



(19) INSTITUTO NACIONAL  
DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL  
PORTUGAL

(11) *Número de Publicação:* PT 101563 B

(51) *Classificação Internacional:* (Ed. 6)

C07D257/04 A

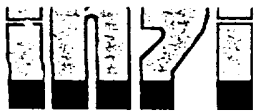
A01N043/713 B

A01N047/38 B

(12) *FASCÍCULO DE PATENTE DE INVENÇÃO*

|                                                                                                                                   |                  |                            |                                                                                                      |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------|----------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| (22) <i>Data de depósito:</i>                                                                                                     | 1994.08.18       | (73) <i>Titular(es):</i>   | NIHON BAYER AGROCHEM K.K.<br>4-10-8 TAKANAWA, MINATO-KU, TOKYO JP                                    |
| (30) <i>Prioridade:</i>                                                                                                           |                  |                            |                                                                                                      |
| (43) <i>Data de publicação do pedido:</i>                                                                                         | 1996.02.29       | (72) <i>Inventor(es):</i>  | TOSHIO GOTO JP<br>SEISHI-ITO JP<br>YUKIYOSHI WATANABE JP<br>SHIN-ICHI NARABU JP<br>AKIHIKO YANAGI JP |
| (45) <i>Data e BPI da concessão:</i>                                                                                              | 01/98 1998.01.27 | (74) <i>Mandatário(s):</i> | AMÉRICO DA SILVA CARVALHO<br>RUA CASTILHO 201 3º AND. ESQ. 1070 LISBOA PT                            |
| (54) <i>Epígrafe:</i> TETRAZOLINONAS HERBICIDAS, COMPOSIÇÕES HERBICIDAS QUE AS CONTEM E MÉTODO PARA COMBATER VEGETAÇÃO INDESEJADA |                  |                            |                                                                                                      |
| (57) <i>Resumo:</i>                                                                                                               |                  |                            |                                                                                                      |

[Fig.]

INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL  
DIRECÇÃO DE SERVIÇOS DE PATENTESCAMPO DAS CEBOLAS, 1100 LISBOA  
TEL.: 888 51 51 / 2/3 TELEX: 18356 INPI  
TELEFAX: 87 53 08

## FOLHA DO RESUMO

|                       |     |                      |                                  |
|-----------------------|-----|----------------------|----------------------------------|
| Modalidade e n.º (11) | T D | Data do pedido: (22) | Classificação Internacional (51) |
| 101563                |     |                      |                                  |

Requerente (71):

NIHON BAYER AGROCHEM K.K., japonesa, industrial, com sede em 4-10-8, Takanawa, Minato-Ku, Tokyo, Japão

Inventores (72):

TOSHIO GOTO, SEISHI ITO, YUKIYOSHI WATANABE, SHIN-ICHI NARABU, AKIHIKO YANAGI

Reivindicação de prioridade(s) (30)

Figura (para interpretação do resumo)

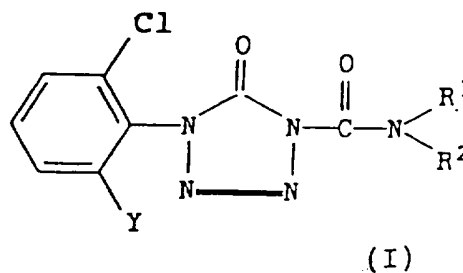
Data do pedido

País de Origem

N.º de pedido

Epigrafe: (54)

"TETRAZOLINONAS HERBICIDAS, COMPOSIÇÕES HERBICIDAS QUE AS CONTEM E MÉTODO PARA COMBATER VEGETAÇÃO INDESEJADA"



Resumo: (máx. 150 palavras) (57)

A presente invenção refere-se a novas tetrazolinonas herbicidas da fórmula

(I)

na qual

Y representa hidrogénio, cloro ou metilo,

R<sup>1</sup> representa etilo ou n-propilo eR<sup>2</sup> representa ciclopentilo ou ciclo-hexilo, com a condição de o número total de átomos de carbono de R<sup>1</sup> e R<sup>2</sup> ser 7 ou 8. Podem ser misturadas com outros herbicidas.

A invenção compreende ainda composições herbicidas que as contêm e método para combater vegetação indesejada empregando essas composições herbicidas.

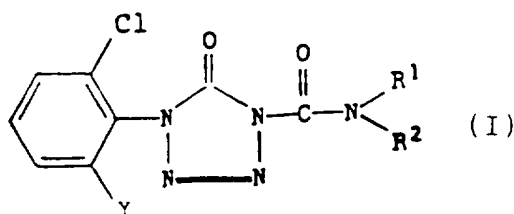
## D E S C R I Ç Ã O

## "TETRAZOLINONAS HERBICIDAS, COMPOSIÇÕES HERBICIDAS QUE AS CONTÉM E MÉTODO PARA COMBATER VEGETAÇÃO INDESEJADA"

A presente invenção refere-se a novas tetrazolinonas, a um processo para a sua preparação e à sua utilização como herbicidas para campos alagados de cultura do arroz.

