



1967

326225

3 26225

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

a favor de:

FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT, vormalis Meister Lucius & Brünig, de nacionalidad alemana, residente en Frankfurt (M) - Hoechst (República Federal Alemana), por:

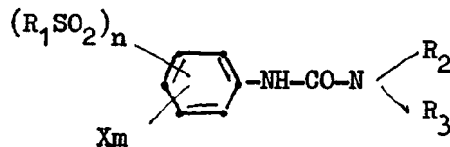
"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS PRODUCTOS DE SULFONILARILUREA Y SU EMPLEO COMO AGENTES PARA COMBATIR LAS MALAS HIERBAS".

Memoria descriptiva

Constituyen el objeto del presente invento procedimientos para la preparación de productos de sulfonilarilurea y su empleo como agentes para combatir las malas hierbas.

Se han descubierto procedimientos para la preparación de productos de sulfonilarilurea de la fórmula general

5



10

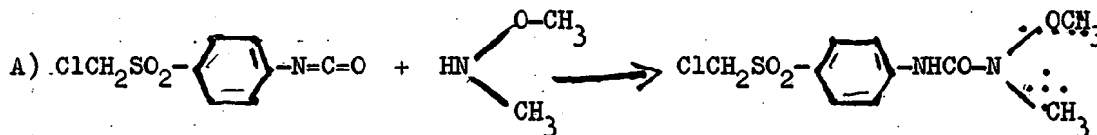
donde R_1 significa un resto alcoholo con 1 a 4 átomos de carbono, saturado

326225

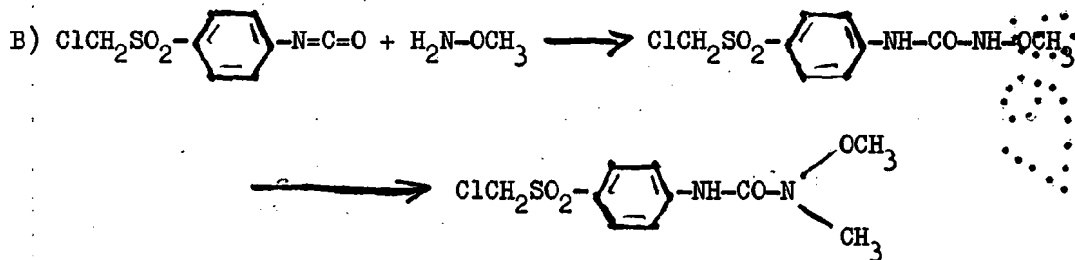


1967

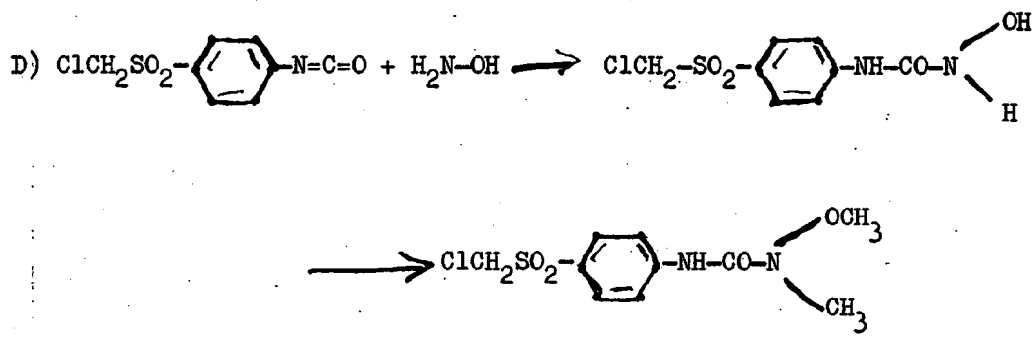
75



80



85



90

Las reacciones de los isocyanatos de sulfonilarilo o de cloruros de ácido carbámico con las aminas o con las hidroxilaminas alcoholadas se llevan a cabo ventajosamente a temperaturas inferiores a 50°C con o sin diluyentes. Son diluyentes adecuados, por ejemplo, benceno, tolueno, dioxano, dimetilformamida.

95

La reacción de los isocyanatos de sulfonilarilo con hidroxilamina se realiza ventajosamente en una mezcla de dos fases de agua y un disolvente orgánico no miscible con agua a temperaturas inferiores a 40°C.

