

8 JUL 1964

302525

P.- 27.140



Nº 65376
U.S. Serial Nº 54.851
Confirmation of French
Patent 1.299.318-Case
X 2594

302525

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

P A T E N T E D E I N T R O D U C C I O N

formulada el 29 de julio de 1964, con el número 302.525

en

E S P A Ñ A

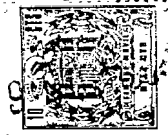
por DIEZ años

a nombre de ELI LILLY AND COMPANY, entidad norteamericana
establecida en 740 South Alabama Street, Indianapolis,
Indiana, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE COMPOSICIONES
HERBICIDAS"

La presente invención provee nuevos herbicidas que
tienen amplia aunque selectiva actividad, y métodos de
usar los mismos.

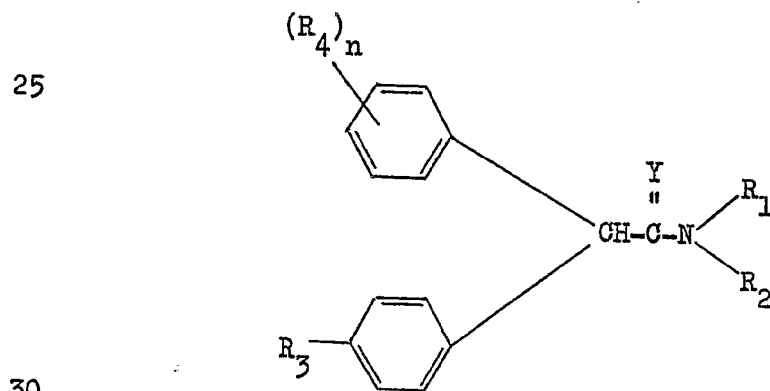
5 En el pasado, han estado disponibles dos tipos de
herbicidas de amplio espectro. Uno de éstos comprende
ácido 2,4-diclorofenoxiacético y compuestos relaciona-
dos, que son útiles para matar plantas dicotiledóneas.
Las plantas monocotiledóneas, que incluyen las gramí-
neas, no son grandemente afectadas por este tipo de her-
10 bicida, sino solamente por herbicidas no selectivos ta-

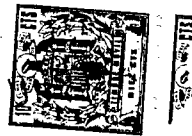


les como arsenito de sodio, p-clorofenildimetil urea, clorato de sodio y sulfamato de amonio, todos los cuales destruyen eficazmente todos los tipos de vegetación. Solo se han encontrado unos pocos compuestos que destruyen plantas monocotiledóneas tales como gramíneas, con preferencia a las plantas dicotiledóneas, y se han encontrado aún menos compuestos que destruyan gramíneas y sólo ciertas clases de plantas de hoja ancha.

De acuerdo con esta invención se ha encontrado que ciertas difenilacetamidas N,N'-dialifático-sustituídas son agentes herbicidas activos que son tóxicos tanto para gramíneas, bien en sus estados de germinación o maduro, como para malezas de hoja ancha, pero que son no tóxicos para las plantas de hoja ancha de recolección. Por uso de estos herbicidas en el método de esta invención es posible eliminar tanto las malezas gramíneas como las malezas de hoja ancha selectivamente de las plantas de recolección, tales como tomates, patatas, col, tabaco, fresas, y sus parientes cercanos en el reino vegetal.

Los hervicidas de esta invención son compuestos representados por la siguiente fórmula:





en la que R_1 y R_2 son metilo, etilo, n-propilo, isopropilo o alilo; R_3 es hidrógeno o cloro; R_4 es metilo o halógeno; n es 0,1 ó 2; e Y es oxígeno o azufre.

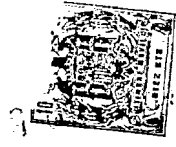
Más particularmente, la presente invención provee una composición herbicida que comprende un diluyente inerte, y como ingrediente herbicidamente activo, un compuesto como se ha definido arriba.

La presente invención provee además un método para inhibir el crecimiento de plantas de la clase de las malezas gramíneas y malezas de hoja ancha, estando dichas plantas en cualquier estado de desarrollo desde semillas a plantas maduras, que comprende aplicar a un área que contiene plantas de dicha clase una cantidad herbicida de un compuesto herbicida o composición herbicida que contiene al mismo, como se ha definido arriba.

Está también dentro del alcance de esta invención proveer ciertas nuevas difenilacetamidas, como se definen más plenamente después aquí.

