

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

10 ES	11 NUMERO 484.471	10 A1
21	22 FECHA DE PRESENTACION 26-9-79	

**PATENTE DE INVENCION**

Concedido el Registro de acuerdo con los artículos que figuran en la presente Patente de Invención y el contenido de la Memoria adjunta.

30 PRIORIDADES: 31 NUMERO A 7031/78	32 FECHA 29 de septiembre de 1978	33 PAIS Austria
---	--------------------------------------	--------------------

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C07D 237/12//A01N 9/22	52 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

64 TITULO DE LA INVENCION

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCIÓN DE UN HERBICIDA A BASE DE DERIVADOS DE FENILPIRIDAZINA.

71 SOLICITANTE (S)

CHEMIE LINZ AKTIENGESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

St. Peter-Strasse 25, Linz, Austria.

72 INVENTOR (ES)

Dr. Erwin Wittman.  
Dr. Alfred Diskus.  
Ing. Engelbert Auer.

73 TITULAR (ES)

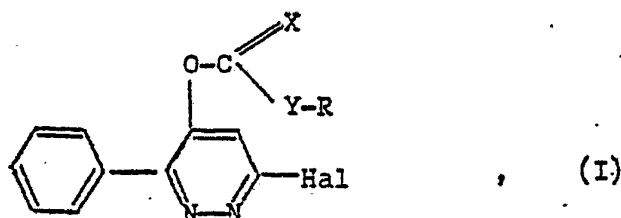
74 REPRESENTANTE

D. Jose Miguel Gómez-Acebo y Pombo

La invención se refiere a un procedimiento para la obtención de una nueva combinación de sustancia activa herbicida que se compone del derivado de fenilpiridazina, ya conocido y del 2- $\left\{ \left[ 4\text{-cloro-6-(etilamino)-S-triazin-2-il} \right] \text{amino} \right\}$ -2-metilpropionitrilo, asimismo ya conocido, que tiene un efecto selectivo y sinérgico especialmente alto para combatir las hierbas malas.

Ya es conocido (AT-PS 326 409), que las fenilpiridazinas de fórmula general

10



donde Hal significa un átomo de cloro o de bromo, R significa un resto alquilo de cadena recta o ramificada, con 1 hasta 18 átomos de carbono, o el resto fenilo, X significa un átomo de oxígeno o de azufre e Y significa un átomo de azufre, donde, en el caso de que X sea un átomo de azufre, Y también puede ser oxígeno, muestran propiedades herbicidas y se destacan por una compatibilidad muy buena para muchas plantas de cultivo, entre otros los cultivos de trigo.

15

Especialmente el compuesto 0- $\left[ 3\text{-fenil-6-cloro-piridazinil-(4)} \right]$ -S-(n-octil)-tiocarbonato se ha acreditado como medio para combatir las hierbas malas en los cultivos de trigo y de maíz (Diskus et al., Proc.9th British Weed Control Conf. 1976, Volumen 2, página 717).

20

Las fenilpiridazinas según la fórmula de arriba abarcan un amplio espectro de hierbas malas. En la aplicación práctica en terreno abierto se demostró, sin embargo, que algunas clases de hierbas malas, tales como, por ejemplo, Anthemis ar-

25

vensis y *Stellaria media* exigen unas dosificaciones de sustancia activa relativamente altas para lograr combatir las eficazmente. Esto es especialmente el caso cuando las hierbas malas se encuentran en un estado de desarrollo avanzado. Así, frecuentemente en el momento de pulverizar el herbicida el *Galium aparine* ya ha desarrollado brotes laterales, la *Stellaria media* se encuentra por regla general en un estado poco antes de florecer y también la *Anthemis arvensis* ha desarrollado en la mayoría de los casos ya más de 10 hojas verdaderas. Bajo estas condiciones se necesitan, para combatir eficazmente las hierbas malas, unas dosificaciones superiores a la de los ensayos modelo en los invernaderos.

