
ma de esta temperatura.

Un aspecto único de esta invención es el hecho de que  
la composición del sulfonato tensoactivo es crítica. Aunque  
se han ensayado muchos agentes tensoactivos de composiciones  
15 muy variadas, los únicos que han resultado útiles para los  
fines de esta invención, es decir, para inhibir el creci-  
miento de grandes cristales de las triazindionas herbicidas,  
son miembros de una clase bastante estrecha constituida por  
ácido isopropilnaftalensulfónico y sus sales de metales alcali-  
20 nos o alcalino-térreos.

Los ácidos isopropilnaftalensulfónicos tensoactivos  
que habitualmente se utilizan en la invención son productos  
comerciales que se presentan en forma de mezclas complejas  
cuya composición varía algo con la fuente de la que proceden.  
25 Un sulfonato típico de esta clase contiene 1, 2, 3 y quizá  
incluso varios sustituyentes isopropilo en las diversas po-  
siciones posibles del anillo de naftaleno. Se ha encontrado  
que son especialmente adecuados los agentes tensoactivos de  
este tipo con un promedio de alrededor de 2,5 grupos isopro-  
30 pilo por molécula de naftalensulfonato.

Debido especialmente a la sorprendente criticidad de

1 composición del agente tensoactivo, no se conoce con certeza el mecanismo por el cual funciona. Sin embargo, es posible que a medida que son generadas nuevas superficies cristalinas, el agente tensoactivo interfiera con la formación de cualquier superficie cristalina mayor. Otra posibilidad es que el sulfato tensoactivo interaccione con la propia matriz cristalina. Es decir, a medida que crece el cristal, el sulfonato interfiere con la formación de la matriz, bien fijándose a la misma y deteniéndola o bien rodeando al cristal y aislándolo impidiendo su posterior desarrollo.

5  
10 En general, las composiciones de la invención se aplican a razón de 2-12 libras por acre (2,2-13,4 kg/Ha), calculado sobre la formulación seca, en agua suficiente para dispersar a la composición formulada. De interés en este aspecto es el hecho de que se ha determinado que la composición de la invención no es indebidamente sensible a las variaciones normales de pH o de dureza del agua. Así, puede utilizarse cualquier fuente de agua disponible que sea adecuada para uso agrícola para diluir la composición de esta invención para ser pulverizada.

15  
20 Los ejemplos que siguen ilustran el problema presentado por las formulaciones habituales de triazina y la solución a los mismos proporcionada por las composiciones de esta invención.

25 Procedimiento de ensayo

El ensayo descrito a continuación fué proyectado para medir la tendencia a la obturación de las composiciones pulverizables de herbicida, midiendo la cantidad de cristales formada en condiciones de ensayo específicas.

30 El ensayo se realiza mezclando una cantidad medida de

1 la formulación herbicida con una cantidad medida de agua a  
diferentes temperaturas, con agitación controlada en cuanto  
al tiempo y al grado de cizallamiento. Al final del pe-  
riodo de mezclado, la composición acuosa se vierte sobre un  
5 tamiz de 100 mallas (aperturas de 150 micras) y se sacude  
horizontalmente, golpeteando opcionalmente para permitir  
que el líquido y los cristales de menos de 150 micras lo  
atravesen. El residuo que queda sobre el tamiz se pasa con  
ayuda de agua destilada a una cápsula tarada y después se  
10 seca bien. La cápsula que contiene el residuo retenido se  
pesa de nuevo. La diferencia de peso entre la cápsula que  
contiene residuo seco y la cápsula tarada es una medida de  
la cantidad de materiales que tienden a obturar la boquilla  
pulverizadora.

15 Formulación

Los siguientes ejemplos ilustran formulaciones típicas  
de la invención y la forma en que pueden ser preparadas.

