



304798

PATENTE DE INVENCIÓN

Le A 8384-Spanien.

## *Memoria Descriptiva*

*sobre*

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE  
UN MEDIO HERBICIDA".

*Solicitante:* **FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT**, entidad  
alemana, residente en Leverkusen-Bayerwerk, Ale-  
mania.

La presente invención se refiere al empleo  
como herbicidas de las anilinas N,N-diacílicas.

Ya se ha dado a conocer al emplear como her-  
bicidas los aniluros del ácido propiónico, especial-  
5. mente el 3,4-dicloroamiluro del ácido propiónico,

304 798

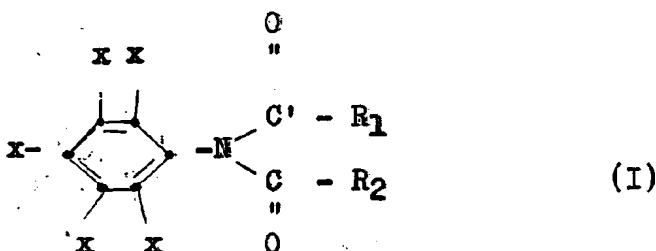


preferentemente como herbicida selectivo en las plantaciones de arroz. El 3,4-dicloroaniluro del ácido propiónico se considera como un herbicida selectivo especialmente bueno en las plantaciones de arroz. Muestra sin embargo,

- 5. las desventajas de una compatibilidad insuficiente en el arroz, así como una actividad también insuficiente contra distintas hierbas en las plantaciones de arroz, tal como la *Echinochloa crus galli*.

Se ha descubierto que las anilias diacílicas de

- 10. fórmula general



donde R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> son radicales hidrógeno o hidrocarburos alifáticos en algún caso sustituidos por halógeno con 1-6 átomos de carbono y X puede ser hidrógeno, alquilo con 1 - 3 átomos de carbono, halógeno alcoxi y/o nitro

- 15. muestran fuertes propiedades herbicidas, especialmente propiedades herbicidas selectivas.

Se ha de considerar como extraordinariamente sorprendente, que las anilinas diacílicas, a emplear según la presente invención, muestran propiedades herbicidas más fuertes, especialmente herbicidas más selectivas, que el 3,4-dicloroaniluro del ácido propiónico. Las anilinas diacílicas representan por lo tanto un valioso enriquecimiento de la técnica.

- 20.

Las anilinas diacílicas están exactamente defi-

304798



nidas por la fórmula (I) anterior. En esta fórmula R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> son preferentemente hidrógenos alquilo con 1 - 4 átomos de carbono, alquenoilo con 2 - 4 átomos de carbono. Estos dos grupos pueden estar sustituidos por cloro y/o bromo. X es preferentemente grupos hidrógeno, alquilo con 1 - 3 átomos de carbono, alcoxi con 1 - 3 átomos de carbono, cloro, bromo y fluoro así como por nitro.

5.

10.

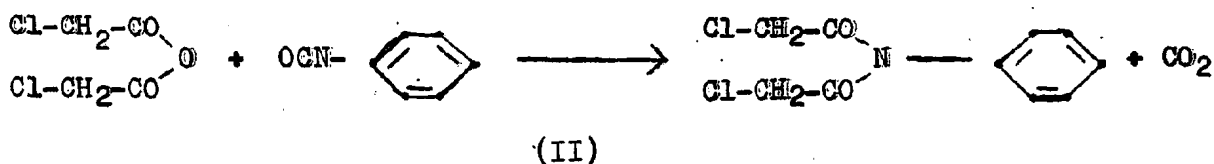
Como ejemplos de los materiales a emplear según la presente invención sean mencionados por ej. dipropionil-4-cloroanilina, dipropionil-3,4-dicloroanilina, diacetilo-4-cloroanilina.

15.

La mayoría de las anilinas diacéticas a emplear según la presente invención, se obtienen según distintos procedimientos.

Así pues se obtienen las anilinas dihalogenoacetilicas por reacción de anhídrido del ácido halogenoacético con isocianatos aromáticos bajo disociación de bióxido de carbono, por ej. según el esquema de fórmulas siguiente:

20.