Já foi divulgado que derivados de tetrazolinona têm propriedades herbicidas (ver patentes norte-americanas números 4 956 469, 5 003 075 e 5 019 152 ou os correspondentes pedidos de patente europeia EP-A-146 279 e EP-A-202 929).

Descobriram-se agora novas tetrazolinonas da fórmula (I)



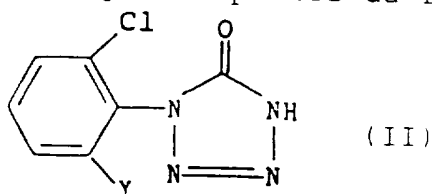
na qual

Y representa hidrogénio, cloro ou metilo,

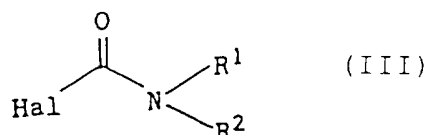
R<sup>1</sup> representa etilo ou n-propilo e

R<sup>2</sup> representa ciclopentilo ou ciclo-hexilo, com a condição de o número total de átomos de carbono de R<sup>1</sup> e R<sup>2</sup> ser 7 ou 8.

Os compostos da fórmula (I) podem ser obtidos por um processo no qual se fazem reagir compostos da fórmula (II)



com compostos da fórmula (III)



na qual

Hal é um grupo que se elimina, tal como cloro, bromo ou semelhante,

na presença de um dissolvente inerte e, se for apropriado, na presença de um agente de ligação de ácidos.

As novas tetrazolinonas (I) possuem propriedades herbicidas poderosas, em particular, contra ervas daninhas de campos alagados de cultura do arroz.

Muito embora os compostos da fórmula (I) de acordo com a invenção estejam incluídos dentro do âmbito das patentes norte-americanas e europeias acima mencionadas, os compostos da fórmula (I) não foram especificamente referidos nessas patentes. E, surpreendentemente, os compostos da fórmula (I) possuem uma muito maior acção herbicida contra ervas daninhas dos campos alagados de cultura do arroz do que os especificamente conhecidos a partir das referências.

Entre os compostos da fórmula (I), de acordo com a invenção, os compostos preferidos são aqueles em que

Y representa hidrogénio ou metilo.

Especificamente, mencionam-se os seguintes compostos, em adição aos compostos referidos nos Exemplos:

1-(2-clorofenil)-4-(N-ciclopentil-N-etilcarbamoil)-5(4H)-tetrazolinona,

1-(2-clorofenil)-4-(N-ciclopentil-N-n-propilcarbamoil)-5(4H)-tetrazolinona,

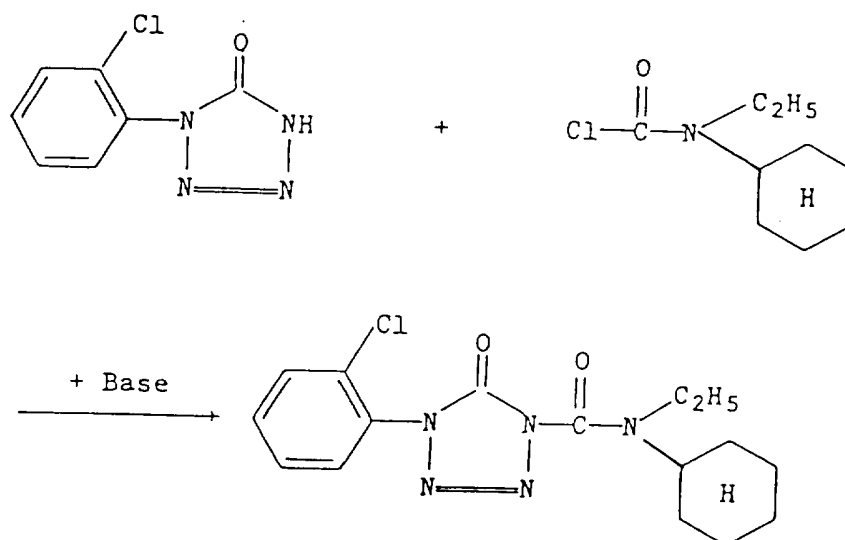
1-(2-clorofenil)-4-(N-ciclo-hexil-N-etilcarbamoil)-5(4H)-tetrazolinona,

1-(2-cloro-6-metilfenil)-4-(N-ciclopentil-N-n-propilcarbamoil)-5(4H)-tetrazolinona e

*Handwritten signature*

1-(2-cloro-6-metilfenil)-4-(N-ciclo-hexil-N-etilcarbamoil)-5-(4H)-tetrazolinona.