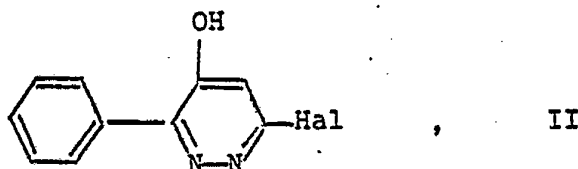
Por la publicación AT-PS 271 087 es asimismo, conocido que el compuesto 2-{[4-cloro-6-(etilamino)-S-triazin-2-il]amino}-2-metilpropionitrilo ("cianazinas") puede servir en los cultivos de trigo como herbicida en el procedimiento post-brote. La dosificación se ha de mantener, sin embargo, relativamente baja (0,25 hasta 0,5 kg de sustancia activa/ha), ya que cantidades mayores también dañan las plantas útiles. Con estas dosificaciones tan reducidas no son abarcadas algunas clases de hierbas malas, especialmente *Galium aparine*, una de las hierbas malas económicamente más importantes en los cultivos de trigo, o solo en forma insuficiente.

Se ha descubierto ahora que las mezclas de las sustancias activas del grupo de las fenilpiridazinas de fórmula I, especialmente el compuesto O-[3-fenil-6-cloro-piridazinil-(4)]-S-(n-octil)-tiocarbonato da con la sustancia activa 2-{[4-cloro-6-(etilamino)-S-triazin-2-il]amino}-2-metil-propionitrilo ("cianazinas"), un grado de eficacia herbicida que se encuentra considerablemente por encima de aquel grado de eficacia que hu-

biese sido de esperar de la suma de los efectos de ambos componentes individuales. Se trata de una potenciación de las propiedades herbicidas en el sentido de un sinergismo. Este efecto sinérgico en la mezcla de las sustancias activas mencionadas no era en forma alguna de prever y se ha de considerar como destacadamente sorprendente.

El objeto de la presente invención es, por lo tanto, un procedimiento para la obtención de un medio herbicida que se caracteriza porque la sal de un compuesto de fórmula

10



donde Hal significa cloro o bromo, se hace reaccionar en un disolvente orgánico volátil con un cloroformiato de fórmula



donde R significa un resto hidrocarburo de cadena recta o ramificada, con 1 hasta 18 átomos de carbono, y X e Y, independientes entre sí, significan oxígeno o azufre, pero donde ambos, sin embargo, no pueden significar simultáneamente oxígeno, la sal del ácido clorhídrico formada se retira por lavado con agua, el disolvente orgánico se separa, el residuo oleaginoso, que contiene agua, se seca, y, a continuación, se aplica en un mezclador sobre ácido silícico altamente disperso, habiéndose mezclado el ácido silícico, antes o después de la aplicación, con 2-  
 { [ 4-cloro-6-(etilamino)-S-triazin-2-il ] amino } -2-metilpropionitrilo, así como uno o varios humectantes o dispersantes y, en caso dado, con materiales de carga y de soporte, y a continua-

25

ción se moltura.

La reacción de la fenilpiridazina con el éster del ácido clorofórmico se efectúa dispersando una sal preparada en la forma usual de una fenilpiridazina de fórmula II, preferentemente la sal de una amina terciaria, alifática o cicloalifática, en un disolvente orgánico, inerte, volátil, tal como por ejemplo, sileno, cloroformo o heptano, y mezclando a temperatura ambiente con la cantidad molar de un éster de ácido clorofórmico de la fórmula III. Bajo aumento de la temperatura comienza a separarse la correspondiente sal del ácido clorhídrico, por ejemplo, el aminohidrocloruro. Mediante adición de agua y separación de la fase acuosa se retira la sal de la fase orgánica, en la que se encuentra en disolución el derivado de fenilpiridazina. Después de secar totalmente con nitrógeno caliente se pulveriza el aceite viscoso sobre ácido silícico altamente disperso y se mezcla. El ácido silícico puede contener ya la segunda sustancia activa, el 2-{4-cloro-6-(etilamino)-5-triazin-2-il}amino } -2-metilpropionitrilo, de manera que la obtención del medio herbicida se realiza en un solo proceso de trabajo.