Formulación A — Polvo mojable

20	1-Metil-3-ciclohexil-6-dimetilamino-s- triazin-2,4(1H,3H)-diona	66 % en peso
	Sal sódica de diisopropilnaftalensulfonato	5 %
	Hidroxipropilmetilcelulosa	2 %
	Azúcar granulado	2 %
	Arcilla atapulgítica	25 %
25		<hr/> 100 % en peso

Los ingredientes secos se mezclan bien y se muelen a  
martillos para producir una mezcla con un tamaño de partí-  
cula medio inferior a 200 micras. Después el polvo mojable  
se mezcla de nuevo y se envasa.

30

1

Formulación B - Solución pulverizable

1-Metil-3-ciclohexil-6-dicloroamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona	26 % en peso
Sal sódica de diisopropilnaftalensulfonato	2 %
Etanol	40 %
Agua	<u>32 %</u>
	100 % en peso

5

El agente tensoactivo y la triazina se agregan al etanol y se disuelven por agitación. Después la solución se diluye con agua y se pasa por un tamiz de 200 mallas (Normas de Estados Unidos) para separar cualquier materia extraña.

10

Formulación C - Polvo mojable

Formulación A, polvo mojable	27 % en peso
Cristales de 3-(3,4-diclorofenil)-1,1-dimetilurea	54 %
Sílice sintética fina	5 %
Arcilla caolinítica	<u>14 %</u>
	100 % en peso

15

Formulación D - Suspensión de baja viscosidad

20

(a) Formulación de polvo

1-Metil-3-ciclohexil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona	94 % en peso
Silicoaluminato sódico hidratado	3,8 %
Azúcar granulado	1,0 %
Hidroxipropilmetilcelulosa	1,0 %
Dioctilsulfosuccinato sódico	<u>0,2 %</u>
	100,0 % en peso

25

Los ingredientes secos se mezclan bien y se muelen a martillos para producir un tamaño medio de partícula inferior a 200 micras. Después se vuelve a mezclar el polvo mojable.

30

1 (b) Formulaci3n de una suspensi3n

Polvo mojable segun (a) , 96 % en peso  
Sal s3dica de diisopropilnaftalensulfonato 4 %  
100 % en peso

5 El sulfonato se agrega al agua (alrededor de 10°C)  
en un tanque de concentrado. El polvo mojable se aade despu3s  
y se agita durante un tiempo suficiente para formar una so-  
luci3n concentrada al 2,5-6,0 % en peso. La mezcla concen-  
trada para pulverizaci3n puede ser despu3s empleada tal como  
10 est3 o puede diluirse para pulverizarla.

Formulaci3n E - Soluci3n pulverizable

1-Metil-3-ciclohexil-6-dimetilamino-s-  
triazin-2,4(1H,3H)-diona 26 % en peso  
Etanol 42 %  
15 Agua 32 %  
100 % en peso

La triazina se agrega al etanol y se disuelve por agi-  
taci3n. Despu3s la soluci3n se diluye con agua y se pasa  
por un tamiz de 200 mallas (Normas de Estados Unidos) para  
20 separar cualquier materia extraa.

EJEMPLO 1

Se realiz3 una serie de ensayos de selecci3n sobre un  
gran n3mero de materiales candidatos para modificar las ca-  
racteristicas de cristalizaci3n de las composiciones pulveri-  
zables que contienen el compuesto de triazina antes citado.  
25

En estos ensayos de selecci3n, se agreg3 1 g de cada  
candidato a 100 g de soluci3n herbicida de Formulaci3n E y se  
agit3 hasta completar la disoluci3n. La soluci3n de herbici-  
da y material candidato se verti3 despu3s en 300 ml de agua  
30 corriente a 5°C, sembrada con trihidrato de 1-metil-3-ciclo-

1 hexil-6-dimetilamino-s-triazin-2,4(1H,3H)-diona para ase-  
gurar la cristalización y se agitó durante, 15 minutos a  
300 rpm mientras se mantenía la temperatura de la solución  
a 5°C. Después la solución de ensayo resultante se vertió  
5 sobre un tamiz de 100 mallas de las Normas de Estados Uni-  
dos y se midió por el procedimiento antes descrito la canti-  
dad de residuo de tamaño mayor de 100 mallas (150 micras) re-  
tenido sobre el tamiz.

