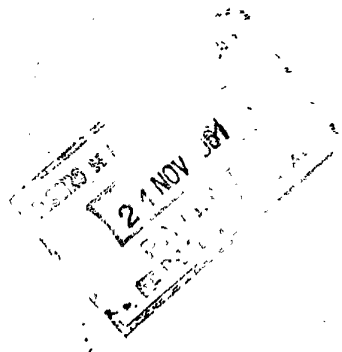


CASE 4673/E



272230

21 NOV



272230

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

por "MEDIOS PARA LA OBTENCION DE AGENTES PARA COMBATIR EL
CRECIMIENTO DE LAS PLANTAS INDESEADAS", a favor de la firma
suiza CIBA SOCIETE ANONYME, domiciliada en BASILEA (Suiza).

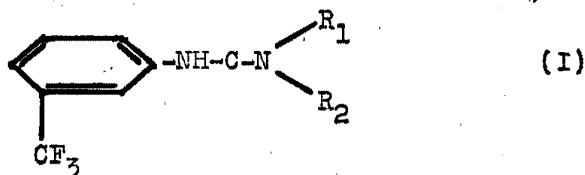
= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Se sabe que ciertas ureas substituidas son aptas para combatir las malas hierbas. En los últimos años se ha tomado en consideración el empleo, como materia de acción herbicida total, de las N-fenil-N',N'-dimetilureas que están substituidas en el núcleo por átomos de cloro, pero al mismo tiempo se echa de menos una acción selectiva de estos compuestos.

Ahora se ha descubierto, sorprendentemente, que determinados nuevos derivados de ácido carbanílico, provistos de grupos trifluorometilo de la fórmula general

272230



5.

en que

R₁ significa un radical hidrocarburo con 2 átomos de carbono a lo sumo,

R₂ significa un radical hidrocarburo con 2 a 4 átomos de carbono y

15.

R₁ y R₂ conjuntamente no deben poseer más de 5 átomos de carbono,

presentan extraordinaria acción herbicida, y de hecho pueden presentar tanto acción herbicida total como, aplicados en concentraciones apropiadas, emplearse con excelente resultado como herbicidas selectivos.

15.

El invento que aquí se expone se refiere por lo tanto a agentes para combatir el crecimiento de plantas indeseables, los cuales contienen como materia activa un compuesto de la fórmula general (I) así como eventualmente también uno, por lo menos, de los aditivos siguientes: disolventes, diluentes, dispersantes, adhesivos, fertilizantes y asimismo otros agentes antiparasitarios.

20.

El invento aquí expuesto se refiere además a los nuevos compuestos de la fórmula general (I) así como a la preparación de estos compuestos, señalados como herbicidas por sorprendentes y valiosas propiedades, mediante procedimientos ya de sí conocidos.

25.

Muestran propiedades sumamente favorables como herbicidas los nuevos compuestos siguientes:

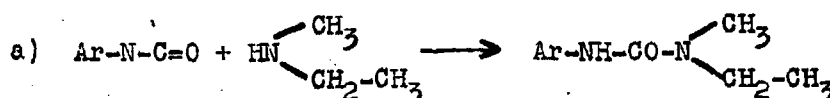
30.



27223

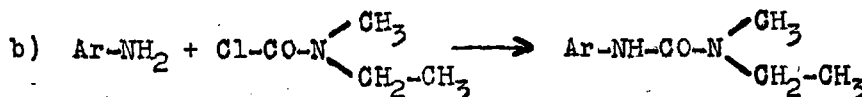
- la N-3-trifluorometil-fenil-N',N'-diethylurea,
- la N-3-trifluorometil-fenil-N'-metil-N'-n-butylurea,
- la N-3-trifluorometil-fenil-N'-metil-N'-etilurea,
- la N-3-trifluorometil-fenil-N'-metil-N'-n-propylurea,
- 5. - la N-3-trifluorometil-fenil-N'-metil-N'-isopropylurea y
- la N-3-trifluorometil-fenil-N'-metil-N'-alilurea.

Los compuestos de las fórmula general (I) pueden prepararse empleando métodos ya de sí conocidos, a cuyo efecto pueden utilizarse en principio todos los procedimientos usuales para la preparación de derivados de urea, con inclusión de los procedimientos usuales para la preparación técnica. A continuación se indican esquemáticamente algunos procedimientos, sin proceder no obstante a una enumeración completa. Para el radical fenilo provisto de grupos trifluorometilo, de la fórmula general (I), se ha elegido la designación Ar, para R₁ el grupo metilo y para R₂ el grupo etilo.