Se, no processo acima citado, se utilizam como materiais de partida por exemplo 1-(2-clorofenil)-5(4H)-tetrazolinona e cloreto de N-ciclo-hexil-N-etilcarbamoilo, a reacção pode ser representada pela seguinte equação química



Os compostos de partida podem ser preparados de maneira semelhante à descrita em "The Journal of Organic Chemistry", Vol. 45, No. 21, 1980, páginas 5130 - 5136 ou "The Journal of American Chemical Society", Vol. 81, No. 7, 1980, páginas 3076 - 3079.

Como exemplos de compostos de fórmula (II), podem-se mencionar os seguintes:

- 1-(2-clorofenil)-5(4H)-tetrazolinona,
- 1-(2-cloro-6-metilfenil)-5(4H)-tetrazolinona e
- 1-(2,6-diclorofenil)-5(4H)-tetrazolinona.

Os compostos de fórmula (III) são conhecidos no campo da química orgânica. Como seus exemplos específicos, podem-se mencionar:

cloreto de N-ciclopentil-N-etilcarbamoílo,  
cloreto de N-ciclopentil-N-n-propilcarbamoílo e  
cloreto de N-ciclo-hexil-N-etilcarbamoílo.

Na realização do processo acima mencionado, podem-se utilizar quaisquer dissolventes orgânicos inertes como diluentes adequados.

São exemplos desses diluentes hidrocarbonetos alifáticos, cicloalifáticos e aromáticos, opcionalmente clorados, tais como pentano, hexano, ciclo-hexano, éter de petróleo, ligroína, benzeno, tolueno, xileno, diclorometano, clorofórmio, tetracloro de carbono, 1,2-dicloro-etano, clorobenzeno, diclorobenzeno e semelhantes; éteres tais como éter dietílico, éter metiletílico, éter diisopropílico, éter dibutílico, dioxano, dimetoxietano (DME), tetra-hidro-furano (THF), éter dietilenoglicoldimetílico (DGM) e semelhantes; nitrilos tais como acetonitrilo, propionitrilo e semelhantes; amidas de ácidos tais como dimetilformamida (DMF), dimetilacetamida (DMA), N-metilpirrolidona, 1,3-dimetil-2-imidazolidinona, triamida hexametilfosfórica (HMPA) e semelhantes; sulfonas e sulfóxidos tais como sulfóxido de dimetilo (DMSO), sulfolano e semelhantes; e bases como piridina.

O processo acima mencionado pode ser realizado na presença de um agente de ligação de ácidos tais como, por exemplo, bases inorgânicas que incluem hidróxidos, carbonatos, bicarbonatos, alcoolatos e hidretos de metais alcalinos, tais como hidrogenocarbonato de sódio, hidrogenocarbonato de potássio, carbonato de sódio, carbonato de potássio, hidróxido de lítio, hidróxido de sódio, hidróxido de potássio, hidróxido de cálcio, metóxido de sódio, metóxido de potássio, t-butóxido de potássio, hidreto de lítio,

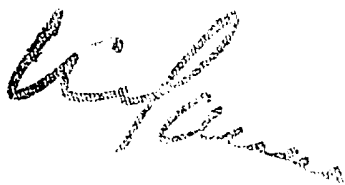
hidreto de sódio, hidreto de potássio e semelhantes; amidas inorgânicas de metais alcalinos tais como amida de lítio, amida de sódio, amida de potássio e semelhantes; e bases orgânicas que incluem aminas terciárias, dialquilaminoanilinas e piridinas tais como trietilamina, -1,1,4,4-tetrametiletilenodiamina (TMEDA), N,N-dimetilanilina, N,N-diethylanilina, piridina, 4-dimetilaminopiridina (DMAP), 1,4-diazabicyclo[2,2,2]octano (DABCO), 1,8-diazabicyclo[5,4,0]undec-7-eno (DBU) e semelhantes. Além disso, podem-se usar compostos orgânicos de lítio tais como, por exemplo, metil-lítio, n-butil-lítio, s-butil-lítio, t-butil-lítio, fenil-lítio, dimetil cobre lítio, diisopropilamida de lítio, ciclo-hexilisopropilamida de lítio, diciclo-hexilamida de lítio, n-butil-lítio.DABCO, n-butil-lítio. DBU, n-butil-lítio. TMEDA e semelhantes.

No processo acima mencionado, a temperatura de reacção pode variar dentro de um intervalo substancialmente largo. Em geral, a reacção realiza-se a uma temperatura compreendida entre cerca de  $-30^{\circ}\text{C}$  e cerca de  $200^{\circ}\text{C}$ , preferivelmente entre cerca de  $-20^{\circ}\text{C}$  e cerca de  $130^{\circ}\text{C}$ .

Além disso, a reacção realiza-se sob a pressão normal, muito embora seja também possível empregar uma pressão mais alta ou menor que a pressão normal.