También se puede obtener la anilina diacética tratando las anilinas con anhídrido acético a tempera-

304798



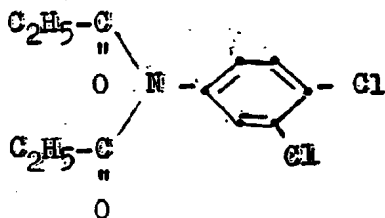
turas más elevadas (Soc. 79, 533 (1901) y Am. Soc. 46, 2052 (1924).

La dipropionil-3,4-dicloroanilina se obtiene por ej. si el 3,4-dicloro-fenilisocianato se calienta en presencia de diluyentes, tal como triclorobenzol durante unas 6 horas a 230°. La disociación de bióxido de carbono está entonces terminada. La anilina diacética se puede obtener pura mediante destilación del producto de reacción.

10. P.E. 203 - 210°C/15 mm,

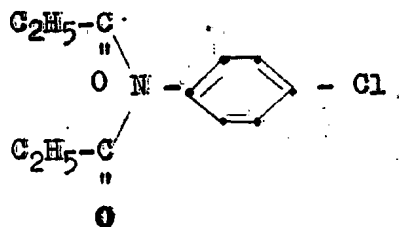
En igual forma se obtiene la dipropionil-4-clo-roanilina con un punto de ebullición de 181 - 182°C/14 mm. A continuación se indican los análisis para estos dos materiales:

15. Análisis



Encontrado: C 52,51% H 4,83 %  
N 5,53%

Calculado: C 52,6% H 4,75 %  
N 5,12%



(III)

Encontrado: C 60,48% H 5,92 %

Calculado: C 60,3% H 5,86 %

Los materiales según la presente invención se pueden emplear para combatir las hierbas malas. Bajo hierbas malas, en el sentido más amplio de la palabra,



se han de entender todas las plantas que crecen en sitios donde son indeseadas. El que los materiales según la presente invención actúen como herbicidas totales o selectivos depende esencialmente de la cantidad empleada.

5.

Los materiales según la presente invención se pueden emplear por ej. en las plantas siguientes: Dicotiledóneas, tales como Sinapis, Lepidium, Galium, Stellaria, Matricaria, Galinsoga, Chemopodium, Urtica, Senecio, Gossypium, Beta, Cucus, Phaseolus, Solanum, Coffea; Monocotiledóneas, tales como Phleum, Poa, Festuca, Eleusine, Setaria, Lolium, Bromus, Echinochloa, Zea, Oryza, Avena, Hordeum, Triticum, Panicum, Saccharum.

10.

15.

Las anilinas diacílicas son especialmente adecuadas como herbicidas selectivos, se pueden emplear en el arroz y en los tomates para combatir las hierbas malas así como en los trigos.

20.

Comparando por ej. el efecto del conocido 3,4-dicloroaniluro del ácido propiónico con el efecto de las anilinas diacílicas se demuestra que los materiales a emplear según la presente invención con una mayor eficacia contra por ej. la Echinochloa crus galli (una importante hierba mala en el arroz en todos los países cultivadores de arroz del mundo) muestran simultáneamente una mejor compatibilidad con el arroz. (véase ej. 1). Especialmente buena compatibilidad presentan

25.

3 17 98



las anilinas diacíclicas en los tomates (véase ej. 2). Además las anilinas diacíclicas son superiores a las anilinas monoacíclicas en la selectividad en relación con los cereales, (véase ej. 3).

5. Los materiales según la presente invención se pueden transformar en las formulaciones usuales, tales como concentrados emulsionables, polvos de rociado, pastas, polvos solubles, medios de pulverización y granulados.
10. Estas se obtienen alargando los materiales activos con disolventes y/o materiales vehículo, en caso dado empleando emulsionadores y/o medios de dispersión (véase Agricultural Chemicals, Marzo 1960, págs. 35 - 38).  
Como materiales auxiliares entran principalmente en consideración:
  15. Disolventes, tales como aromatos (por ej. xilol) aromatos clorizados (por ej. clorobenzoles), parafinas (por ej. fracciones de petróleo bruto), alcoholes (por ej. metanol), aminas (por ej. amina etanólica) y agua;
  20. materiales vehículo, tales como las harinas de rocas naturales (por ej. caolinas, creta) y harinas de rocas sintéticas (por ej. ácido salicílico altamente disperso); medios de emulsión, tales como los emulsionadores no ionógenos y aniónicos (por ej. éster poliooxietilénico del ácido graso y sulfonatos alquílicos) y medios de dispersión, tal como lignina.
  - 25.