100

Las alcoholaciones se llevan a cabo ventajosamente en suspensión alcalina acuosa o en mezclas de un álcali acuoso y un disolvente orgánico. Adecuadamente, la adición de la lejía alcalina y del agente de alcoholación se realiza al mismo tiempo con control del pH, pero también se puede disponer la urea junto con el agente de alcoholación en un disolvente orgánico y añadir a continuación la lejía alcalina, en el caso de compuestos poco sensibles a los álcalis, se puede también proceder en el orden inverso. La temperatura de la reacción de-

326225



105 pende, naturalmente, de la reactividad del agente de alcoholación empleado y está entre 10 y 90°C.

Compuestos de partida para los procedimientos A, B, C, D, son por ejemplo: isocianato de 4-(metil-sulfonil)-fenilo, isocianato de 2-cloro-4-(metil-sulfonil)-fenilo, isocianato de 2-(etilsulfonil)-5-trifluorometil-fenilo, isocianato de 2-metoxi-5-(etilsulfonil)-fenilo, isocianato de 4-(clorometilsulfonil)fenilo, isocianato de 4-(bromometilsulfonil)-fenilo, isocianato de 3-(cloroetilsulfonil)-fenilo e isocianato de 4-(vinilsulfonil)-fenilo.

115 Son accesibles por fosgenación de las aminas correspondientes o sus clorhidratos.

Se obtienen las O,N-dialcoholhidroxilaminas por hidrólisis de los ésteres de ácidos N-alcohol-N-alcoxicarbámicos que son accesibles por alcoholación de los hidroxuretanos. Las O,N-dialcoholhidroxilaminas de sustitución simétrica se obtienen por alcoholación de los ésteres de ácidos N-alcoxi-carbámicos y saponificación subsiguiente de los productos de la reacción.

120 Las O-alcoholhidroxilaminas son accesibles por alcoholación de la sal de Fremy e hidrólisis sucesiva de los productos de la reacción.

125 Las N-alcoholhidroxilaminas se preparan por reducción de los correspondientes nitroalcanos.

La alcoholación en los procedimientos B, C y D se realiza con sulfatos de dialcoholo, con haluros de alcoholo y con toluenosulfonatos de alcoholo.

130 Las nuevas sulfonilarilureas se obtienen con buenos rendimientos y, casi sin excepción, son compuestos cristalizados. Por lo común pueden emplearse tal como se obtienen, pero también pueden seguirse purificando por recristalización desde los disolventes orgánicos usuales.

Ejemplo 1

N-(4-clorometilsulfonil)-fenil-N'-metoxiurea

135 0,2 moles = 46 g. de isocianato de 4-(clorometilsulfonil)-fenilo se disuelven a 30°C. en 250 ml. de benceno absoluto. A 30°C. se añaden a gotas, agitando, 0,3 moles = 15 g. de O-metilhidroxilamina disueltos en 30 ml. de benceno absoluto y se mantiene la temperatura todavía durante 1 hora a 30°C. Después de enfriar, se filtra con succión la urea precipitada y se seca.

326225

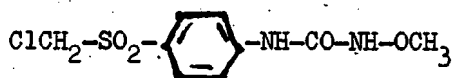


1967

140

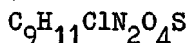
Rendimiento: 52 g. de p. de f. 165-168°C.; después de recristalizar desde acetato de etilo, p. de f. 170-172°C.

Análisis:



Calc. 10,0 % N 12,7 % Cl

145



PM 278,5

Hall. 10,2 % N

12,8 % Cl

Los siguientes compuestos utilizables de acuerdo con el invento se preparan según el procedimiento descrito en el ejemplo 1, sustituyendo los componentes de la reacción del ejemplo 1 por cantidades equimolares de las sustancias indicadas en la tabla.