Compuestos ilustrativos que entran dentro del objeto de esta invención incluyen N,N-dimetil difenilacetamida, N,N-dimetil-(3-fluorofenil)feniltioacetamida, N,N-dietyl difenilamida, N,N-dietyl-(4-tolil)fenilacetamida, N-metil-N-n-propil-(2,4-dibromofenil)fenilacetamida, N,N-dialil-(4-tolil)-4-clorofenilacetamida, N,N-di-n-propil-(2-cloro-4-tolil)feniltioacetamida, N,N-dimetil-(4-clorofenil)fenilacetamida, N-n-butil-N-metil difenilacetamida, N,N-di-n-propil difenilacetamida, N,N-diisopropil difenilacetamida, N,N-dialil-difenilacetamida, N-metil-N-isopropil difenilacetamida,

302525



N-metil-N-n-propil difenilacetamida, N-etil-N-n-propil difenilacetamida, N-etil-N-isopropil difenilacetamida, N-alil-N-etil difenilacetamida, N-alil-N-metil-difenilacetamida, y N-alil-N-n-propil difenilacetamida. Como
 5 será obvio para los versados en el tema, otros grupos equivalentes aromáticos y aromáticos clorados pueden sustituir a los anillos bencénicos, siendo aquellos grupos tienilo o clorotienilo.

Los compuestos representados por la fórmula de
 10 arriba se proveen para uso como herbicidas selectivos pre-emergentes en la forma usual, tal como pulverizaciones (preferiblemente concentrados), gránulos rociables, o polvos mojables. Los compuestos son insolubles en agua, y por tanto para la preparación de pulveriza-
 15 ciones tipo emulsión o polvos mojables, han de formularse con un agente humectante o tensioactivo para obtener una dispersión utilizable.

De acuerdo con el método de esta invención, un área de suelo o lugar infestado con semillas, plantí-
 20 culas y/o plantas maduras de maleza gramínea, y malezas de hoja ancha, se trata con los herbicidas definidos arriba o con una formulación que los contenga como ingrediente herbicidamente activo. De modo ilustrativo, las áreas de recolección que pueden ser tratadas con
 25 las composiciones herbicidas de esta invención para la eliminación de malezas gramíneas o malezas de hoja ancha, incluyen aquellas áreas en las que crecen miembros de las siguientes familias de plantas: Solanaceae, Compositae, Cruciferae y Rosaceae. Tales áreas de recolección incluyen campos de tomates, campos de patata,

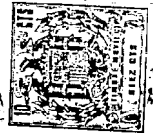
302525



campos de tabaco, rosales, campos de girasoles, fresa-
les, y huertas en las que crezcan coles, pimientos,
rábanos, coliflor y plantas similares. Otras áreas de
las que pueden eliminarse malezas gramíneas y malezas
5 de hoja ancha incluyen pasajes o caminos de grava,
bordillos de carreteras, y similares.

Los compuestos herbicidamente activos o formula-
ciones que los contienen se distribuyen conveniente-
mente, por pulverizador o por otro dispersor adecuado,
10 por el área que ha de ser tratada, preferiblemente a
razón de aproximadamente 0,23 a aproximadamente 7,3
kg. de ingrediente activo por 40 áreas. Cuando se usa
una pulverización como medio de distribución, las com-
posiciones herbicidas se aplican preferiblemente a ra-
15 zón de 0,45 a 1,8 kg. de ingrediente activo por 40
áreas. Sin embargo, si las composiciones o formulacio-
nes herbicidas se aplican al área particular en una
forma granular, a partir de la cual se desprende len-
tamente el herbicida activo de modo que hay una acción
20 herbicida más prolongada, se emplea generalmente una
cantidad mayor de material activo por área que cuando
se usa una pulverización, estando esta mayor cantidad
en el intervalo de 0,9 a 3,6 kg. de ingrediente activo
por 40 áreas.

25 Plantículas, semillas en germinación y plantas ma-
duras de muchas variedades de gramíneas mueren por el
procedimiento de tratamiento anterior, incluyendo aqué-
llas tanto gramíneas indeseables como las gramíneas
salvajes (Digitaria sanguinalis y Digitaria ischaemum);
30 almorejos verdes y amarillos (Setaria viridis y Setaria



lutescens); gramínea de Johnson (Sorghum halepense);
galio (Eleusine indica); sandbur (Cenchrus pauciflorus);
panizo capilar (Panicum capillare); y similares, así
como también las gramíneas deseables tal como Gramínea
5 de Bermuda (Cynodon Dactylon); gramínea azul de Kentucky
(Poa pratensis); lastón (Festuca sp.); pata de gallo
(Dactylis glomerata); y hierba carmín (Agrostis alba).