Por el grado de eficacia herbicida incrementado, que supera un efecto simplemente aditivo, de estas mezclas de sustancias activas se obtienen considerables ventajas técnicas. Por una parte es posible reducir considerablemente las cantidades de aplicación de los distintos componentes por superficie tratada, por otra parte, se pueden abarcar mejor que hasta ahora las hierbas malas, tales como *Anthemis arvensis*, que con ninguno de los dos tipos de sustancias activas se podían combatir hasta ahora suficientemente en el terreno abierto. De entre los compuestos de fórmula I dan los compuestos

0- $\bar{3}$ -fenil-6-cloro-piridazinil-(4) $\bar{7}$ -S-(n-propil)-tiocarbonato,  
 0- $\bar{3}$ -fenil-6-cloro-piridazinil-(4) $\bar{7}$ -S-(n-butil)-tiocarbonato,  
 0- $\bar{3}$ -fenil-6-bromopiridazinil-(4) $\bar{7}$ -S-(n-butil)-tiocarbonato,  
 0- $\bar{3}$ -fenil-6-cloro-piridazinil-(4)-S-(n-dodecil)-tiocarbonato  
 5 en combinación con las cianazinas unos resultados muy ventajoso-  
 sos. Tiene especial preferencia la combinación de 0- $\bar{3}$ -fenil-  
 -6-cloro-piridazinil-(4) $\bar{7}$ -S-(n-octil)-tiocarbonato ("pirida-  
 tos") y cianazinas.

Una composición especialmente preferente de los me-  
 10 dios obtenidos según la presente invención se compone de

Sustancia activa según fórmula I	12 - 45 %
Cianazinas	3 - 20 %
Agentes de humectación y dispersión	5 - 15 %
Materiales de carga y de soporte inertes	ad 100

15 Esta formulación se suspende en agua para su aplicación. Puede  
 contener también otras sustancias activas conocidas, tales co-  
 mo herbicidas, fungicidas y reguladores del crecimiento. El  
 empleo de la combinación según la presente invención como medio  
 herbicida es posible en una serie de cultivos, tales como por  
 20 ejemplo cultivos de trigo o de maíz. La aplicación se efectua  
 por el procedimiento post-brote.

Las cantidades de aplicación de la combinación de  
 sustancias activas pueden variar entre un cierto margen. Depen-  
 de de la composición de la combinación de sustancias activas y  
 25 de la clase de las hierbas malas. Generalmente se emplea la sus-  
 tancia activa de fórmula general I en una cantidad de aplica-  
 ción de 0,25 hasta 1,5 kg/ha y la sustancia activa cianazina en  
 una cantidad de aplicación de 0,1 hasta 0,4 kg/ha.

Tiene especial preferencia el empleo de los medios según la presente invención en los cultivos de trigo donde la sustancia activa de fórmula I se emplea en una cantidad de aplicación de 0,5 hasta 1,5 kg/ha y la sustancia activa cianazina en una cantidad de aplicación de 0,1 hasta 0,4 kg/ha. Si se emplea la sustancia activa 0-[3-fenil-6-cloro-piridazinil-(4)]-S-(n-octil)-tiocarbonato en combinación con cianazinas, entonces se debiera combinar ésta convenientemente en una cantidad de aplicación de 0,5 kg/ha con como mínimo 0,3 kg/ha de cianazina para lograr combatir eficazmente las tres clases de hierbas malas *Galium aparine*, *Stellaria media* y *Anthemis arvensis*.

Especialmente ventajosa es una cantidad de aplicación de 0,75 kg/ha de la sustancia activa 0-[3-fenil-6-cloro-piridazinil-(4)]-S-(n-octil)-tiocarbonato en combinación con 0,3 kg/ha de cianazinas, con lo que el grado de eficacia herbicida en el caso de *Galium aparine* y *Stellaria media* ya alcanza un 100% y también el efecto contra *Anthemis arvensis* resulta totalmente satisfactorio.

Si se selecciona, por el contrario, la sustancia activa 0-[3-fenil-6-cloro-piridazinil-(4)]-S-(n-octil)-tiocarbonato en una cantidad de aplicación de 1 kg/ha, entonces ya 0,2 kg/ha de cianazinas son suficientes para destruir muy bien hasta excelentemente las tres hierbas malas. Si la cantidad de aplicación de 0-[3-fenil-6-cloro-piridazinil-(4)]-S-(n-octil)-tiocarbonato se eleva a 1,5 kg/ha, entonces ya 0,1 kg/ha de cianazinas es suficiente para producir un claro efecto sinérgico, por ejemplo, en *Anthemis arvensis*.