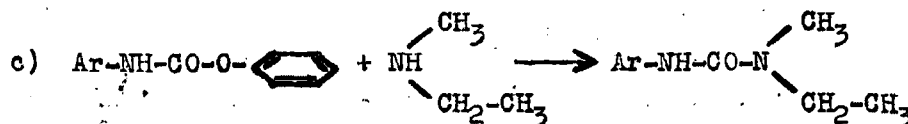


20.

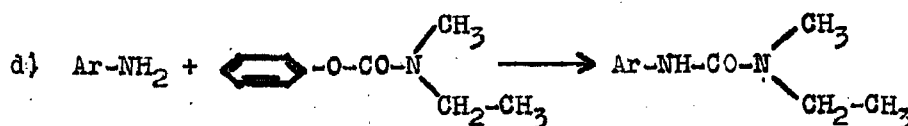
En lugar de isocianato, pueden utilizarse también formadores o desdobladores de isocianato.



25.

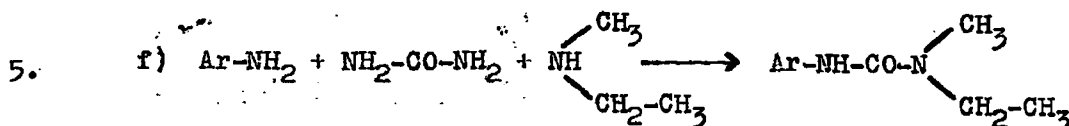
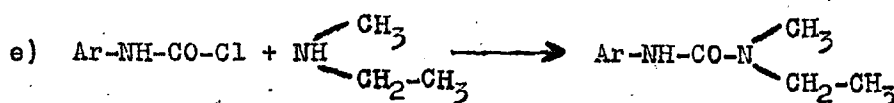


30.





12230 21



10. Como aminas alifáticas que entran en consideración para la reacción con los isocianatos aromáticos, cabe mencionar a título de ejemplo la metiletilamina, la metilpropilamina, la metil-butilamina, la metil-alilamina y la dietilamina.

15. Así, por ejemplo, en la preparación de la N-3-trifluorometil-fenil-N',N'-dietilurea se hace reaccionar el isocianato de 3-trifluorometil-fenilo con dietilamina.

20. Las materias activas de la fórmula general (I) pueden emplearse en forma emulsionada, dispersa o disuelta, o en agentes pulverizantes por sí solas o junto con otros agentes extirpadores de malas hierbas, como por ejemplo arilalquilureas trisustituídas y tetrasustituídas, ácidos fenoxi-alcancarboxílicos halogenados, ácidos benzoicos o ácidos fenilacéticos halogenados, ácidos grasos halogenados o sus sales, ésteres y amidas, con benzonitrilos halogenados, ácidos tereftálicos halogenados, anilidas halogenadas de ácido metacrílico, con bórax u otras sales inorgánicas, como sales de escombrerías, con cianamida cálcica, urea y otros fertilizantes, o también agentes antiparasitarios como por ejemplo hidrocarburos clorados o ésteres de ácido fosfórico.

25. Por otra parte son también aptas para combinación las materias activas de acción básica, como ciertas aminas terciarias

30.



27223021

- o cuaternarias con acción herbicida, así por ejemplo la dodecilhexametenimina o sus sales, el dibromuro de 1,1'-etilen-2,2'-dipiridilio o sus sales, etc. También pueden incorporarse a estos agentes carbamatos de tiolcarbamatos de acción herbicida o asimismo ésteres de ácido ditiocarbámico o derivados de la s-triazina. Además pueden emplearse conjuntamente ciertos heterociclos de acción herbicida como, por ejemplo, el 2-clorobenzotiazol, el 3-amino-1,2,4-triazol, la hidrazida de ácido maleico y la 3,5-dimetiltetrahidro-1,3,5-tiadiacin-2-tiona; pero también materias herbicidas más sencillas, como el pentaclorofenol, el dinitrocresol, el dinitrobutilfenol, el ácido naftilftalamínico o el isotiocianato de metilo.
- 5.
- 10.