Quando se efectua o processo acima mencionado, podem utilizar-se, por exemplo, entre 1,0 e 1,2 moles do composto da fórmula (III) num diluente tal como acetonitrilo, por exemplo, por mole do composto da fórmula (II) na presença de 1 a 1,2 quantidades molares do agente de ligação de ácidos para se obter o composto pretendido.

Os compostos representados pela fórmula geral (I) de acordo com a presente invenção podem ser utilizados como herbicidas



para controlar a presença de ervas daninhas dos campos alagados de cultura do arroz.

Além disso, descobriu-se que uma actividade herbicida especialmente alta pode ser exibida por composições herbicidas mistas que compreendem, como componentes activos, os compostos representados pela fórmula geral (I) de acordo com a presente invenção em conjunto com pelo menos um membro escolhido do grupo que consiste em sulfonamidas herbicidamente activas, pirazóis herbicidamente activos, propionanilidas herbicidamente activas, triazinas herbicidamente activas, carbamatos herbicidamente activos, éteres difenilicos herbicidamente activos e amidas de ácidos herbicidamente activas.

Surpreendentemente, verificou-se que as composições herbicidas mistas de acordo com a presente invenção possuem efeitos herbicidas substancialmente maiores do que a soma dos efeitos herbicidas que podem ser apresentados individualmente pelos respectivos componentes herbicidamente activos e, como resultado, a concentração de cada um dos compostos activos pode ser substancialmente diminuída quando se realizam na prática operações de controlo de ervas daninhas, enquanto ao mesmo tempo se pode obter um largo espectro herbicida. Além disso, verificou-se que as composições herbicidas de acordo com a presente invenção podem dilatar o período de possível aplicação, por exemplo, na cultura do arroz em terrenos alagados e possuir excelentes efeitos herbicidas durante um período de tempo desde a fase precoce de emergência das ervas daninhas até à fase de desenvolvimento das ervas daninhas, com duração prolongada de actividade e excelente efeito residual, bem como excelentes efeitos herbicidas isentos de fitotoxicidade sobre as plantas de arroz.



Como exemplos específicos das sulfonamidas herbicidas a ser empregadas nas presentes composições herbicidas mistas, podem-se mencionar por exemplo,

N-2-bifenililsulfonil-N'-(4,6-dimetoxi-1,3,5-triazin-2-il)-ureia,

5-[3-(4,6-dimetoxipirimidin-2-il)-ureidossulfonil]-1-metilpirazolo-4-carboxilato de etilo,

2-[3-(4,6-dimetoxipirimidin-2-il)-ureidossulfonilmetil]-benzoato de metilo,

3-(4,6-dimetoxi-1,3,5-triazin-2-il)-1-[2-(2-metoxietoxi)-fenilsulfonil]-ureia,

N-(2-cloroimidazolo[1,2-a]piridin-3-ilsulfonil)-N'-(4,6-dimetoxi-2-pirimidil)-ureia,

N'-(4,6-dimetoxipirimidin-2-il)-N''-(4-metilfenilsulfonilamino)-N'''-(4-etoxicarbonil-1-metilpirazol-5-ilsulfonil)-guanidina e

N-(2-ciclopropilcarbonilfenilsulfamoil)-N'-(4,6-dimetoxipiridin-2-il)-ureia.

Os compostos acima mencionados são também conhecidos na técnica (ver publicação da patente japonesa N<sup>o</sup>. 481/1984 e pedidos publicados das patentes japonesas N<sup>os</sup>. 112379/1982, 56452/1982, 122488/1984, 38091/1989 e 70475/1989).

Como exemplos específicos dos pirazóis herbicidamente activos a ser empregados na presente invenção podem mencionar-se, por exemplo,

4-(2,4-diclorobenzoil)-1,3-dimetilpirazol-5-il-p-toluenosulfonato,

2-[4-(2,4-diclorobenzoil)-1,3-dimetilpirazol-5-il]-acetofenona e

2-[4-(2,4-dicloro-m-toluoil)-1,3-dimetilpirazol-5-iloxi]-4-metilacetofenona.

Como exemplos específicos das propionanilidas a ser empregadas na presente invenção, podem mencionar-se, por exemplo,

2-(beta-naftiloxi)-propionanilida e  
(RS)-2-(2,4-dicloro-m-toliloxi)-propionanilida.

Como exemplos específicos das triazinas herbicidamente activas a serem empregadas na presente invenção podem-se mencionar, por exemplo,

2,4-bis-(etilamino)-6-(metilamino)-1,3,5-triazina e  
2-etilamino-4-(1,2-dimetilpropilamino)-6-metiltio-1,3,5-triazina.

Como exemplos específicos dos carbamatos herbicidamente activos, podem-se mencionar, por exemplo,

S-p-clorobenzildietiltiocarbamato,  
S-1-metil-1-feniletilpiperidino-1-carbotioato e  
S-benzil-1,2-dimetilpropil-(etil)-tiocarbamato.