Los materiales activos según la presente inven-

3

7 8



ción se pueden presentar en las formulaciones en mezcla con otros materiales activos conocidos.

5. Las formulaciones contienen por lo general entre 0,1 y 95 % en peso de material activo, preferentemente entre 0,5 y 90.

10. Las anilinas diacéticas se pueden emplear como tales o en forma de sus formulaciones o en las formas de aplicación derivadas de ellas. La aplicación se efectúa en la forma usual, por ej. mediante rociado, pulverizado o espolvoreado.

Preparación de la solución de rociado y esquema de evaluación

Disolvente: 10 partes en peso de acetona

15. Emulsionador: 5 partes en peso de éter alquiloarilopoli-  
glicólico

20. Para la obtención de una preparación de material activo conveniente, se mezcla 1 partes en peso de material activo con la cantidad indicada de disolvente, se agrega la cantidad de emulsionador mencionada y el concentrado se diluye a continuación con agua a la concentración deseada.

25. Con el preparado de material activo se rocían plantas de ensayo, hasta estar justamente húmedas como de rocío. Tres semanas después se comprueba el grado de daño de la planta y se determina con las cifras 0 - 5, que tienen el significado siguiente:



304798-9

- 0 ningún efecto
- 1 manchas de quemado ligero individuales
- 2 claros daños en las hojas
- 3 algunas hojas y partes del tallo en partes muertas
- 5. 4 planta parcialmente destruída
- 5 planta totalmente destruída

Ejemplo 1

*Echinochloa crus galli* y *Oryza sativa* se rocían en tres estados distintos de desarrollo con las concentraciones indicadas en la tabla.

10.

Material activo	Concentración en %	grado de daños					
		Mijo			Arroz		
		2-3	4-5	6-7	2-3	4-5	6-7
<chem>Clc1ccc(NC(=O)CC)cc1</chem>	0,4	5	4	3-4	2	1-2	1-2
	0,2	5	4	2-3	1-2	1	1
	0,1	4-5	4	1-3	0	0	0

(IV)

<chem>Clc1ccc(NC(=O)CC)cc1</chem>	0,4	5	5	4	11	1	1-2
	0,2	5	4-5	3-4	0	0	0
	0,1	5	4	3	0	0	0

Ejemplo 2

*Chenopodium album*, *Sinapis alba*, *Galinsoga parviflora* y *Solanum lycopersicum* se trataron con las concentraciones indicadas en la tabla. Las plantas tenían,

314 798



según su clase, una altura de 5 - 15 cm.

Material activo	Concentración en %	Chenopodium	Sinapia	Galinsoga	Solanum I
$\text{Cl} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{NH} - \overset{\text{O}}{\parallel} \text{C} - \text{C}_2\text{H}_5$	0,2	5	5	5	5
	0,1	5	5	5	5
	0,05	5	4-5	4-5	4-5

(V)

$\text{Cl} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{N} \begin{cases} \text{CO} - \text{C}_2\text{H}_5 \\ \text{CO} - \text{C}_2\text{H}_5 \end{cases}$	0,2	5	5	5	1
	0,1	5	5	5	0
	0,05	5	5	5	0

Ejemplo 3

Stellaria media, Chenopodium album, Sinapis alba, Galinsoga parviflora, Avena sativa y Triticum aestivum se rociaron con las concentraciones indicadas en la tabla.