Especialmente ventajosa es para su empleo en cultivos de trigo una cantidad de aplicación de 1 kg/ha de 0-[3-fenil-6-cloro-piridazinil-(4)]-S-(n-octil)-tiocarbonato y de 0,2

hasta 0,3 kg/ha de cianazinas.

El efecto sinérgico de las mezclas de sustancias activas se expone en los siguientes ejemplos. Para calcular un efecto sinérgico se partió de que un efecto aditivo puro se calcula según la siguiente fórmula:

$$E = X + Y - \frac{X \cdot Y}{100}$$

(según Limpel, L.E., P.H.Schuldt, D.Lamont, 1962, Weed control by dimethyl tetrachlorotherephthalate alone and in certain combinations, Proc.NEWCC 16:48-53, basado en Gowing, D.P. 1960, Comments on test of herbicide mixtures, Weeds 8:379-391.)

E = el grado de eficacia herbicida a esperar (con efecto aditivo) (% de destrucción de hierbas malas) después de la aplicación de A+B con p+q kg de cantidad de aplicación/ha.

X = grado de eficacia (%) al emplear la sustancia activa con p kg/ha

Y = grado de eficacia (%) al emplear la sustancia activa B con q kg/ha

Si el valor hallado experimentalmente se encuentra por encima del valor calculado según la fórmula anterior, entonces existe un sinérgico, si el valor se encuentra por debajo existe un antagonismo.

De los resultados de las tablas 1 hasta 3 se desprende claramente que en casi todos los casos en la combinación de las sustancias activas I II el grado de eficacia herbicida (% de destrucción) se encuentra considerablemente por encima de los valores a esperar (calculados) por un efecto puramente adi-

tivo.

El aprovechamiento práctico de un sinergismo en la medida aquí señalada es extraordinariamente alto. Como es sabido se basa el esquema de evaluación E.W.R.C. para el grado de eficacia herbicida en una función exponencial aproximada entre el grado de eficacia (% de destrucción) y el correspondiente número de valor (evaluación) en el sentido de que en el terreno práctico una destrucción entre un 85 y 100% se evalúa considerablemente más diferenciada que en el margen económicamente no interesante entre un 0 y 85% de destrucción (vease la tabla 4).

Una elevación del grado de eficacia en la zona superior es por lo tanto considerablemente más importante que en la zona inferior. Una mejora del grado de eficacia de por ejemplo un 95% a un 100% (+5%) equivale a una mejora en dos notas de bonificación, mientras que una elevación del grado de eficacia, por ejemplo, de un 70% a un 80% (+10%) corresponde solo a un escalón de evaluación y, además, prácticamente tiene poca importancia (tanto un 70% como también un 80% de destrucción se consideran aún como no suficientes).

Como se aprecia de los ejemplos se ven sin embargo, especialmente en las zonas entre un 85% y un 100% de destrucción, en todos los casos unas elevaciones sinérgicas de la eficacia en una medida económicamente importante.

EJEMPLO 1:

63 kg (204 moles) de la sal de trietilamina de la 3-fenil-4-hidroxi-6-cloropiridazina se suspendieron a temperatura ambiente en 200 l. de xileno y se mezclaron con 40 kg (191 moles) de éster de ácido S-n-octiltiocloroformico en una sola tanda. La temperatura subió de 17°C a 32°C. Después de agitar durante

75 minutos se introdujeron 60 l de agua, la mezcla de reacción se agitó durante otros 15 minutos y a continuación se dejó sedimentar para separar las fases. La fase acuosa se separó y la orgánica que quedaba se lavó ulteriormente dos veces, cada una con 40 l de agua. La fase xilénica se alimentó a continuación por la cabeza de una columna de cuerpos de relleno de anillos de Raschig y se trató en contracorriente con vapor de agua. El xileno destiló cuantitativamente por la parte superior. El producto de pié oleginoso se introdujo finalmente por la cabeza de otra columna de cuerpos de relleno de anillos de Raschig, provista de calefacción envolvente, y se secó en contracorriente con nitrógeno a 100°C.