- Para la preparación de soluciones directamente rociables entran en consideración, por ejemplo, fracciones de ácido mineral de escala de ebullición alta a mediana, como el aceite diesel o el queroseno, y además aceites de alquitrán de hulla y aceites de origen vegetal o animal, así como hidrocarburos como las naftalinas alquiladas y la tetrahidronaftalina, eventualmente con empleo de mezclas de xileno, de ciclohexanoles y cetonas, y además hidrocarburos clorados, como el tetracloroetano, el tricloroetileno o los triclorobencenos y tetraclorobencenos.
- 15.
- 20.

- Las formas acuosas de aplicación se preparan a base de concentrados en emulsión, de pastas o polvos para pulverizar humectables, mediante la adición de agua. Como emulgentes o dispersantes, cabe mencionar los compuestos amónicos cuaternarios, el jabón, el jabón lubricante, las sales alifáticas de éster sulfúrico, las sales alifáticoaromáticas de ácido sulfónico, los ácidos alcoxiacéticos, el
- 25.
- 30.

272230



éter poliglicólico de alcoholes grasos y productos de condensación de óxido de polietileno.

- Para la preparación de agentes para esparcir y pulverizar puede recurrirse, como vehículos sólidos,
5. al talco, el caolín, la bentonita, el carbonato cálcico y el fosfato cálcico, pero también al carbón, al serrín de corcho, al serrín de madera y a otros materiales de origen vegetal. Las diversas formas de empleo pueden estar provistas de manera ordinaria, por adición, de materias que mejoran la distribución, la adherencia, la resistencia a la lluvia o el poder de penetración; en concepto de tales materias
10. cabe mencionar los ácidos grasos, las resinas, la cola, la caseína o también, por ejemplo, alginatos, etc.

- Los nuevos agentes herbicidas pueden contener
15. la materia activa en forma concentrada, por ejemplo presentando un contenido de materia activa de 5 a 80 porcentajes en peso. En muchos casos, antes de la utilización para combatir a las malas hierbas se preparará, a base del preparado concentrado, un caldo en dilución apropiada, que contenga
20. por ejemplo 0,5 a 5 porcentajes en peso de materia activa; pero también se pueden preparar de antemano los agentes de este invento en una forma diluída como ésa, que evite la necesidad de una ulterior dilución antes de la utilización para combatir a las malas hierbas.

25. Según la cantidad en que se prodiguen las amidas de ácido carbamínico elaboradas en los agentes de este invento, éstos se prestan tanto para la exterminación selectiva de malas hierbas entre las plantas de cultivo, por ejemplo empleando cantidades de 2 a 6 kg de materia activa por hectárea, como a la exterminación total y aniquilación del desarro-
- 30.



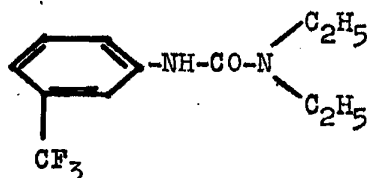
llo vegetal indeseable. Por malas hierbas se entienden aquí también las plantas de cultivo no deseadas, por ejemplo las cultivadas previamente o en la vecindad.

En los ejemplos que siguen, las temperaturas están indicadas en grados Celsius.

5.

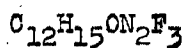
EJEMPLO 1.

10.



15. 187 g de isocianato de 3-trifluorometilfenilo se disuelven en 150 cc de acetona y se hacen afluir a 81 g de dietilamina en 1000 cc de agua. El producto de condensación se precipita entonces, al principio en forma semisólida, y se vuelve paulatinamente granuloso a medida que se prosigue la agitación. A continuación se filtra por succión, se lava con agua y se seca en vacío. El rendimiento bruto es de 247 g y el punto de fusión se halla en 72-78°. Por recristalización en hexano, se obtiene la N-3-trifluorometilfenil-N',N'-dietilurea en forma pura, con un punto de fusión de 83-84°.

20.

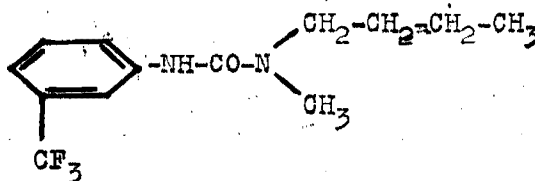


Calculado: N 10,76%

Hallado: N 10,81%

25.