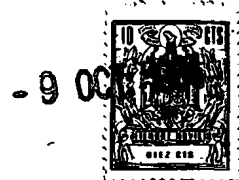
Material activo	Concentración en %	Stellaria	Chenopodium	Sinapis	Galinsoga	Avena	Triticum
$\text{Cl} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{NH} - \text{CO} - \text{C}_2\text{H}_5$	0,2	5	5	5	5	5	4
	0,1	4	5	5	5	4	3
	0,05	2	5	5	5	4	3

(VI)

$\text{Cl} - \text{C}_6\text{H}_4 - \text{N} \begin{cases} \text{CO} - \text{C}_2\text{H}_5 \\ \text{CO} - \text{C}_2\text{H}_5 \end{cases}$	0,2	5	5	5	5	2-3	2
	0,1	4	5	5	5	2	1
	0,05	3	5	5	5	0	0

Ejemplo 4

Arroz, mijo, remolacha, avena, algodón, trigo, mostaza, tomates y judías se rociaron con preparados



304798

de material activo húmedos como de rocío que tenían las concentraciones de material activo mencionadas en la tabla a continuación:

Material activo	Concentración en %	Grado de daños								
		Arroz	Mijo	Remolacha	Avena	Algodón	Trigo	Mosca	toma	Ju-tes
	0,4	1	4-5	4	3	3	3	5	2	2
	0,2	0	4-5	2	3	1	3	5	1	2
	0,1	0	4	0	0	1	2	5	0	1
	0,05	0	3-4	0	0	1	0	4	0	1
	0,4	1	5	5	4-5	4	4	5	2	4-5
	0,2	1	5	5	3	3	3	5	2	4
	0,1	0	4-5	4	2	1	2	5	1	4
	0,05	0	4	1	1	1	0	5	0	4

(VII)

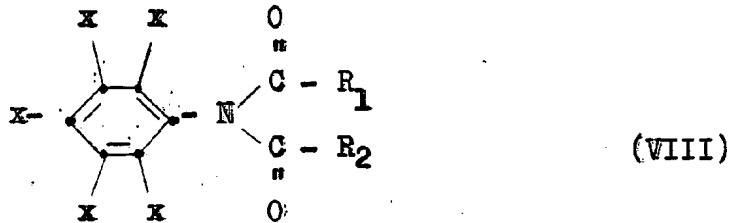
NOTA

5. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Alemania con fecha y número siguientes: 11 de octubre de 1.963, nº F 40.976 - IVa/45 1, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo
10. lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN MEDIO HERBICIDA" ; caracterizán-
- 15.



dose por lo siguiente: 304 798 - 90

1ª.- Procedimiento para la preparación de un medio herbicida, caracterizado por el hecho de que se mezcla una anilina diacíclica de fórmula general

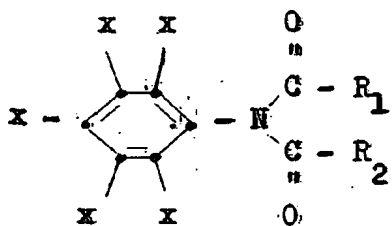


5. con una solución orgánica inerte auxiliar, que puede contener un agente emulsionador y un medio de dispersión; en dicha fórmula R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> representan hidrógeno o un resto de hidrocarburo alifático, en caso dado, sustituido por halógeno, con 1 a 6 átomos de carbono, y X hidrógeno, alkilo con uno a tres átomos de carbono, halógeno, alcoxi y/o nitro.
- 10.

2ª.- Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizado porque el producto obtenido se mezcla con un diluyente líquido inerte, de viscosidad adecuada.

15.

3ª.- Procedimiento para la preparación de un medio herbicida, especialmente bajo forma sólida, caracterizado porque se mezcla una anilina diacíclica de fórmula general



304 798 -9



(VIII)

con un vehículo sólido finamente pulverizado, inerte, que puede contener un medio emulsionador y un medio de dispersión; en dicha fórmula R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> y X tienen los significados indicados en la reivindicación 1ª.

5.

4ª.- Procedimiento, según reivindicación 3ª, caracterizado porque el producto obtenido se mezcla íntimamente con un vehículo sólido, inerte, finamente dividido y de gran superficie activa.

10.

5ª.- "Procedimiento para la preparación de un medio herbicida"; tal y como queda descrito substancialmente en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 12 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, - 9 OCT. 1964

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

GOMEZ ACEBO Y MODEI  
s. r.