Como exemplos dos éteres difenílicos herbicidamente activos a ser empregados na presente invenção podem-se mencionar, por exemplo,

éter 2,4,6-triclorofenil-4'-nitrofenílico e  
éter 2,4-diclorofenil-3'-metoxi-4'-nitrofenílico.

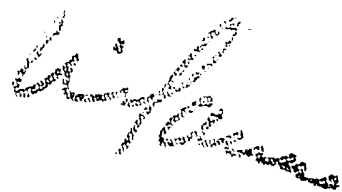
Como exemplo das amidas de ácidos herbicidamente activas a ser empregadas na presente invenção pode-se mencionar, por exemplo,

(RS)-2-bromo-N-(alfa,alfa-dimetilbenzil)-3,3-dimetilbutiramida.

Os compostos activos acima mencionados são conhecidos como sendo herbicidamente activos e são divulgados em "Pesticide Manual", 1991, publicado por The British Crop Protection Council.

Nas composições herbicidas mistas de acordo com a presente invenção, a proporção em peso dos componentes activos pode variar dentro de um intervalo relativamente largo.

Em geral, por uma parte em peso do composto representado pela fórmula geral (I), podem-se utilizar as sulfonamidas



herbicidas numa quantidade compreendida entre 0,01 e 2 partes em peso, preferivelmente, entre 0,05 e 1 parte em peso; os pirazóis herbicidamente activos, numa quantidade compreendida entre 2,5 e 35 partes em peso, preferivelmente, entre 3 e 15 partes em peso; as propionanilidas herbicidamente activas, numa quantidade compreendida entre 0,6 e 50 partes em peso, preferivelmente, entre 2,0 e 28 partes em peso; as triazinas herbicidamente activas, numa quantidade compreendida entre 0,06 e 10 partes em peso, preferivelmente, entre 0,15 e 6 partes em peso; os carbamatos herbicidamente activos, numa quantidade compreendida entre 3 e 15 partes em peso, preferivelmente, entre 5 e 10 partes em peso; os éteres difenílicos herbicidamente activos, numa quantidade compreendida entre 5 e 35 partes em peso, preferivelmente, entre 7 e 15 partes em peso; e as amidas de ácido herbicidamente activas, numa quantidade compreendida entre 3,5 e 25 partes em peso, preferivelmente, entre 4,0 e 10 partes em peso, respectivamente.

As composições mistas de acordo com a presente invenção possuem uma forte actividade herbicida; portanto, as composições acima mencionadas podem ser utilizadas como composições herbicidas e podem ser vantajosamente utilizadas como composições herbicidas selectivas para arroz cultivado em terreno alagado.

Os agente herbicidas e as composições mistas de acordo com a presente invenção podem ser aplicados, por exemplo, para as seguintes ervas daninhas de terrenos alagados:

Dicotiledóneas dos seguintes géneros: Polygonum, Rorippa, Rotala, Lindernia, Bidens, Dopatrium, Eclipta, Elatine, Gratiola, Lindernia, Ludwigia, Oenanthé, Ranunculus,

Deinostoma.

Monocotiledóneas dos seguintes géneros: Echinochloa, Panicum, Poa, Cyperus, Monochoria, Fimbristylis, Sagittaria, Eleocharis, Scirpus, Alisma, Aneilema, Blyxa, Eriocaulon, Potamogeton.

Os agentes herbicidas e as composições mistas de acordo com a presente invenção podem ser aplicados especificamente, por exemplo, às seguintes ervas daninhas de terrenos alagados em campos alagados:

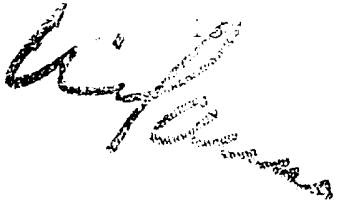
| Nomes botânicos                            | Nomes em latim                           |
|--------------------------------------------|------------------------------------------|
| <u>Dicotiledóneas</u>                      |                                          |
| Rotala índica                              | Rotala indica Koehne                     |
| Falso morrião                              | Lindernia procumbens Philcox             |
| Falsa lisimáquia                           | Ludwigia prostrata Roxburgh              |
| Potamogeto de folhas largas                | Potamogeton distinctus A. Benn           |
| Erva de água americana                     | Elatine Triandra Schk                    |
| Filipêndula                                | Oenanthe javanica                        |
| <u>Monocotiledóneas</u>                    |                                          |
| Milhã pé-de-galo                           | Echinochloa oryzicola vasing             |
| Monocória                                  | Monochoria vaginalis Presl               |
| Matsubai                                   | Eleocharis acicularis L.                 |
| Castanha de água                           | Eleocharis Kuroguwai Ohwi                |
| Junça                                      | Cyperus difformis L.                     |
| Mizugaiatsuri                              | Cyperus serotinus Rottboel               |
| Uricava                                    | Sagittaria pygmaea Miq                   |
| Tanchagem de água de fo-<br>lhas estreitas | Alisma canaliculatum A. Br. et<br>Bouche |
| Junco                                      | Scirpus juncoides Roxburgh               |