Las malezas de hoja ancha que pueden ser elimina-
das de las áreas infestadas por esta invención incluyen
10 muchas de las más comunes y abundantes malezas conoci-
das, entre las que están incluídas malezas que pertene-
cen a las Amaranthaceae tal como cenizo, Polygonaceae,
tal como el pimiento de agua, Chenopodiaceae, tal como
las valerianelas, Portulacaceae, como la verdolaga, y
15 Malvaceae, tal como la hoja de terciopelo.

Como podría esperarse, las malezas de hoja ancha
no son afectadas por los herbicidas de esta invención
en tanto que tales malezas pertenezcan a las familias
Solanaceae, Compositae, Cruciferae y Rosaceae, enumera-
20 das arriba.

Los herbicidas de esta invención no afectan el
crecimiento de plantas de recolección diferentes de los
miembros de las cuatro familias de plantas de hoja an-
cha explicadas arriba. Por ejemplo, las plantículas de
25 maíz, algodón, alfalfa, lino, sorgo y glicina no se
afectan por la aplicación de un compuesto representado
por la fórmula de arriba en una cantidad suficiente pa-
ra destruir gramíneas en germinación. Las plantas madu-
ras de algodón y sorgo tampoco son afectadas por aplica-
30 ción de una cantidad de uno de los herbicidas de esta

302525

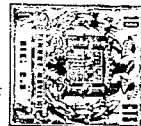


invención suficiente para erradicar las malezas gramíneas y malezas de hoja ancha del área de recolección.

Los siguientes ejemplos ilustran más claramente la invención. Ha de entenderse, sin embargo, que tales ejemplos son solamente ilustrativos, y no se proponen como limitaciones del objeto de esta invención.

EJEMPLO 1

El siguiente procedimiento experimental se utilizó para demostrar la eficacia de las composiciones de esta invención en la exterminación de gramíneas en germinación y plantículas, sin afectar la germinación de semillas y el crecimiento de plantículas de plantas seleccionadas de hoja ancha: Se preparó un suelo que constaba de una parte de tierra de albañilería y una parte de tierra mantillosa desmenuzada mezclados juntamente en un mezclador de cemento. Se colocaron 3,80 litros de este suelo en una plataforma falvanizada de 25 x 35 cm., y se alisó con un cepillo de banco hasta horizontalidad. Se usó un marcador de tres hileras para hacer surcos de $2\frac{1}{2}$ cm. de profundidad en aproximadamente dos quintas partes de la plataforma. En estos surcos se colocaron las semillas de cosecha que constaban de cuatro granos de maíz, cinco semillas de algodón y cinco semillas de soja. Se colocó después una plantilla de surcos en el suelo restante, y se plantaron las cantidades indicadas de cada una de las siguientes semillas, una especie para cada sección: almorejo (mijo), 100 mg.; mostaza de hoja ancha, 50-75 mg.; cenizo salvaje, 30-50 mg.; y gramínea salvaje grande, 350-400 mg. Se añadió



suficiente tierra para cubrir toda la plataforma. De ese modo, las semillas de maleza fueron cubiertas hasta una profundidad de aproximadamente 6 mm. y las semillas de planta de cosecha fueron cubiertas hasta una
5 profundidad de aproximadamente 3 cm.

Al ensayar el efecto de las composiciones como herbicidas pre-emergentes, se colocó una plataforma preparada como arriba, tomada bien el día de la plantación o al día siguiente, se colocó en una cámara
10 equipada con una placa giratoria y un extractor de aire. La composición herbicida, tanto si era una emulsión del tipo de pulverización como un polvo mojable, fué aplicada a la plataforma con un atomizador DeVilbiss modificado, enganchado a una fuente de aire. Se aplica-
15 ron doce ml. y medio de la composición bajo ensayo a cada plataforma, bien el día de la plantación o al día siguiente. Para medir la eficacia de las composiciones herbicidas como herbicidas post-emergentes, se utilizó la misma disposición experimental, excepto que las pla-
20 taformas se rociaron después de nueve a doce días en un invernadero, dependiendo la duración del crecimiento de la estación y de la intensidad de luz. Se hicieron clasificaciones de los daños y observaciones en cuanto al tipo de daño, en cada caso once a doce días después
25 del tratamiento. La escala de clasificación de daño utilizada fué como sigue:

302525

TABLE I

Clasificación de daño en tratamiento pre-emergente

Compuesto	Kg/40 áreas	Matz	Algodón	Soja	Gramínea salvaje	Mostaza	Cenizo	Almorejo Wilo
N,N-dimetil difenilacetamida	3,63	1,2	0,2	1	4	1,7	2,5	4
	1,81	0,6	0	0,2	4	0,8	1,8	4
	0,91	0,4	0	0	4	0,6	1,8	4
	0,45	0	0	0	3,6	0	1,2	4
	0,27	0	0	0	2,7	0	1	2,7
0,13	0	0	0	1	0	0	0	
N,N-dieteril difenilacetamida	3,63	1	0	0	4	2	3	4
	1,81	0	0	0	4	1,5	2	4
	0,91	0	0	0	4	1	1	4
	0,45	0	0	0	3,5	1	1,5	2,5
	0,27	0	0	0	3	0,5	2	3,5
0,13	0	0	0	3	1	0	3	
N,N-dimetil-(2,4-diclorofenil) fenilacetamida	3,63	0	0	0	4	2	3	4
	1,81	0	1	1	4	1	3	4
	0,91	0	0	0	4	1	2	4
	0,45	0	0	0	3,5	0,5	2	3,5
	0,27	0	0	0	3	0	1	3
0,13	0	0	0	3	1	0	3	
N,N-dimetil(3-tolil) Fenilacetamida	3,63	0	0	0	4	0	2	4
	1,81	0	0	0	4	0	3	4
	0,91	0	0	0	3	0	1	4
	0,45	0	1	1	3	0	0	3
	0,27	0	0	0	4	2	3	4
0,13	0	0	0	4	1	2	4	
0,91	0	0	0	4	0	1	4	
0,45	0	0	0	3	0	0	4	

10 Fin

230





- 0 - ningún daño
- 1 - ligero daño
- 2 - daño moderado
- 3 - grave daño
- 4 - muerte

5

Quando se realizó más de una determinación, se calculó un valor medio para clasificar el daño.

Las tablas I y II exponen los resultados de los ensayos.

10

302525



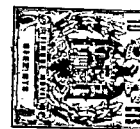
TABLA II

Grado de dafio en tratamiento post-emergente

Compuesto	Kf/40 áreas	Melz	Algodón	Soja	Gramínea salyaje	Hostaza	Cenizo	Almorejo Mijo
N,N-dimetil difenilacetamida	3,65	2,5	0	1,5	2,5	0,7	1,7	2,3
	1,81	1,5	0	1	2	0	1	1,5
	0,91	0,5	0	1	1	0	0,5	1
N,N-dietil difenilacetamida	0,45	0	0	1	1	0	2	1
	3,65	2,5	1	2	3	3	3	3
	1,81	1	1	1	3	2	2	2
N-etil-N-metil difenilacetamida	0,91	0	0	1	2	1	1	1
	3,65	2	1	2	2	2	2	3
	1,81	1	0	2	1	2	2	2
N,N-dimetil(2,4-diclorofenil)- fenilacetamida	0,91	0	0	1	1	1	1	1
	0,45	0	0	1	0	0	0	0
	3,65	0	0	0	0	1	0	0
N,N-dimetil(3-tolil)-fenilacetamida	1,81	0	0	0	0	0	0	0
	0,91	0	0	0	0	0	0	0
	3,65	3	0	2	1	2	1	2
	1,81	1	1	1	0	0	0	2
	0,91	1	0	1	0	0	0	0
	0,45	0	0	0	0	0	0	0

11 Bm

2025



En los ensayos de arriba, el compuesto bajo ensayo se formuló como pulverización por uno de los siguientes procedimientos. En un método el compuesto particular fué mojado por pulverización en un mortero con una parte de monolaurato de polioxietileno-monoanhidrosorbitol. A la pasta cremosa resultante se añadieron lentamente quinientas partes de agua para dar una dispersión acuosa con una concentración de tensioactivo de 0,2 por ciento. Esta dispersión era totalmente satisfactoria para aplicación por pulverización. En un segundo procedimiento el compuesto fué disuelto en un volumen de acetona y la solución en acetona fué diluída con diecinueve volúmenes de agua que contenía 0,1 por ciento de monolaurato de polioxietileno-monoanhidrosorbitol.

EJEMPLO 2

Se realizó un ensayo posterior de tres compuestos específicos representados por la fórmula de arriba contra un espectro más extenso de plantas que el que se incluyó en el ensayo preliminar. Entre estas plantas estaban plantas de hoja ancha, ornamentales y de recolección, y ciertas gramíneas de recolección. Los compuestos se ensayaron sobre las plantas, tanto contra la etapa pre-emergente como post-emergente de crecimiento.

Las tablas III y IV exponen los resultados de estos ensayos, en los que se usaron las mismas clasificaciones del daño que en las Tablas I y II, siendo la clasificación un valor medio cuando se realizó más de

un ensayo.