Se ensayaron los siguientes materiales:

10	Azúcar granulado	
	Urea	
	Glicerina	
	Aceite aromático de baja viscosidad	Sunspray 7E Oil, Sun Co. Marcus Hook, PA
15	Lignosulfonato cálcico	Lignosol BD, Lignasol Chemicals, Quebec, Canadá
	Alcohol polivinílico	Gelvaton 20/30, Monsanto Co., St. Louis, MO
	Monolaurato de sorbitano	Span 20, Imperial Chemical Indus- tries - US, Wilmington, DE
20	Triestearato de sorbitano	Span 65, Imperial Chemical Indus- tries - US, Wilmington, DE
	Polímero de adición de óxido de etileno-propil- englicol	Pluronic F-68, Wyandotte Chemicals Co., Wyandotte, MI
	Polioxietilenaureiléter	Brij 30, Imperial Chemical Indus- tries - US, Wilmington, DE
25	Polioxietilendodeciléter	Surfactant WK, E.I. du Pont de Nemours and Co. Wilmington, DE
	Monopalmitato de polioxi- etilensorbitano	Tween 40, Imperial Chemical In- dustries - US, Wilmington, DE
	Estearato de polioxieti- leno	Mirj 52, Imperial Chemical Indus- tries - US, Wilmington, DE
	Ester organofosfórico	Gafac 510, GAF Corporation, New York, NY
30	Sal sódica de alquilnaf-	Petro Ag Special, Petrochemicals

1	talensulfonato	Co., Fort Worth, TX
	Sal sódica de alquilnaftalensulfonato	Petro AA, Petrochemicals Co., Fort Worth, TX
	Sal sódica de mono- y di-metilnaftalensulfonato	Morwet M, Petrochemicals Co., Fort Worth, TX
5	Sal sódica de butilnaftalensulfonato	Morwet B, Petrochemicals Co., Fort Worth, TX
	Sal sódica de diisopropilnaftalensulfonatos mixtos	Alkanol XC E.I. du Pont de Nemours and Co., Wilmington, DE
	Sal sódica de diisopropilnaftalensulfonatos mixtos	Morwet IP, Petrochemicals Co., Fort Worth, TX
10	Sal sódica de diisopropilnaftalensulfonato	Nekal BA77, GAF Corp., New York, NY
	Sal sódica de diisopropilnaftalensulfonato	Nekal BA78, GAF Corp., New York, NY
	Sal sódica de alquilnaftalensulfonatos mixtos	Sellogen HR-90, Diamond Shamrock Chemical Co., Morristown, NJ
15	Sal sódica de alquilnaftalensulfonatos mixtos	Sellogen W, Diamond Shamrock Chemical Co., Morristown, NJ.

Se halló que todos los materiales antes citados, excepto los seis últimos, eran insuficientemente eficaces o ineficaces en absoluto en el procedimiento de ensayo en el que presentaron una retención de residuos del 47 % en peso o más. Por otra parte, los seis últimos materiales, todos los cuales contenían grupos isopropilnaftaleno sustituido resultaron por lo menos moderadamente eficaces ya que presentaron una retención de residuo inferior al 40 %. El ensayo de estos materiales a una concentración de 2 g en lugar de la concentración de 1 g utilizada para la selección inicial dió lugar a una retención de residuo mucho menor. Por ejemplo, la formulación que contenía 2 g del diisopropilnaftalensulfonato mixto Alkanol<sup>(R)</sup> XC tensoactivo (marca registrada de E.I. du Pont de Nemours and Company, Wilmington, DE), dió una retención de residuo de solamente el 0,12 %

1 en peso.

De especial interés fué el hecho de que no sólo los alquilnaftalensulfonatos eran los únicos materiales de eficacia significativa sino que solamente los materiales con sustituyentes isopropilo eran eficaces. Los homólogos alquílicos inferiores y superiores eran ineficaces.