Bajo mezcla intensa se pulverizaron entonces en el transcurso de 60-80 minutos 40 kg de los 68,8 kg de 0-[3-fenil-6-cloro-piridazinil-(4)]-S-(n-octil)-tiocarbonato formados sobre una mezcla homogénea de 8,2 g de 2-{[4-cloro-6-(etilamino)-S-triazin-2-il]-amino}-2-metil-propionitrilo, 2 kg de dialquilarilsulfonato sodico, 4 kg de oleilmetiltaurida sodica, 4,8 kg de creta de Champagne y 41 kg de ácido silícico altamente disperso. Después de la introducción se agitó aún durante 10 minutos y a continuación se molturó en un molino. El producto formado tiene la siguiente composición

Piridatos industriales	40,0 %
(corresponden a un 36% de piridatos puros)	
Cianazinas industriales (al 97,5%)	
corresponde a un 8% de cianazinas puras)	8,2 %
Dialquilarilsulfonato sódico	2,0 %
Oleilmetiltaurida sódica	4,0 %
Creta de Champagne	4,8 %

Ácido silfícico altamente disperso 41,0 %

EJEMPLO 2:

612 g (2 moles) de la sal trietilamínica de la 3-fenil-4-hidroxi-6-cloropiridazina se suspendieron en 2,5 l de  $\text{CHCl}_3$  y a temperatura ambiente se mezcló en una sola vez con 296 g (1,94 moles) de éster de ácido S-n-butiltioclorofórmico. La mezcla de reacción se calentó a  $35^\circ\text{C}$ . Se agitó durante 2 horas y la fase orgánica se lavó a continuación 4 veces, cada una con 1 l de agua. La fase de  $\text{CHCl}_3$  se alimentó a continuación por la cabeza de una columna de cuerpos de relleno y se trató en contracorriente con vapor de agua, separándose por destilación a través de la cabeza cuantitativamente el  $\text{CHCl}_3$ . El producto de pie oleaginoso se introdujo a continuación por la cabeza de otra columna de cuerpos de relleno y se secó en contracorriente con nitrógeno. En un mezclador se vertieron entonces bajo mezcla intensa 304 g de los 477 g de O-[3-fenil-6-cloropiridazinil-(4)-S-(n-butyl)-tiocarbonato formados a 350 g de ácido silfícico altamente disperso en el transcurso de 20 minutos. A este concentrado de sustancias activas se le agregaron entonces 147 g de 2-[4-cloro-6-(etilamino)-S-triazin-2-il-7-amino]-2-metil-propionitril, 50 g de laurilsulfato sódico, 50 g de una sal sódica de un producto de condensación de ácido fenolsulfónico, 50 g de creta de Champagne y 49 g de ácido silfícico altamente disperso, toda la formulación se agitó durante 10 minutos y a continuación se molturó.

El producto formado tiene la siguiente composición:

O-(3-fenil-6-cloro-piridazinil-(4)-  
-S-(n-butyl)-tiocarbonato industrial 30,4 %  
(corresponde a un 27,4 % de sustancia activa pura)

	Cianazinas industriales (al 97,5 %)	
	(corresponde a un 14,3 % de cianazinas puras)	14,7 %
	Laurilsulfato sódico	5,0 %
	Sal sódica de un producto de condensación	
5	de ácido fenolsulfónico	5,0 %
	Creta de Champagne	5,0 %
	Ácido silícico altamente disperso	39,9 %

EJEMPLO 3:

10 487 g (0,69 moles) de la sal tributilamínica de 3-fenil-4-hidroxi-6-cloropiridazinas se suspendieron en 800 cc de n-heptano y a temperatura ambiente se mezcló con 243 g (0,69 moles) de éster de ácido S-n-heptiltiocloroformico. Después de agitar durante 2 horas a 40- 50°C se agitó la mezcla de reacción pastosa 2 veces, cada una con 350 g de agua, la fase orgánica se

15 lavó 2 veces con agua, se alimentó por la parte superior de una columna de cuerpos de relleno y se trató en contracorriente con vapor de agua. El n-heptano destiló cuantitativamente por la parte superior. El producto de pie oleinoso se introdujo finalmente por la parte superior de otra columna de cuerpos de relleno provista de calefacción envolvente y se secó en

20 contracorriente con nitrógeno a 100°C. Los 321 g del O-[3-fenil-6-cloro-piridazinil-(4)-S-(n-octil)-tiocarbonato oleinoso formados se pulverizaron a continuación en un mezclador sobre 321 g de ácido silícico altamente disperso y se mezcló íntima-

25 mente. A este concentrado al 50 % se agregaron a continuación 103 g de 2-[4-cloro-6-(etilamino)-S-triazin-2-il]-amino } -2-metil-propionitrilo, 40 g de dodecibencenosulfonato sódico, 30 g de ligninsulfonato sódico, 130 g de creta de Champagne y otros 55 g de ácido silícico altamente disperso, se mezcló in-

tivamente durante 15 minutos y a continuación se molturó.