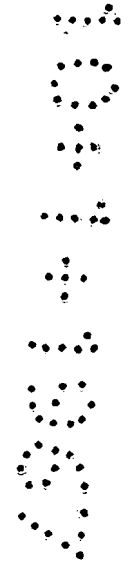


Ejemplo	Isocianato	Amina	Producto	P. de f.	Análisis
150					
2	<chem>CH3-SO2-C6H4-N=C=O</chem>	<chem>H2N-CH3</chem>	N-4-metilsulfonil-fenil-N'-metilurea	172-173°C.	Cal. 12,3 % N 14,0 % S Hall. 12,3 % N 14,0 % S
3	"	<chem>HN(CH3)2</chem>	N-4-metilsulfonil-fenil-N',N'-dimetilurea	211-214°C.	Cal. 11,6 % N 13,2 % S Hall. 11,4 % N 13,3 % S
4	"	<chem>HN(CH3)OCH3</chem>	N-4-metilsulfonil-fenil-N'-metoxi-N'-metilurea	149-151°C.	Cal. 10,8 % N 12,4 % S Hall. 10,7 % N 12,4 % S
5	<chem>CH3-SO2-C6H4-N=C=O</chem> Cl	<chem>HN(CH3)2</chem>	N-4-metilsulfonil-2-clorofenil-N',N'-dimetilurea	148-151°C.	Cal. 10,1 % N 12,8 % Cl Hall. 10,0 % N 13,0 % Cl
6	"	<chem>HN(CH3)OCH3</chem>	N-4-metilsulfonil-2-clorofenil-N'-metoxi-metilurea	108-110°C.	Cal. 12,1 % N 9,9 % Cl Hall. 12,2 % N 9,5 % Cl
7	<chem>F3C-C6H4-N=C=O</chem> SO ₂ C ₂ H ₅	<chem>H2N-CH3</chem>	N-3-trifluorometil-6-etilsulfonil-fenil-N'-metilurea	128-131°C.	Cal. 9,0 % N 10,9 % S Hall. 9,0 % N 10,6 % S
8	"	<chem>HN(CH3)2</chem>	N-3-trifluorometil-6-etilsulfonil-fenil-N',N'-dimetilurea	109-110°C.	Cal. 8,6 % N 9,9 % S Hall. 8,7 % N 10,1 % S
9	"	<chem>HN(CH3)OCH3</chem>	N-3-trifluorometil-6-etilsulfonil-fenil-N'-metoxi-N'-metilurea	48-52°C.	Cal. 8,2 % N 9,4 % S Hall. 8,3 % N 9,6 % S

2022



Ejemplo	Isocianato	Amina	Producto	P. de f.	Análisis
185		$\text{HN} \begin{matrix} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_2 \\ \\ \text{CH}_3 \end{matrix}$	N-2-metoxi-5-etilsulfonil-fenil-N',N'-dimetilurea	179-180°C.	Cal. 9,8 % N 11,2 % S Hall. 9,6 % N 10,9 % S
190	"	$\text{HN} \begin{matrix} \text{OCH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{matrix}$	N-2-metoxi-5-etilsulfonil-fenil-N'-metoxi-N'-metilurea	129-130°C.	Cal. 9,3 % N 10,6 % S Hall. 9,1 % N 10,6 % S
195		$\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_3$	N-4-clorometilsulfonil-fenil-N'-metilurea	224-226°C.	Cal. 10,7 % N Hall. 11,0 % N
200	"	$\text{H}_2\text{N}-\text{C}_2\text{H}_5$	N-4-clorometilsulfonil-fenil-N'-etilurea	184-187°C.	Cal. 10,1 % N 12,8 % Cl Hall. 10,3 % N 12,8 % Cl
205	"	$\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_2-\text{CH} \begin{matrix} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{matrix}$	N-4-clorometilsulfonil-fenil-N'-i-butilurea	156-157°C.	Cal. 9,2 % N 11,6 % Cl Hall. 9,3 % N 11,7 % Cl
210	"	$\text{HN} \begin{matrix} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 \end{matrix}$	N-4-clorometilsulfonil-fenil-N',N'-dimetilurea	178-182°C.	Cal. 10,1 % N Hall. 10,4 % N
	"	$\text{HN} \begin{matrix} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5 \end{matrix}$	N-4-clorometilsulfonil-fenil-N',N'-dietilurea	137-139°C.	Cal. 9,2 % N Hall. 9,5 % N
	"	$\text{HN} \begin{matrix} \text{C}_3\text{H}_7(n) \\ \\ \text{C}_3\text{H}_7(n) \end{matrix}$	N-4-clorometilsulfonil-fenil-N',N'-di-n-propilurea	126-128°C.	Cal. 10,6 % Cl 8,4 % N Hall. 10,7 % Cl 8,4 % N