302525

TABLE III

Clasificación de daño en tratamiento pre-emergente de plantas de hoja ancha y gramíneas diversas

Planta	Variedad	N,N-dimetil difenilacetamida				N,N-dietil difenilacetamida				N,N-dialil difenilacetamida			
		Kilos por 40 áreas				Kilos por 40 áreas				Kilos por 40 áreas			
Alfalfa	Ranger	0	0	1	1	0	0	1	2	0	0	1	1
Trébol	Rojo	2	2	2	2	1	3	2	3	1	2	2	3
Lino		0	0	1	1	0	0	0	1	0	0	0	0
Gramínea de Johnson		-	3	3	4								
Gramínea de nuez	Amarillo	0	1	0	1	0	0	0	0	0	0	0	1
Ambrosía	Común	0	0	0	0	0	2	1	1	0	0	1	0
Pimiento de agua	Pennsylvania	0	1	3	3	0	0	1	3	0	0	1	2
Sorgo	Amak R-10	0	1	1	1	0	0	1	3	0	0	1	2
Remolacha	No. 359	0	0	0	1								
Tomates	Rutgers	0	0	1	1	0	0	0	0	0	0	1	1
Trigo	Bermellón	0	0	1	2	0	1	2	2	0	0	1	2
Avena silvestre		1	1	2	3	1	1	2	3	0	0	1	2





TABLA IV

Clasificación de daño en tratamiento post-emergente de plantas de hoja ancha y gramíneas diversas

Planta	Variedad	N,N-dimetil difenilacetamida				N,N-dietil difenilacetamida				N,N-dialil difenilacetamida			
		Kilos por 40 áreas				Kilos por 40 áreas				Kilos por 40 áreas			
		0.225	0.45	0.91	1.81	0.45	0.91	1.81	3.61	0.45	0.91	1.81	3.61
Alfalfa	Ranger	0	0	1	1	0	1	1	2	0	1	1	2
Trébol	Rojó	0	1	1	2	1	2	2	2	0	1	2	2
Trébol	Rojó	0	0	1	1	1	1	1	1	0	1	1	1
Gramínea de nuez	Amarillo	0	0	1	1	0	0	1	1	0	0	0	1
Ambrosía	Común	0	0	0	1	0	0	1	1	0	0	1	1
Pimiento de agua	Pennsylvania	0	1	2	2	1	1	2	3	0	1	1	1
Sorgo	Amak R-10	1	1	1	2	0	0	0	1	0	0	0	0
Remolacha	No. 359	0	0	1	1	0	0	1	1	0	0	0	1
Tomates	Rutgers	0	0	1	1	0	0	1	1	0	0	0	1
Trigo	Bermellón	0	0	1	2	2	2	2	2	1	1	2	2
Avena silvestre	Bermellón	0	1	2	2	0	1	0	1	0	1	1	1

302525



EJEMPLO 3

La N,N-dimetil difenilacetamida posee sobresaliente actividad contra gramíneas en ensayo pre-emergente, y tiene una notable carencia de fitotoxicidad para plantas de hoja ancha que pertenecen a las familias Solanaceae, Compositae, Cruciferae y Rosaceae en ensayo post-emergente, como se expone en las tablas I-IV. El compuesto se sometió a unas series de pruebas de campo en varias formulaciones.

- 10 1. Formulación Granular - Se mezclaron en forma pastosa 500 g. de N,N-dimetil difenilacetamida con 2,2 Kg. de fenil cellosolve, y la mezcla resultante se calentó hasta aproximadamente 40° C con ligera agitación hasta que no hubo
15 presente ningún sólido visible. La solución se pulverizó después a elevada temperatura, bajo una presión de aproximadamente 0,35 a 0,56 kilos por centímetro cuadrado, sobre 7,3 kg. de arcilla de atapulgita calcinada de tamiz 30/60.
20 Los gránulos fueron revueltos por toda la impregnación para conseguir homogeneidad, y el volteo se continuó hasta que se obtuvo un producto homogéneo y fluido en seco. El producto resultante contenía 5 por ciento en peso de
25 N,N-dimetil difenilacetamida, 22 por ciento de disolvente, y 73 por ciento de gránulos de arcilla.
- 30 2. Polvo mojable - 0,45 Kg. de N,N-dimetil difenilacetamida se mezcló en seco completamente con 136,2 g. de sílice sintética hidratada finamente



5 dividida, 32,4 g. de lignosulfonato de sodio,
y 25,9 g. de N-metil-N-oleoil taurato de sodio.
Después se pasó una vez esta mezcla a través
de un molino de martillo para producir un pol-
vo con un tamaño máximo de partícula de malla
100 aproximadamente. La composición final con-
tenía 70 por ciento de N,N-dimetil difenilace-
tamida, 21 por ciento de sílice hidratada sin-
tética, 5 por ciento de dispersante y 4 por
10 ciento de agente humectante.