EJEMPLO 2

En esta serie de ensayos, se observó el efecto de las variaciones de temperatura del agua en las formulaciones pulverizables que contenían diversas cantidades de agente tensoactivo. En estos ensayos, se mezclaron 13 g del polvo moja-  
ble de Formulación D (a) con 100 ml de agua a la temperatura indicada, de acuerdo con el procedimiento de ensayo antes descrito. Los resultados fueron los siguientes:

15

TABLA I

Ensayo n°	Agente tensoactivo		Temperatura del agua (°C)	Residuo retenido (% en peso)*	
	Identidad	Cantidad (% en peso)*			
20	1	-	0	5	75
	2	-	0	10	68
	3	-	0	15	85
	4	Alkanol XC	2	5	2,0
	5	Alkanol XC	4	5	1,8
25	6	Alkanol XC	4	10	1,5
	7	Alkanol XC	8	10	1,0
	8	Nekal BA77	8	5	1,2
	9	Nekal BA77	8	15	1,0

\* Calculado sobre el compuesto de triazina seco.

30

Los datos de la Tabla I anterior ponen de manifiesto

1 sólo un pequeño efecto de la temperatura sobre la cantidad  
de cristales retenidos a 5-15°C. Sin embargo, la adición de  
solamente un 2 % de agente tensoactivo reduce la retención  
de cristales a un 2,7 % de la cantidad retenida en la pulveri-  
5 zación acuosa que no contiene agente tensoactivo. Estos da-  
tos también revelan una modesta ventaja si se añaden incluso  
cantidades mayores de agente tensoactivo una vez que se ha  
alcanzado la concentración umbral.

EJEMPLO 3

10 En esta serie de ensayos, se estudiaron los efectos de  
la temperatura del agua, de la dilución y de las concentra-  
ciones de agente tensoactivo. En estos ensayos, se mezclaron  
100 ml de la solución pulverizable de Formulación E con la  
cantidad indicada de agente tensoactivo sólido y la mezcla  
15 resultante se diluyó con la cantidad indicada de agua a la  
temperatura señalada, de acuerdo con el procedimiento de en-  
sayo antes descrito. Los resultados fueron los siguientes:

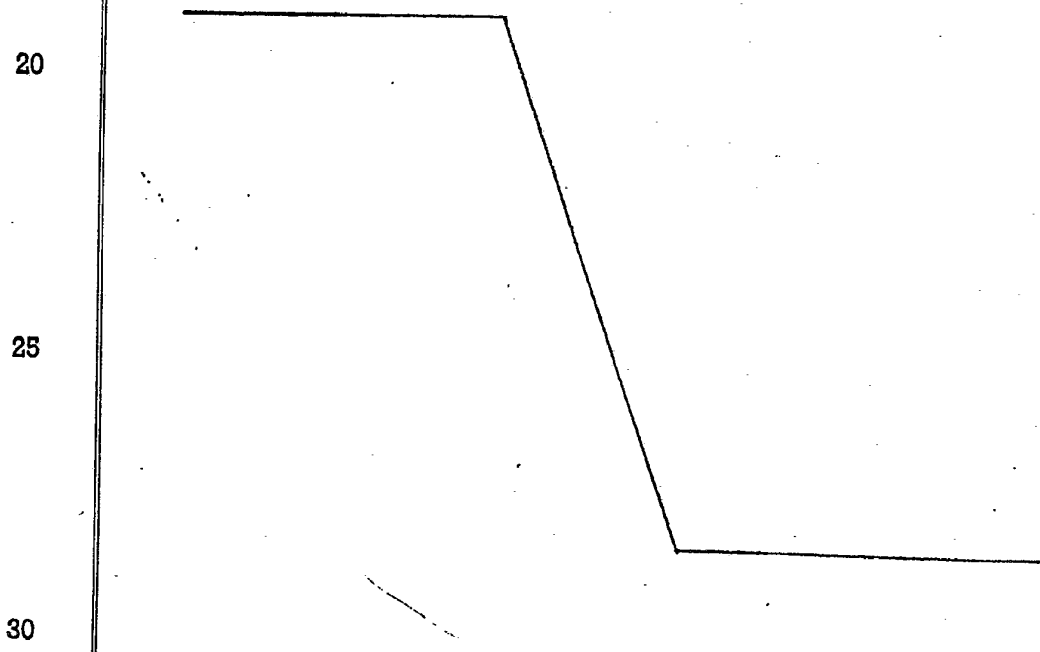


TABLA II

Ensayo n°	Agente tensoactivo		Agua		Temperatura (°C)	Residuo retenido (% en peso)*
	Identidad	Cantidad (% en peso)*	Cantidad (ml)			
10	-	0	100		5	83
11	-	0	500	.....	5	51
12	-	0	100	.....	10	58
13	-	0	500	.....	10	42
14	-	0	300	.....	5	60
15	Alkanol XC	2	300	.....	5	54
16	Alkanol XC	6	300	.....	5	31
17	Alkanol XC	10	300	.....	5	0,3
18	Nekal BX78	2	500	.....	15	0,4
19	Nekal BA77	2	500	.....	15	0,5
20	Sellogen W	8	500	.....	15	0,5

\* Calculado sobre el compuesto de triazina seco.

1  
5  
10  
15  
20  
25  
30

TABLA II

Ensayo n°	Agente tensoactivo		Agua		Temperatura (°C)
	Identidad	Cantidad (% en peso)*	Cantidad (ml)		
10	-	0	100		5
11	-	0	500	.....	5
12	-	0	100	.....	10
13	-	0	500	.....	10
14	-	0	300	.....	5
15	Alkanol XC	2	300	.....	5
16	Alkanol XC	6	300	.....	5
17	Alkanol XC	10	300	.....	5
18	Nekal BX78	2	500	.....	15
19	Nekal BA77	2	500	.....	15
20	Sellogen W	8	500	.....	15

\* Calculado sobre el compuesto de triazina seco.

TABLA II

<u>ivo</u>	<u>Agua</u>	<u>Temperatura</u>	<u>Residuo retenido</u>
<u>idad</u>	<u>Cantidad (ml)</u>	<u>(°C)</u>	<u>( % en peso) *</u>
<u>peso)*</u>			
	100	5	83
	500	5	51
	100	10	58
	500	10	42
	300	5	60
	300	5	54
	300	5	31
	300	5	0,3
	500	15	0,4
	500	15	0,5
	500	15	0,5

riazina seco.

1 Como era de esperar, los datos anteriores demuestran  
que una mayor dilución reduce el problema de la cristaliza-  
ción. Sin embargo, se obtiene una mejoría de un orden de mag-  
nitud más fácilmente mediante la adición de un isopropil-  
5 naftalensulfonato de metal alcalino.

EJEMPLO 4

10 En esta serie de ensayos, se demuestra que la adición  
de diisopropilnaftalensulfonato para inhibir la formación  
de grandes cristales es eficaz en agua bastante dura, es de-  
cir, con una dureza de 840 ppm. En estos ensayos se mezcla-  
ron 13 g del polvo mojable de Formulación D (a) con 100 ml  
de agua a la temperatura indicada, de acuerdo con el pro-  
cedimiento de ensayo antes descrito. Los resultados se en-  
cuentran en la siguiente Tabla III.

15

TABLA III

Ensayo n°	Agente tensoactivo		Temperatura del agua (°C)	Residuo retenido (% en peso)*
	Identidad	Cantidad (% en peso)*		
21	-	0	5	86
20 22	-	0	10	83
23	-	0	15	84
24	-	0	25	1,2
25 25 26	Alkanol XC	4	5	1,4
27	Alkanol XC	4	10	1,4
28	Alkanol XC	4	15	0,9
	Alkanol XC	4	25	1,2

\* Calculado sobre el compuesto de triazina seco.

30 Estos datos ponen de manifiesto bastante gráficamente  
que la dureza del agua no interfiere con la capacidad del  
agente tensoactivo de alterar favorablemente el comportamien-

1 to de cristalización del sistema. De especial interés es el hecho de que, para obtener un grado similar de inhibición de la cristalización, sería necesario mantener la formulación en campo a 25°C o más.