No entanto, a aplicação dos agentes herbicidas e das composições mistas de acordo com a presente invenção não se limita às ervas daninhas acima mencionadas mas a aplicação

pode efectuar-se igualmente também a outras ervas daninhas das terras baixas que se desenvolvem nos campos alagados. O presente agente herbicida e as composições mistas podem ser incorporados em quaisquer formulações convencionais. Como formulações podem-se mencionar, por exemplo, um agente líquido, uma emulsão, um agente hidratado, uma suspensão, um agente em pó, um agente em pó solúvel, um agente granular, uma emulsão suspensa e microcápsulas numa substância polimérica.

Aquelas preparações podem preparar-se por meio de processos conhecidos. Os processos podem efectuar-se, por exemplo, misturando os compostos activos com um diluente, nomeadamente, com um diluente líquido e/ou com um diluente sólido e, caso isso seja necessário, com um agente tensoactivo, nomeadamente, com um agente emulsionante e/ou dispersante e/ou um agente espumante.

No caso de se utilizar água como agente diluente, por exemplo, pode também empregar-se um dissolvente orgânico como dissolvente auxiliar. Como diluentes líquidos, podem-se mencionar por exemplo hidrocarbonetos aromáticos (tais como xileno, tolueno ou alquilnaftaleno, etc.), hidrocarbonetos aromáticos clorados ou hidrocarbonetos alifáticos clorados (tais como clorobenzenos, cloretos de etileno ou cloreto de metileno, etc.), hidrocarbonetos alifáticos [(tais como ciclo-hexano, etc.) ou parafinas (por exemplo, fracções de petróleo, óleos minerais ou vegetais)], álcoois (tais como butanol, glicol e seus éteres e ésteres, etc.), cetonas (tais como acetona, metiletilcetona, metilisobutilcetona ou ciclo-hexanona, etc.), dissolventes fortemente polares (tais como dimetilformamida e sulfóxido de dimetilo), e água pode também ser mencionada como um diluente líquido.



Como diluentes sólidos podem mencionar-se sais de amônio e minerais do terreno naturais (tais como caulino, argila, talco, greda, quartzo, atapulgite, montmorilonite ou diatomite, etc.) e minerais do terreno sintéticos (tais como ácido silícico altamente dispersável, alumina, silicato, etc.).

Como veículos sólidos para agentes granulares podem-se mencionar rochas pulverizadas e fraccionadas (tais como calcite, mármore, pedra-pomes, sepiolite, dolomite, etc.), grãos sintéticos de pós orgânicos ou inorgânicos e partículas finas de substâncias orgânicas (tais como serradura, cascas de coco, pedúnculos de espigas de cereais e pecíolos de tabaco, etc.).

Como emulsionantes e/ou agentes espumantes podem-se mencionar emulsionantes não-iônicos e aniônicos tais como, por exemplo, ésteres de polioxietileno de ácidos gordos, éteres de polioxietileno de álcoois gordos tais como, por exemplo, éteres alquilarilpoliglicólicos, alquilsulfonatos, alquilsulfatos, arilsulfonatos, etc. e hidrolisatos de albumina.

Como dispersantes, por exemplo, são apropriadas lixívia residual de ligninassulfato e metilcelulose.

Nas formulações também se podem utilizar adesivos ou fixadores sob a forma de um agente em pó, agente granular, agente de "jambo" ou emulsão e, como adesivos ou fixadores podem-se mencionar carboximetilcelulose, polímeros naturais e sintéticos (tais como goma arábica, álcool polivinílico e acetato de polivinilo, etc., por exemplo), fosfatidos naturais (tais como cefalinas e lecitinas) e fosfatidos sintéticos. Além disso, como aditivos também se podem

14  
utilizar óleos minerais e vegetais.

Também podem utilizar-se corantes e, como esses corantes, podem-se mencionar pigmentos inorgânicos (tais como, por exemplo, óxido de ferro, óxido de titânio e azul da Prússia) e corantes orgânicos como, por exemplo, corantes de alizarina, corantes azóicos e pigmentos metálicos de ftalocianina e ainda quantidades vestigiais de materiais como sais de ferro, manganésio, boro, cobre, cobalto, molibdênio e zinco.

A formulação contém geralmente 0,1 a 95 % em peso, preferivelmente 0,5 a 90 % em peso do composto activo.

A fim de controlar ervas daninhas, os compostos activos do agente herbicida e a composição herbicida de acordo com a presente invenção podem ser usados como tais ou sob a forma das suas formulações e a mistura pode ser manuseada sob a forma de formulações ou sob a forma de uma mistura em tanque.