El producto formado tiene la siguiente composición:

	0- $\overline{3}$ -fenil-6-cloro-piridazinil-(4) $\overline{7}$ -S-	
	-(n-heptil)-tiocarbonato industrial	
5	(correspondiente a un 28,9% de sustancia activa pura)	32,1 %
	Cianazinas industriales (al 97,5%	
	(correspondientes a un 10% de cianazinas puras)	10,3 %
	Dodecibencenosulfonato sódico	4,0 %
	Ligninsulfonato sódico	3,0 %
10	Creta de Champagne	13,0 %
	Ácido silícico altamente disperso	37,6 %

EJEMPLO 4:

En una superficie de ensayo de terreno abierto se sembraron independientemente según clases:

- 15 Anthemis arvensis  
Galium aparine  
Stellaria media.

Después de haber brotado las hierbas malas éstas se encontraban en todos los estados de desarrollo en los cuales se han de combatir generalmente en los cultivos del trigo con los herbicidas, se pulverizaron los componentes de las sustancias activas según la presente invención en distintas cantidades de aplicación, solas y en mezcla, en parcelas de en cada caso 1 m<sup>2</sup>. El compuesto 0- $\overline{3}$ -fenil-6-cloro-piridazinil-(4) $\overline{7}$ -S-

25 -(n-octil)-tiocarbonato se empleó aquí en la siguiente preparación:

50 % en peso de la correspondiente sustancia activa  
2 % en peso de alquilarilsulfonato sódico

4 % en peso de oleilmetiltaurida sódica y

44 % en peso de ácido silícico

El compuesto, 2-{[4-cloro-6-(etilamino)-S-triazin-2-il]-7-amino}

-2-metil-propionitrilo se empleó en la siguiente preparación:

5 50 % en peso de sustancia activa

40 % en peso de kaolina

10 % en peso de agente de humectación y dispersión

Después de 4 semanas se recolectaron las hierbas malas aún presentes en las parcelas, también separadas según clases, y se comprobó su peso en fresco. En igual forma determinó ponderalmente la presencia de hierbas malas en las parcelas de control sin tratar. El resto de las hierbas malas en las parcelas tratadas se puso en relación con las hierbas malas en las parcelas sin tratar y de esta manera se determinó el correspondiente grado de eficacia herbicida ( % de destrucción). Estos valores se comprobaron entonces en el caso de la mezcla de productos a base de la fórmula según Limpel et al. con respecto a eventuales efectos sinérgicos.

T a b l a 1

Grado de eficacia herbicida (% de destrucción)

	kg de sus tancia ac tiva/ha	Anthemis arvensis hallado	Galium aparine hallado	Stellaria media hallado
0-(3-fenil-6-clo- ro-piridazinil-4)- (n-octil)-tiocar- bonato	0,25	14	38	12
	0,50	44	66	60
= I	0,75	55	75	76
	1,00	70	91	82
	1,50	83	97	98
2-(4-cloro-6-etil amino-S-triazin-2- il-amino)-2-metil- propionitrilo	0,10	20	43	10
	0,20	43	70	35
=II	0,30	60	76	63
	0,40	78	79	78