EJEMPLO 2.



30.

187 g de isocianato de 3-trifluorometilfenilo se



- disuelven en 150 cc de acetona o acetonitrilo y, con refrigeración moderada y agitación enérgica, se añaden a 100 g de N-metil-butilamina, disueltos en 1000 cc de agua. Con esto se precipita el producto de condensación. Se prosigue la agitación durante algunas horas todavía y entonces el producto precipitado se solidifica. Seguidamente se le separa por aspiración, se le lava y se le seca en vacío a 45°. Rendimiento bruto, 188 g; el punto de fusión se halla en 85-86°. Recristalizando en alcohol, se obtiene N-3-trifluorometilfenil-N'-metil-N'-n-butilurea pura, de punto de fusión 88-89°.

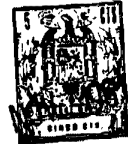
De la misma manera se obtienen:

- la N-3-trifluorometilfenil-N'-metil-N'-etilurea (a base de isocianato de N-3-trifluorometilfenilo y metiletilamina),
- 15. - la N-3-trifluorometilfenil-N'-metil-N'-n-propilurea (a base de isocianato de N-3-trifluorometilfenilo y metil-n-propilamina),
- la N-3-trifluorometilfenil-N'-metil-N'-isopropilurea (a base de isocianato de N-3-trifluorometilfenilo y metil-isopropilamina) y
- 20. - la N-3-trifluorometilfenil-N'-metil-N'-alilurea (a base de isocianato de N-3-trifluorometilfenilo y metilalilamina).

EJEMPLO 3.

- 10 g de cada uno de los compuestos, preparados según los ejemplos 1 y 2, N-3-trifluorometilfenil-N',N'-dietilurea y N-3-trifluorometilfenil-N'-metil-N'-butilurea se deslijan con 2 g de lejía residual de celulosa sulfítica y se completan con agua hasta 100 cc. Se somete la mezcla a una molturación intensa y de ese modo se origina en cada caso una dispersión estable de partículas finas.

72230



21

EJEMPLO 4.

En un ombráculo, se llenan de tierra unas macetas y se las siembra con semillas de las plantas que a continuación se reseñan: Avena sativa, Setaria italica, Dactylis glomerata, Sinapis alba, Calendula chrysantha y Lepidium sativum. Se riega la tierra y el día después de la siembra se la rocía con caldos pulverizables preparados a base de las dispersiones obtenidas según el ejemplo 3, siendo la concentración de la materia activa en los caldos pulverizables de 0,64% en cada caso. Tres semanas después del tratamiento, todas las plantas de ensayo (con excepción de la avena, que está fuertemente perjudicada) han parecido del todo o casi por completo. Este efecto se logró con cada una de las dispersiones preparadas según el ejemplo 3.

15. EJEMPLO 5.

Se preparan unas macetas del mismo modo que en el ejemplo 4. 14 días después de la siembra, se tratan las plantas con los mismos caldos pulverizables que en el ejemplo 4. 14 días después de la aplicación, todas las plantas del ensayo, con excepción de la avena, han parecido. Este efecto se logró con cada una de las dispersiones preparadas según el ejemplo 3.

EJEMPLO 6.

40 partes de cada uno de los compuestos preparados según los ejemplos 1 y 2 se mezclan con 58 partes de caolín y 2 partes de un emulgente "Toximul MF" (marca registrada), suministrado por la casa Ninol Inc., de Chicago, que se compone de una mezcla de compuestos orgánicos anión-activos y no iónicos con acción tensiosuperficial, y se muelen finamente. La mezcla puede emplearse como polvos para

72230

21 NOV



pulverizas, los cuales se pueden diluir eventualmente con agua en cualquier proporción, por ejemplo a un contenido de materia activa de 0,5%.

E J E M P L O 7.

5. Este ejemplo muestra que empleando cantidades correspondientemente menores de los compuestos de este invento se logran efectos herbicidas selectivos.

Un campo que antes de empezar el ensayo se ha limpiado de todas las malas hierbas de un año, se siembra con las siguientes malas hierbas y plantas de cultivo:

10. Zea mays, Sorghum sudanense, Setaria italica, Triticum vulgare, Avena sativa, Allium cepa, Pisum sativum, Linum usitatissimum, Phaseolus vulgaris, Soja max, Cannabis sativa, Daucus carota, Spinacia oleracea, Trifolium pratense, Trifolium repens, Brassica rapa, Sinapis alba, Raphanus raphanistrum, Beta vulgaris, Lactuca sativa.