326225

Ejemplo	Isocianato	Amina	Producto	P. de f.	Análisis
215	<chem>ClCH2-SO2-C6H4-N=C=O</chem>	<chem>C3H7(i)</chem> HN	N-4-clorometilsulfonil-fe nil-N',N'-di-i-propilurea	153-155°C.	Cal. 8,4 % N 10,6 % Cl Hall. 8,3 % N 10,4 % Cl
220	"	<chem>C4H9(n)</chem> HN	N-4-clorometilsulfonil-fe nil-N',N'-di-n-butilurea	149-151°C.	Cal. 7,8 % N 9,9 % Cl Hall. 7,6 % N 10,0 % Cl
225	"	<chem>OCH3</chem> HN <chem>CH3</chem>	N-4-clorometilsulfonil-fe nil-N'-metoxi-N'-metil- urea	150-152°C.	Cal. 9,6 % N Hall. 10,0 % N
230	"	<chem>OCH3</chem> HN <chem>C2H5</chem>	N-4-clorometilsulfonil-fe nil-N'-metoxi-N'-etilurea	113-114°C.	Cal. 11,6 % Cl Hall. 11,4 % Cl
235	"	<chem>H2N-CH3</chem>	N-4-bromometilsulfonil-fe nil-N'-metilurea	206-210°C.	Cal. 9,1 % N 26,0 % Br Hall. 9,1 % N 25,9 % Br
	"	<chem>CH3</chem> HN <chem>CH3</chem>	N-4-bromometilsulfonil-fe nil-N',N'-dimetilurea	171-173°C.	Cal. 8,7 % N 24,9 % Br Hall. 8,7 % N 24,6 % Br
	"	<chem>OCH3</chem> HN <chem>CH3</chem>	N-4-bromometilsulfonil-fe nil-N'-metoxi-N'-metilurea	131-132°C.	Cal. 8,3 % N 23,7 % Br Hall. 8,3 % N 23,7 % Br
	<chem>SO2CH2CH2Cl</chem> -N=CO <chem>C6H4</chem>	<chem>OCH3</chem> HN <chem>CH3</chem>	N-3-cloroetilsulfonil-fe nil-N'-metoxi-N'-metilurea	93-96°C.	Cal. 9,1 % N 11,6 % Cl Hall. 9,1 % N 11,1 % Cl



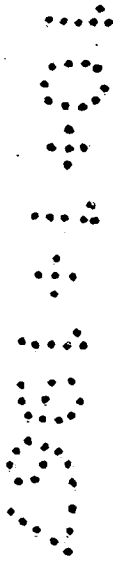
326225

Ejemplo	Isoocianato	Amina	Producto	P. de f.	Análisis
240					
26	$\text{CH}_2=\text{CH}-\text{SO}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{N}=\text{C}=\text{O}$		N-(4-vinilsulfonil)-fenil-N'-metoxi-N'-metilurea	Céreo	Cal. 11,8 % S Hall. 11,5 % S
245			N-(3-clorometilsulfonil)-fenil-N',N'-dimetilurea	183-184°C.	Cal. 12,8 Cl Hall. 12,9 Cl
250	$\text{SO}_2\text{CH}_2\text{Cl}$		N-(3-clorometilsulfonil)-fenil-N'-metoxi-N'-metilurea	147-148°C.	Cal. 12,1 Cl Hall. 11,8 Cl
255		$\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_3$	N-(3-clorometilsulfonil)-fenil-N'-metil-urea	220-222°C.	Calc. 13,5 Cl Hall. 13,5 Cl
260	$\text{H}_5\text{C}_2\text{SO}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{N}=\text{C}=\text{O}$		N-(4-etilsulfonil)-fenil-N',N'-dimetil-urea	152-154°C.	Cal. 10,9 N Hall. 10,6 N
			N-(4-etilsulfonil)-fenil-N'-metoxi-N'-metil-urea	113-116°C.	Cal. 10,3 N Hall. 10,2 N
		$\text{H}_2\text{N}-\text{CH}_3$	N-(4-etilsulfonil)-fenil-N'-metil-urea	156-158°C.	Cal. 11,5 N Hall. 11,2 N



1961

326225



326225



Ejemplo 33

N-4-clorometilsulfonil-fenil-N'-metil-N'-metoxi-urea

265

Se reunen 0,2 moles = 56 g. de N-4-cloro-metilsulfonil-fenil-N'-metoxiurea junto con 100 ml. de metanol y 0,22 moles = 9 g. de hidróxido sódico disueltos en 90 ml. de agua. A 30-40°C. se añaden, agitando vigorosamente, 0,22 moles = 28 g. de sulfato de dimetilo. Después de realizada aproximadamente la mitad de la adición tiene lugar la cristalización. Se mantiene la temperatura todavía durante 1 hora a 40°C., se filtra con succión y se seca.