Tabla 2

## Grado de eficacia herbicida (% de destrucción)

	kg de sustancia activa/ha	Anthemis arvensis			Galium aparine			Stellaria media		
		hallado	calculado	Diferencia entre hallado y calculado	hallado	calculado	Diferencia entre hallado y calculado	hallado	calculado	Diferencia entre hallado y calculado
I + II	0,25+0,10	39	31	+ 8	80	65	+ 15	38	21	+ 17
	+ 0,20	58	64	- 6	86	82	+ 4	72	43	+ 29
	+ 0,30	77	80	- 3	91	85	+ 6	85	68	+ 17
	+ 0,40	91	92	- 1	90	87	+ 3	100	81	+ 19
I + II	0,50+0,10	51	53	- 2	89	81	+ 8	75	64	+ 11
	+ 0,20	68	68	0	95	90	+ 5	80	74	+ 6
	+ 0,30	84	78	+ 6	99	92	+ 7	94	85	+ 9
	+ 0,40	93	88	+ 5	99	93	+ 6	100	91	+ 9
I+II	0,75+0,10	60	64	- 4	93	86	+ 7	88	79	+ 9
	+ 0,20	88	75	+ 7	99	93	+ 6	100	85	+ 15
	+ 0,30	94	82	+12	100	94	+ 6	100	91	+ 9
	+ 0,40	98	90	+ 8	100	95	+ 5	100	95	+ 5

Tabla 3

## Grado de eficacia herbicida (% de destrucción)

	kg de sustancia activa/ha	Anthemis arvensis			Galium aparine			Stellaria media		
		hallado	calculado	Diferencia entre hallado y calculado	hallado	calculado	Diferencia entre hallado y calculado	hallado	calculado	Diferencia entre hallado y calculado
I+II	1,0+0,1	88	76	+ 12	97	95	+ 2	95	84	11
	+ 0,2	99	83	+ 16	99	98	+ 1	100	89	11
	+ 0,3	96	88	+ 8	100	98	+ 2	100	94	6
	+ 0,4	100	93	+ 7	100	99	+ 1	100	96	4
I+II	1,5+0,1	96	86	+ 10	100	98	+ 2	100	99	1
	+ 0,2	96	90	+ 6	100	99	+ 1	100	100	0
	+ 0,3	100	93	+ 7	100	99	+ 1	100	100	0
	+ 0,4	100	96	+ 4	100	99	+ 1	100	100	0

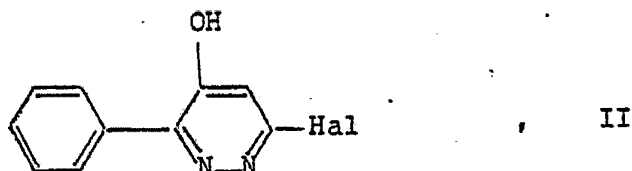
Tabla 4:Esquema de evaluación E.W.R.C.

Nº de valor	Destrucción de hierbas malas	Eficacia de un preparado
1	100 %	excelente
2	97,5 %	muy buena
3	95 %	buena
4	90 %	satisfactoria
5	85 %	aún suficiente
6	75 %	insuficiente
7	65 %	reducida
8	32,5 %	muy reducida
9	0	ninguna

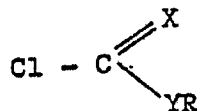
Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental.

Reivindicaciones

1. Procedimiento para la obtención de un herbicida a base de derivados de fenilpiridazina, caracterizado porque la sal de un compuesto de fórmula



donde Hal significa cloro o bromo, se hace reaccionar en un disolvente orgánico volátil con un cloroformiato de fórmula



10 donde R significa un resto hidrocarburo de cadena recta o ramificada, con 1 hasta 18 átomos de carbono, y X e Y, independientes entre sí, significan oxígeno o azufre, pero donde ambos, sin embargo, no pueden significar simultáneamente oxígeno, la sal del ácido clorhídrico formada se retira por lavado con agua, el disolvente orgánico se separa, el residuo oleaginoso, que contiene agua, se seca y, a continuación, se aplica en un mezclador sobre ácido silícico altamente disperso, ha-  
15 biéndose mezclado el ácido silícico antes o después de la aplicación, con 2-{[4-cloro-6-(etilamino)-s-triazin-2-il]-amino}-2-metilpropionitrilo así como uno o varios humectantes o dispersantes y, en caso dado, con materiales de carga y de soporte, y a continuación se moltura.

20 2. Procedimiento para la obtención de un herbicida a base de derivados de fenilpiridazina, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

9                    Esta Memoria consta de 18 hojas escritas a máquina por  
una sola cara.

Madrid,            -7 DIC. 1978

CHEMIE LINZ AKTIENGESELLSCHAFT

J. M. GOMEZ ADEBO Y ROMBO

a. p. Firmado J. Sotoca Díaz