5 EJEMPLO 5

En esta serie de ensayos, se demuestra que las variaciones típicas de pH, que pueden experimentarse al utilizar diferentes fuentes de agua para la formulación, tampoco interfieren significativamente con la capacidad del agente tensoactivo de alterar ventajosamente las características de cristalización del sistema. En estos ensayos, se mezclaron 13 g del polvo mojable de Formulación D y 4 % en peso de Alkanol<sup>(R)</sup> XC con 300 ml de agua con el pH indicado. Los resultados se encuentran en la siguiente Tabla IV.

15 TABLA IV

Ensayo n°	Temperatura del agua (°C)	pH	Residuo retenido (% en peso)
29	5	5,1	0,5
30	10	5,1	0,5
20 31	15	5,1	0,4
32	25	5,1	0,6
33	5	9,0	1,2
34	10	9,0	1,1
35	15	9,0	1,2
25 36	25	9,0	1,3

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

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de una composición herbicida de triazina dispersable en agua; con carac-

30

- 1 características de cristalización mejoradas cuando se dispersa en  
agua por debajo de unos 37°C a concentraciones superiores  
al límite de solubilidad de la triazina, y constituida esencialmente por: (a) 1-metil-3-ciclohexil-6-dimetilamino-s-  
5 triazin 2,4(1H,3H)-diona y (b) por lo menos alrededor del  
2% en peso, calculado sobre la triazina seca, de un agente  
tensoactivo seleccionado entre el grupo formado por ácido  
isopropilnaftalensulfónico y sus sales de metales alcalinos  
o alcalino-térreos, cuyo procedimiento comprende combinar  
10 adecuadamente los ingredientes citados y, opcionalmente,  
moler en un molino de martillos o de energía fluída o por  
molienda en mojado y, si se desea, rociar el material acti-  
vo sobre portadores granulados performados para obtener grá-  
nulos y granzas.
- 15 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, don-  
de la composición comprende una mezcla en partículas finamen-  
te divididas del compuesto de triazina y del agente tenso-  
activo.
- 20 3. Un procedimiento según la reivindicación 1, don-  
de la composición comprende partículas finamente divididas  
de la triazina herbicida a las que se ha incorporado el agen-  
te tensoactivo.
- 25 4. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde  
la composición comprende partículas finamente divididas de  
la triazina herbicida cuya superficie se ha recubierto con  
el agente tensoactivo.
- 30 5. Un procedimiento según la reivindicación 1, donde  
la composición comprende una dispersión de la triazina her-  
bicida en una solución acuosa del agente tensoactivo.
6. Un procedimiento según la reivindicación 5, donde  
la dispersión es una suspensión fluída.

1 . 7. Un procedimiento según la reivindicación 5,  
donde la triazina herbicida se disuelve en la solución acuosa del agente tensoactivo.

5 8. Un procedimiento según la reivindicación 1,  
donde el agente tensoactivo se encuentra en una proporción como mínimo alrededor del 5 % del peso de la triazina seca.

9. Un procedimiento de la reivindicación 1, donde el agente tensoactivo contiene por término medio alrededor de 2,5 grupos isopropilo por molécula de naftalensulfonato.

10 10. Un procedimiento según la reivindicación 8,  
donde el agente tensoactivo contiene por término medio alrededor de 2,5 grupos isopropilo por molécula de naftalensulfonato.

15 11. Un procedimiento según la reivindicación 1,  
donde la composición está dispersada en agua por debajo de unos 37°C, a una concentración comprendida entre el límite de solubilidad y alrededor del 12 % en peso de la triazina.

20 12. Se reivindica por último como objeto sobre el  
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:  
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA COMPOSICION HERBICIDA DE TRIAZINA DISPERSABLE EN AGUA.

25 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de vintiuna página mecanografiadas.

Madrid, 11 octubre 1.978

BERNARDO UNGRIA

P.P.