3. Concentrado emulsificable - Se preparó un con-
centrado emulsificable que contenía 0,15 kg.
por litro, disolviendo 13 g. de N,N-dimetil
difenilacetamida en un disolvente de dos com-
15 ponentes que contenía tres partes de xileno
por dos partes de fenil cellosolve. A esta so-
lución se añadió una mezcla compleja de emul-
sificadores de alcohílarilsulfonato y no ióni-
cos, como agente emulsificante. La composición
20 final de este concentrado líquido era, en peso,
de 15,3 por ciento de N,N-dimetil difenilaceta-
mida, 41,3 por ciento de xileno, 35,4 por cien-
to de fenil cellosolve y 8,0 por ciento de
emulsificador.

25 Al realizar las pruebas de campo, fué aplicada N,N-
dimetil difenilacetamida, en una formulación de polvo
mojable preparada como se indica arriba, en forma pre-
emergente a parcelas de 4,6 metros cuadrados a razón de
1,81, 3,63 y 5,44 kg. de compuesto activo por 40 áreas.
30 El examen de estas parcelas al final de cuatro semanas

302525



mostró que hubo eliminación de por encima del 99 por ciento de malezas gramíneas en la parcela tratada, comparada con el número de malezas gramíneas presentes en la parcela de control no tratada.

5 La tabla V da las clasificaciones del daño a las plantas en la parcela de ensayo, tal como se determinó por este ensayo. En la tabla, la columna 1 da la proporción de aplicación de N,N-dimetil difenilacetamida en kilogramos por 40 áreas; la columna 2, la clasificación del daño contra las malezas gramíneas; la columna 3, la clasificación del daño contra las plantas de hoja ancha; la columna 4, la clasificación del daño contra tomates. Las clasificaciones de daño son las mismas que las empleadas en las tablas I-IV.

15

TABLA V

Clasificaciones de daño

	<u>Proporción de aplicación de N,N-dimetil difenilacetamida en Kg/40 áreas</u>	<u>Malezas gramíneas</u>	<u>Malezas de hoja ancha</u>	<u>Tomates</u>
20	1,81	4,0	1,9	,3
	3,63	4,0	2,1	,8
	5,44	4,0	3,1	1,0

25 Como puede verse de la tabla V, la N,N-dimetil difenilacetamida actuó sobresalientemente contra las malezas gramíneas con sólo un mínimo daño a las plantas de tomate. Al mismo tiempo, el compuesto tenía excelente acción herbicida contra las malezas de hoja ancha susceptibles. La maleza de Jimson, un miembro de la misma familia de plantas que el tomate, infestó densamente el área de

30



ensayo, y puesto que su crecimiento no fué afectado por la N,N-dimetil difenilacetamida, el grado de daño contra malezas de hoja ancha fué más bajo de lo que habría podido esperarse con una población de malezas más cerca de lo normal. Además, se encontró que el peso en seco de las plantas de tomate aumentó en las áreas en las que fueron eliminadas las malezas gramíneas y una mayoría de las plantas de hoja ancha por la aplicación a las mismas de N,N-dimetil difenilacetamida. Este aumento llegó al 95 por ciento para parcelas tratadas al nivel de aplicación de 1,81 kg. por 40 áreas de N,N-dimetil difenilacetamida, 45 por ciento al nivel de aplicación de 3,63 kg. por 40 áreas, y 35 por ciento al nivel de aplicación de 5,44 kg. por 40 áreas.

Pueden formularse otros compuestos dentro del campo de la presente invención para producir las composiciones herbicidas de nuestra invención siguiendo el procedimiento anterior, debiendo entenderse que la relación de dispersantes y agentes humectantes puede requerir ser variada, dependiendo de las propiedades físicas del compuesto particular.

EJEMPLO 4

En una segunda prueba de campo, se aplicó N,N-dimetil difenilacetamida a un campo cultivado que se estableció de tomates, empleando tanto formulación granular como en polvo mojable preparadas como se indica arriba. Por consiguiente, se aplicó N,N-dimetil difenilacetamida post-emergente a los tomates, pero pre-emergente a la población de malezas.



La tabla VI da el control de porcentaje de malezas gramíneas y de hoja ancha para diferentes niveles de aplicación de N,N-dimetil difenilacetamida, bien en forma de una formulación de polvo mojable, bien en una
5 formulación granular.