270

Rendimiento: 56 g.

P. de f. 145° (sinteriz.)

146-147°C. transpar.

275

El punto de fusión mixto con una muestra que se ha producido por adición de O,N-dimetilhidroxilamina a isocianato de 4-clorometilsulfonil-fenilo (Ejemplo 20), no da ninguna depresión.

Ejemplo 34

N-4-clorometilsulfonil-fenil-N'-etil-N'-metoxi-urea

280

Se procede de manera análoga al ejemplo 33. En lugar de sulfato de dimetilo se emplean 0,22 moles = 34 g. de sulfato de dietilo.

Rendimiento en producto bruto: 48 g.

Después de recristalización desde etanol: P. de f. 111-113°C.

El punto de fusión mixto con el producto del procedimiento del ejemplo 21 no da ninguna depresión.

285

Ejemplo 35

N-4-clorometilsulfonil-fenil-N'-metil-N'-metoxi-urea

290

0,15 moles = 25 g de $(\text{NH}_2\text{OH})_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ se disuelven en 80 ml de agua y se ponen en el recipiente de reacción A T = 0-5°C., se añaden a gotas, con agitación, 0,3 moles de hidróxido sódico = 27 ml de lejía sódica al 33%, hasta que el valor del pH ha llegado a 7,0. Entonces se añaden 80 ml de metanol.

295

A 0°C. y manteniendo el valor del pH de 7, se añaden simultáneamente y con agitación una solución de 0,2 moles = 46 g. de isocianato de 4-clorometil-sulfonil-fenilo en 200 ml de CH_2Cl_2 y el resto de la lejía de sosa cáustica. Se sigue agitando durante 1 hora a temperatura ambiente, se expulsa CH_2Cl_2 por destilación en el vaporizador rotativo, el residuo se pone en suspensión de agua, se filtra el producto con succión, se lava con agua

326225



hasta la eliminación de los iones sulfato y se seca.

Rendimiento: 50 g. P. de f. 140°C. (sinteriz.)

300

148°C. desc. con desarrollo de gas.

Toda la cantidad se disuelve en 350 ml. de metanol. A 20-25°C., se añaden a gotas simultáneamente 0,5 moles = 63 g. de sulfato de dimetilo y 50 ml. de lejía de sosa cáustica 10 normal. Hacia el final de la reacción, precipita el producto; se mantiene durante 2 horas a temperatura ambiente, se filtra con succión, se lava con agua y se seca.

305

Rendimiento: 41 g. P. de f. = 143-145°C.

Muestra de éster acético: P. de f. = 145-147°C.

El punto de fusión mixto no da depresión alguna con el producto del procedimiento del ejemplo 20.

310

Como muestran los ejemplos siguientes, los nuevos agentes pueden emplearse en las usuales formulaciones para herbicidas con el fin de combatir las malas hierbas en cultivos tales como patatas, nabos, cereales y maíz, siendo respetados los cultivos. Los ejemplos, naturalmente, son susceptibles de variaciones y ello tanto en lo que respecta a la formulación especial con componentes inertes para preparados en polvo o líquidos como también en lo que respecta al empleo de humectantes, adherentes, dispersantes y, en caso necesario, agentes auxiliares de molienda.

315

Ejemplo 36

10 g de N-4-clorometilsulfonil-fenil-N'-metil-N'-metoxi-urea se disuelven en 100 ml de cloroformo y la solución obtenida se mezcla con 90 g de atapulgita granulada comercial. Se expulsa el disolvente por destilación. Se obtiene un granulado que no forma polvo, y que contiene la sustancia herbicida arriba mencionada.

320

Del mismo modo pueden formularse como granulados las otras materias activas de acuerdo con el invento.

325

Ejemplo 37

Un polvo denominado de rociado dispersable en agua ("wetttable powder") se obtiene por mezcla a fondo de

25 partes de N-4-clorometilsulfonil-fenil-N',N'-dimetil-urea

330

64 partes de ácido silícico que contiene caolín

10 partes de pez de celulosa y

1 parte de oleilmetiltaurida de sodio.

326225



Del mismo modo pueden formularse como polvos de pulverización para suspensiones acuosas los otros materiales activos de acuerdo con el invento.