15. Al día siguiente al de la siembra se trata el campo con un caldo pulverizable según el ejemplo 6, que contiene N-3-trifluorometilfenil-N'-N'-diethylurea, empleando una cantidad correspondiente a 2,5 kg de materia activa por hectárea. Seis semanas después del tratamiento se evalúa el grado de deterioro de todas las plantas del ensayo por medio de un esquema de tasación de 0 a 10. 0 corresponde a una planta perfectamente normal, en tanto que 10 significa la aniquilación completa. El grado de deterioro de las diversas plantas, en el mismo orden de sucesión con que se han enumerado antes, fué el siguiente:

20. 2, 0, 4, 9, 10, 0, 1, 3, 0, 2, 7, 1, 10, 10, 10, .
25. 9, 2, 9, 10, 10.

272230



21 NOV 1951

EJEMPLO 8.

- a) Los compuestos preparados según los ejemplos 1 y 2 se mezclan de la manera siguiente:
- 5. 50 partes de materia activa
 - 45 partes de caolín
 - 5 partes de un dispersante constituido por 3 partes de dodecilsulfonato y 2 partes de un producto de condensación de alcohol dodecílico con 8 moles de óxido de etileno.
10. 100 partes
Después de molidas finamente, las mezclas constituyen polvos para pulverizar, miscibles en agua en cualquier proporción.
15. En lugar del caolín, en las mezclas correspondientes puede emplearse también otro agente de relleno corriente en los herbicidas, por ejemplo el talco.
20. En lugar del dispersante que arriba se indica, puede emplearse también otro, de preferencia uno que consta de 1 parte por lo menos (por ejemplo, 3 partes) de substancia tensiosuperficial orgánica aniónactiva y 1 parte de substancia tensiosuperficial orgánica no ionógena.
25. Los polvos para pulverizar que así se obtienen se designan en adelante como "mezcla 1" (la que contiene N-3-trifluorometilfenil-N',N'-diethylurea) y "mezcla 2" (la que contiene N-3-trifluorometilfenil-N'-metil-N'-n-butylurea). El empleo se efectuó en todos los casos en forma de caldos acuosos para pulverizar de la "mezcla 1" o la "mezcla 2", que en el caso, por ejemplo, de una aplicación de 6 kg por
30. hectárea contenían 0,6 porcentajes en peso de materia activa.

272030



- b) Se plantó *Allium porrum* en un campo y se dividieron éstas en parcelas. Catorce días después de plantar, se roció una serie de parcelas con la "mezcla 1" o la "mezcla 2", aplicando una cantidad de 6 kg de materia activa por hectárea.
5. Otra serie de parcelas se dejaron sin tratar, para que sirvieran de testigos. Veinticinco días después del rociado se comprobó el resultado y pudo establecerse que las parcelas no tratadas estaban completamente cubiertas de malas hierbas, mientras que en las parcelas tratadas se habían logrado los
10. efectos siguientes:

Malas hierbas	Acción sobre las malas hierbas en %	
	"Mezcla 1"	"Mezcla 2"
Stellaria media	100	100
Galinsoga parviflora	100	100
Urtica urens	100	90
Sonchus oleracea	100	inexistente
Poa annua	paralizada	90

20. El desarrollo del *Allium porrum* no experimentó ningún perjuicio a causa de la aplicación de las mezclas 1 y 2 de este invento.

- c) Se sembró un campo con zanahorias (*Daucus carota*) y 19 días después se le roció con la "mezcla 1" en cantidad correspondiente a 6 kg de materia activa por hectárea. Las malas hierbas tenían en el momento del tratamiento de 6 a 10 hojas. Quince días después de la aplicación, las zanahorias de las parcelas no tratadas estaban prácticamente extinguidas, a causa de la gran proliferación de malas hierbas en el
30. suelo, mientras que en las parcelas tratadas se desarrollaban



con toda normalidad. La acción de la "mezcla 1" se estableció de la manera siguiente:

	Malas hierbas	Acción en %
5.	Galinsoga parviflora	90
	Urtica urens	100
	Stellaria media	80 (muy paralizada)
	Capsella bursa pastoris	100
	Sonchus oleracea	100
10.	Portulaca oleracea	paralizada

d) Un campo cuyas malas hierbas estaban constituidas principalmente por la Stellaria media y la Galinsoga parviflora, se sembró con tomates y 13 días después se roció con la "mezcla 2" en cantidad correspondiente a 6 kg de materia activa por hectárea. Catorce días después del rociamiento, las parcelas tratadas seguían completamente exentas de malas hierbas, mientras que las cizañas antes mencionadas habían cubierto completamente las parcelas sin tratar. Los tomates no experimentaron perjuicio a causa del tratamiento.

e) Se plantó apio en un campo y 12 días después se trató éste con la "mezcla 1" en cantidad correspondiente a 2 kg de materia activa por hectárea, y respectivamente con la "mezcla 2" en cantidad correspondiente a 6 kg de materia activa por hectárea. Como preparado de comparación se recurrió a la N-3,4-diclorofenil-N',N'-dimetilurea en cantidad correspondiente a 0,25-0,5 kg de materia activa por hectárea. Treinta y cuatro días después del tratamiento se evaluaron los efectos sobre las malas hierbas y las plantas de cultivo. Mientras en las parcelas tratadas con las mezclas 1 y 2 las plan-

21 NOV.



272230

tas de apio se habían desarrollado con toda normalidad, en las parcelas tratadas con el preparado de comparación estaban manifiestamente paralizadas en su desarrollo, presentaban clorosis en los márgenes de las hojas y en parte habían parecido por completo. A pesar de respetar las plantas de apio, las mezclas 1 y 2 produjeron excelentes efectos contra las malas hierbas.

Se exterminaron especialmente las malas hierbas siguientes:

10. *Stellaria media*, *Galinsoga parviflora*, *Urtica urens*, *Sonchus oleracea*, *Capsella bursa pastoris*, *Senecio vulgaris* y *Cranium purpureum*.

= . =

272230

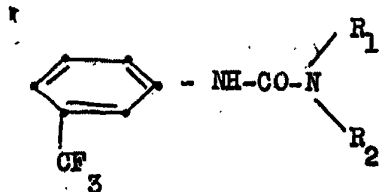
272230



NOTA

Descrito el presente invento, se declaran nuevas las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la solicitud de patente suiza nº 13.072/60 del 22 de Noviembre de 1960.

- 5. 1. Procedimiento para la obtención de agentes para combatir el crecimiento de las plantas indeseadas, caracterizado, porque un compuesto de la fórmula general



10.

en la que

R₁ significa un radical hidrocarburo con 2 átomos de carbono a lo sumo,

R₂ significa un radical hidrocarburo con 2 a 4 átomos de carbono y

15.

R₁ y R₂ conjuntamente no deben poseer más de 5 átomos de carbono.

utilizado como materia activa, se trata con un disolvente, preferentemente acetona, y seguidamente se diluye en una amina di-

20.

suelta en agua, con lo que se precipita un producto de condensación, que una vez seco, es disuelto nuevamente en lejía residual de celulosa sulfítica y agua, se dispersa en forma estable, y se le adicionan eventuales adhesivos, fertilizantes y asimismo otros agentes antiparasitarios.

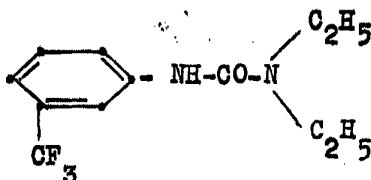
272230



272230

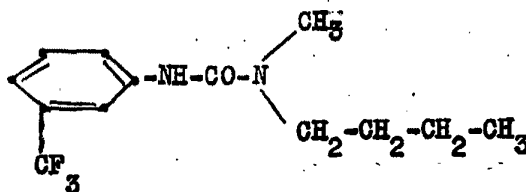
2. Procedimiento, en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se utiliza como materia activa el compuesto de la fórmula

5.



3. Procedimiento, en conformidad con lo definido en la reivindicación 1, caracterizado por el hecho de que se utiliza como materia activa el compuesto de la fórmula

10.



15.

4. Procedimiento para la obtención de agentes para combatir el crecimiento de las plantas indeseadas.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 16 páginas y foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

20.

Madrid, a 21 de Noviembre de 1961

CIBA, S.A.

p.a.

JAVIER IZERN MIRALLES

P.P.