TABLA VI

Aplicación de N,N-dimetil difenilacetamida en un campo de tomates

Formulación	Cantidad Kg/40 áreas	Control porcentual	
		Gramíneas	Malezas de hoja ancha
Polvo mojable	0,91	96,6	-
	1,36	98,0	31,4
	1,81	98,2	23,2
	2,27	98,2	61,6
	2,72	96,2	16,3
Granular	1,81	96,2	41,9
	2,72	96,4	23,2
	3,63	99,2	52,3
No tratado	-	-	-

20

Como anteriormente, la maleza de Jimson fué una principal maleza de hoja ancha presente, y el porcentaje de control fué por tanto un poco menor de lo que habría podido esperarse con una población de malezas más cerca
25 de lo normal.

En una posterior prueba de campo de N,N-dimetil difenilacetamida, el compuesto se aplicó como una formulación de polvo mojable a un campo en el que se habían plantado semillas de sorgo, maíz y gramínea de Johnson,
30 pero antes de su germinación. Se realizó una prueba de



campo similar en la que se plantaron tres legumbres -alfalfa, trébol pie-de-pájaro y lespedeza coreana- junto con gramínea salvaje grande como una maleza gramínea, y se aplicó N,N-dimetil difenilacetamida al área pre-emergente en forma de polvo mojable.

Los compuestos de esta invención son relativamente no tóxicos para mamíferos; por ejemplo, la dosis media letal oral de N,N-dimetil difenilacetamida para ratones fué de aproximadamente 700 mg/kg, y la dosis media letal interperitonealmente o subcutáneamente era aproximadamente de 800 a 1000 mg/kg.

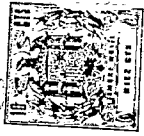
Algunos de los herbicidas de esta invención pueden prepararse haciendo reaccionar cloruro de difenilacetilo o un cloruro de difenilacetilo adecuadamente sustituido con una amina secundaria en presencia de una base. (Ver el procedimiento de Gokhale y otros, Diario de la Universidad de Bombay, Vol. 16, páginas 32-36, (1948)).

Algunos de los herbicidas de esta invención son compuestos nuevos que pueden prepararse por los siguientes procedimientos.

Preparación de

N,N-dimetil(p-clorofenil)fenilacetamida

10 g. de ácido (p-clorofenil)fenilacético se calentaron a temperatura de reflujo con 25 ml. de cloruro de tionilo durante 1½ horas aproximadamente. El exceso de cloruro de tionilo se separó por evaporación en vacío, y el cloruro de (p-clorofenil)fenilacetilo así preparado fué vertido en 100 ml. de una solución acuosa de dimetilamina al 25 por ciento. El producto aceitoso que contenía la N,N-dimetil(p-clorofenil)fenilacetamida for-



mada en la anterior reacción fué extraído en éter, y la capa de éter se lavó con sucesivas porciones de 100 ml. de agua, solución de carbonato de sodio al 10 por ciento, y agua. La capa de éter se separó, y se eliminó el éter por destilación en vacío. El residuo que contenía la N,N-dimetil(p-clorofenil)fenilacetamida se recristalizó a partir de una mezcla de benceno y hexano y fundía a 58-59° C aproximadamente.

Análisis Calculado: N, 5,12. Encontrado: N, 5,45.

10

Preparación de

N,N-dimetil(3,4-diclorofenil)fenilacetamida

Siguiendo el procedimiento precedente, se vertió cloruro de (3,4-diclorofenil)fenilacetilo, preparado tratando el ácido correspondiente con cloruro de tionilo, en un exceso de una solución acuosa de dimetilamina al 25 por ciento. El producto se extrajo y se purificó por el procedimiento de la preparación precedente, siendo la recristalización a partir de etanol diluído. La N,N-dimetil(3,4-diclorofenil)fenilacetamida así preparada fundía a 94-95° C aproximadamente.

15

20

Análisis Calculado: N, 4,55. Encontrado: N, 4,36.

Preparación de

N,N-dimetil(2,4-diclorofenil)fenilacetamida

Siguiendo el procedimiento previamente descrito, se vertió cloruro de (2,4-diclorofenil)fenilacetilo, preparado haciendo reaccionar el ácido correspondiente con cloruro de tionilo, en 10 ml. de una solución acuosa de dimetilamina al 25 por ciento. La N,N-dimetil(2,4-diclorofenil)fenilacetamida así formada se purificó por el procedimiento previamente descrito, y fundía a aproxima-

25

30



damente 105-106° C, después de recristalización a partir de etanol acuoso.

Análisis Calculado: N, 4,55 Encontrado: 4,86.