O composto activo de acordo com a presente invenção pode ser utilizado sob a forma de uma mistura com outros compostos activos conhecidos, isto é, com compostos activos normalmente utilizados para campos alagados tais como, por exemplo, bactericidas, insecticidas, reguladores do crescimento de plantas, agentes nutritivos de plantas, agentes condicionadores do solo, antídotos e quaisquer outros herbicidas.

A composição herbicida de acordo com a presente invenção podem-se adicionar, por parte em peso das sulfonamidas herbicidas, entre 1 e 200 partes, preferivelmente, entre 2 e 100 partes em peso de antídoto tal como, por exemplo, 1-

-(alfa,alfa-dimetilbenzil)-3-p-tolilureia.

Os presentes compostos activos podem ser usados como tais, sob a forma das suas formulações ou sob as formas de utilização preparadas a partir delas por posterior diluição tais como sob as formas de soluções prontas para utilização, emulsões, suspensões, pós, pós molháveis, pastas e grânulos.

Podem ser utilizados da maneira habitual, por exemplo, por irrigação, pulverização, atomização, polvilhação, espalhamento, etc.

Os presentes compostos activos podem ser utilizados ou no período de pré-emergência ou no período de post-emergência das plantas. É também possível aplicar os compostos activos antes de as sementes das plantas serem semeadas.

A concentração do composto activo utilizado nos presentes agentes herbicidas pode variar dentro de um intervalo substancialmente largo. Depende essencialmente da natureza do efeito pretendido. Em geral, as quantidades utilizadas como um herbicida variam entre cerca de 0,01 a cerca de 10 kg de composto activo por hectare, preferivelmente, entre cerca de 0,1 e cerca de 2 kg/ha.

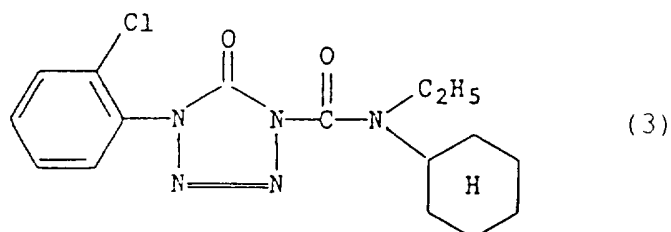
As dosagens das presentes composições herbicidas mistas pode variar dentro de um intervalo substancialmente largo, por exemplo, entre 0,1 e 5 kg/ha e preferivelmente entre 0,2 e 3 kg/ha em termos de compostos activos.

A preparação e a utilização dos compostos activos de acordo com a presente invenção são ilustrados pelos seguintes exemplos. Deve notar-se que o âmbito da invenção não se limita apenas aos conteúdos técnicos dos exemplos.



## EXEMPLOS DE SÍNTESES

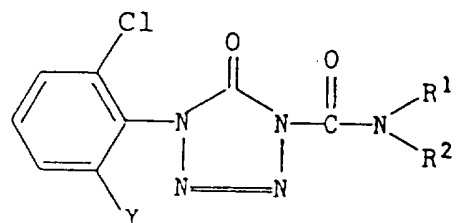
### Exemplo 1



Suspenderam-se 1-(2-clorofenil)-5(4H)-tetrazolinona (2 g) e carbonato de potássio (1,68 g) em acetonitrilo (30 ml), seguindo-se quinze minutos de aquecimento sob refluxo. Depois de se arrefecer, adicionou-se cloreto de N-ciclo-hexil-N-etilcarbamoílo (2,31 g) à mistura reaccional, seguindo-se um posterior aquecimento sob refluxo durante cinco horas. Filtrou-se a mistura resultante e evaporou-se o filtrado sob pressão reduzida e submeteu-se o residuo resultante a cromatografia em coluna rápida (hxano : acetato de etilo = 5 : 2) para se obter a 1-(2-clorofenil)-4-(N-ciclo-hexil-N-etilcabamoil)-5(4H)-tetrazolinona (3,02 g) tendo um ponto de fusão compreendido dentro do intervalo de 77,5 a 79,5°C.

Os compostos obtidos pela maneira de proceder acima mencionada, juntamente com o composto obtido no Exemplo 1, são indicados na Tabela 1.

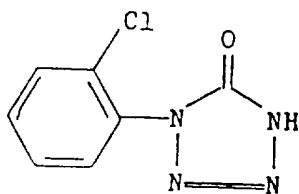
TABELA 1



(I)

Composto

| No. | Y               | R <sup>1</sup>                  | R <sup>2</sup> | Dados físico-químicos          |
|-----|-----------------|---------------------------------|----------------|--------------------------------|
| 1   | H               | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>   |                | $n_D^{20} = 1,5585$            |
| 2   | H               | n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> |                | ponto de fusão = 70 a 73,5°C   |
| 3   | H               | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>   |                | ponto de fusão = 77,5 a 79,5°C |
| 4   | CH <sub>3</sub> | n-C <sub>3</sub> H <sub>7</sub> |                | ponto de fusão = 92 a 93°C     |
| 5   | CH <sub>3</sub> | C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>   |                | ponto de fusão = 71 a 74,5°C   |

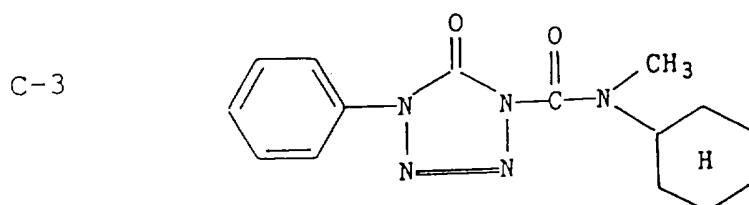
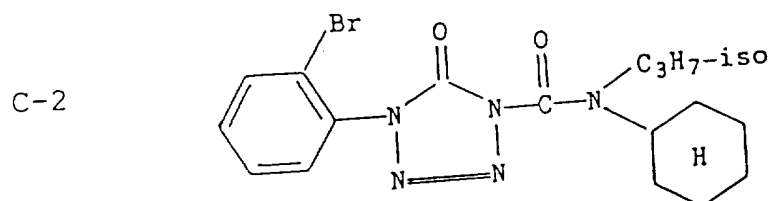
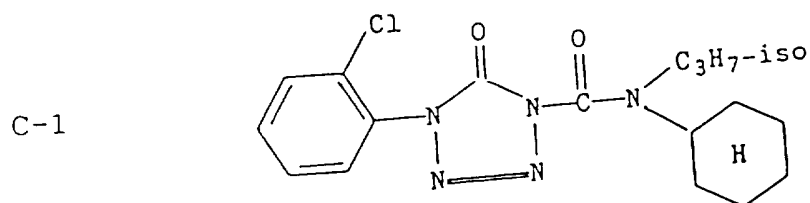
Exemplo 2 (síntese do composto intermediário)

Misturaram-se isocianato de 2-clorofenilo (7 g) e trimetilsililazida (7,9 g) e refluxaram-se durante oito horas. Eliminou-se o excesso de trimetilsililazida por destilação sob pressão reduzida e ao residuo resultante adicionaram-se 40 ml de metanol. Em seguida, destilou-se o dissolvente sob

pressão reduzida para se obter um produto bruto que foi em seguida submetido a cromatografia em coluna rápida (hexano : acetato de etilo = 2 : 1) para se obter a 1-(2-clorofenil)-5(4H)-tetrazolinona (7 g) que tem um ponto de fusão compreendido dentro do intervalo de 124,5 a 125,5°C.

### Exemplo de Ensaio Biológico

Composto comparativo



(C-1, C-2 e C-3 são semelhantes aos compostos divulgados no pedido de patente japonesa No. Sho-60-146879 (1985))

### Exemplo de Ensaio 3 (exemplo de ensaio biológico)

Ensaio sobre a actividade herbicida contra ervas daninhas de terras baixas

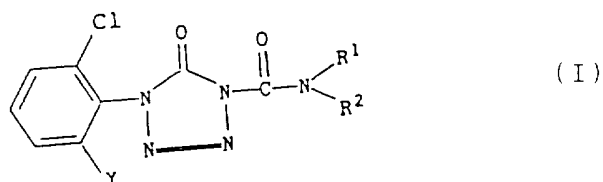
### Formulação de Compostos Activos

Veículo: 5 partes em peso de acetona

Emulsificante: 1 parte em peso de éter benziloxipoliglicólico

## R E I V I N D I C A Ç Õ E S

1a. Tetrazolinonas herbicidas de fórmula geral (I)



caracterizadas pelo facto de, nesta fórmula,

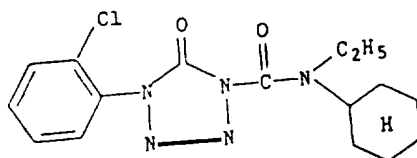
Y representar hidrogénio, cloro ou metilo,

R<sup>1</sup> representar etilo ou n-propilo e

R<sup>2</sup> representar ciclopentilo ou ciclo-hexilo, com a condição de o número total de átomos de carbono de R<sup>1</sup> e R<sup>2</sup> ser 7 ou 8.

2a. Tetrazolinonas herbicidas de acordo com a reivindicação 1, caracterizadas por, na fórmula geral (I), Y representar hidrogénio ou metilo.

3a. Tetrazolinona herbicida de acordo com a reivindicação 1, caracterizada por ser 1-(2-clorofenil)-4-(N-ciclo-hexil-N-etilcarbamoil)-5(4H)-tetrazolinona da fórmula



4a. Tetrazolinona herbicida de acordo com a reivindicação 1, caracterizada por ser 1-(2-cloro-6-metilfenil)-4-(N-ciclo-pentil-N-n-propilcarbamoil)-5(4H)-tetrazolinona da fórmula