Preparación de

5 N,N-dimetil 2,4'-dicloro-difenilacetamida

Siguiendo el procedimiento previamente descrito, se vertió cloruro de 2,4'-dicloro-difenilacetilo, preparado a partir del ácido correspondiente por la reacción de cloruro de tionilo, en un exceso de una solución acuosa de dimetilamina al 25 por ciento. La N,N-dimetil 2,4'-diclorodifenilacetamida así formada se purificó por el procedimiento previamente descrito, y fundía a 58-60° C aproximadamente, después de una doble recristalización a partir de una mezcla disolvente de benceno-hexano.

10
15

Análisis Calculado: N, 4,55. Encontrado: N, 4,28.

Preparación de

N,N-dimetil(4-fluorofenil)fenilacetamida

Siguiendo el procedimiento previamente descrito, se vertió cloruro de (4-fluorofenil)fenilacetilo, preparado haciendo reaccionar el ácido correspondiente con cloruro de tionilo, en un exceso de una solución acuosa de dimetilamina al 25 por ciento. La N,N-dimetil(4-fluorofenil)fenilacetamida así formada fué purificada por el procedimiento previamente descrito y fundía a aproximadamente 90-91° C, después de recristalización a partir de etanol acuoso.

20

25

Análisis Calculado: N, 5,44. Encontrado: N, 5,48.



Preparación de

N,N-dimetil(3-tolil)fenilacetamida

5 Siguiendo el procedimiento previamente descrito, se vertió cloruro de (3-tolil)fenilacetilo, preparado
10 haciendo reaccionar el ácido correspondiente con cloruro de tionilo, en un exceso de una solución acuosa de dimetilamina al 25 por ciento. La N,N-dimetil(3-tolil)fenilacetamida así formada se aisló por el procedimiento previamente descrito y se purificó por destilación; punto de ebullición = 144-146° C a una presión de 0,1 mm. de mercurio aproximadamente.

Análisis Calculado: N, 5,53. Encontrado: N, 5,60;

Preparación de

N,N-dimetil difeniltioacetamida

15 Una mezcla de reacción compuesta por 47,8 g. de N,N-dimetil difenilacetamida y 24,4 g. de pentasulfuro de fósforo disuelto en 200 ml. de piridina se agitó a temperatura de reflujo durante 2 horas aproximadamente, tiempo después del cual la mezcla caliente de reacción
20 fué lentamente vertida en agua mantenida a aproximadamente 80° C. La mezcla se mantuvo a temperatura ambiente durante 16 horas aproximadamente, y se recogió por filtración un precipitado de N,N-dimetil difeniltioacetamida formada en la anterior reacción. La recristalización del precipitado a partir de etanol seguida por
25 una recristalización a partir de una mezcla disolvente de benceno-hexano produjo N,N-dimetil difeniltioacetamida que fundía a 125-127° C aproximadamente.

Análisis Calculado: C, 75,25; H, 6,71; N, 5,49.

30 Encontrado: C, 74,70; H, 6,54; N, 5,22.



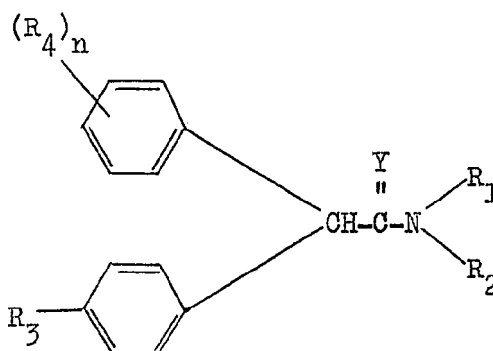
5

- N O T A -

Los puntos de invención propia, no nueva pero no establecida, practicada ni divulgada en España que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Introducción por DIEZ años, son los siguientes:

1.- Un procedimiento para la preparación de composiciones herbicidas mezclando con un vehículo un compuesto representado por la fórmula siguiente:

15



20

en donde R₁ y R₂ son miembros del grupo que consta de metilo, etilo, n-propilo, isopropilo y alilo; R₃ es un miembro del grupo que consta de hidrógeno y cloro; R₄ es un miembro del grupo que consta de metilo y halógeno; n está seleccionado del grupo que consta de 0,1 y 2; e Y es un miembro del grupo que consta de oxígeno y azufre.

30

2.- Un procedimiento de acuerdo con el punto 1 en



el que el ingrediente activo es N,N-dimetil difenilacetamida.

3.- Un procedimiento de acuerdo con el punto 1 en el que el ingrediente activo es N,N-dietil difenilacetamida, N-etil-N-metil difenilacetamida, N,N-dimetil (3-tolil) fenilacetamida, o N,N-dimetil (2,4-diclorofenil) fenilacetamida.

4.- Un procedimiento para la preparación de composiciones herbicidas.

10 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veinte y seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

9 de 1904

P.A.

302525

A.F.A.