335 Ejemplo 38

Un concentrado de emulsión consiste en
15 partes de N-4-clorometilsulfonil-fenil-N',N'-dietilurea
75 partes de metanol y
10 partes de nonilfenol oxietilado

340 Del mismo modo pueden formularse como concentrados de emulsión las otras materias activas de acuerdo con el invento. En lugar de metanol, pueden emplearse también otros disolventes orgánicos, como dimetil-formamida o sulfóxido de dimetilo, así como otros humectantes, como oleil-metiltaurida de sodio o dibutil-naftalinsulfonato de sodio.

345 Ejemplo 39

En recipientes de material sintético se siembran mostaza silvestre y los cereales cebada, centeno y trigo y a continuación se tratan con un polvo de rociado suspendido en agua que tiene un contenido en materia activa de 50 partes de N-(4-clorometil-sulfonil-fenil)-N'-metil-N'-metoxiurea junto con
350 50 partes de material inerte, consistente en materiales humectantes, adherentes y portadores, en cantidad aplicada de 2,5 Kg. de materia activa por hectárea.

355 Se comprobó que con esta cantidad aplicada, la mostaza silvestre estaba completamente aniquilada pero que el centeno, la cebada y el trigo habian sido completamente respetados.

360 En un ensayo paralelo realizado con fines comparativos con la misma cantidad de materia activa de N-(4-clorofenil)-N'-metoxi-N'-metilurea las plantas de mostaza silvestre, ciertamente, fueron aniquiladas, pero al mismo tiempo, con esta cantidad de aplicación, fueron fuertemente dañados también los cultivos útiles de trigo, cebada y centeno.

Ejemplo 40

365 Un denominado polvo de rociado suspendido en agua, consistente en 25 partes del compuesto N-(4-clorometilsulfonil-fenil)-N'-metil-urea y 75 partes de material inerte consistente en sustancias humectantes, adherentes y portadoras según el ejemplo 2, se aplicó en el invernadero, poco antes del brote de maíz, habas, judías y de diversas malas hierbas como mostaza silvestre,

326225



1967

armuelle, hierba cana, escabiosa, en una cantidad aplicada de 5 kg de sustancia activa por hectárea. Como agente de comparación sirvió una N-(3,4-diclorofenil)-N',N'-dimetil-urea.

370

Se comprobó que las plantas de cultivo fueron completamente respetadas por el compuesto reivindicado al paso que las malas hierbas habían sido totalmente aniquiladas. En el caso del agente comparativo, es cierto que todas las malas hierbas fueron también destruidas, pero, al mismo tiempo, lo fueron también los cultivos útiles.

375

Ejemplo 41

Se aplicó en el invernadero un polvo de rociado suspendido en agua consistente en 50 partes del compuesto N-(4-clorometilsulfonil-fenil)-N',N'-dimetilurea y 50 partes de material inerte consistente en sustancias humectantes, adherentes y portadoras poco antes del brote de cebada, trigo, avena, centeno y maíz así como de diversas malas hierbas sembradas al mismo tiempo, como mostaza silvestre, bolsa de pastor, armuelle, canaspique y escabiosa, y se comparó con la acción del conocido compuesto N-(4-clorofenil)-N',N'-dimetilurea, realizándose la prueba en cuanto a sus propiedades activas y selectivas.

380

385

De esta prueba resultó que incluso empleando cantidades de 2,0 kilos de sustancia activa por hectárea, quedaron sin dañar todas las especies de cereales como maíz, cebada, trigo, avena y centeno, mientras que las malas hierbas, quedaron aniquiladas con esta cantidad de empleo. En oposición a esto, el agente de comparación destruyó las malas hierbas, pero también todos los cultivos útiles.

390

Ejemplo 42

Un denominado polvo de rociado suspendido en agua, consistente en 50 partes de N-(4-clorometilsulfonil-fenil)-N',N'-diethylurea y 50 partes de material inerte (sustancias humectantes, adherentes y portadoras) se aplicó en una cantidad de 1,25; 2,5 y 5 kilos de sustancia activa por hectárea poco antes del brote de maíz como cultivo y de mostaza silvestre así como de poa de un año como malas hierbas. Como agente de comparación sirvió el conocido compuesto N-(4-clorofenil)-N',N'-dimetilurea en las mismas cantidades de empleo.

395

400

Con el agente reivindicado, el maíz fué completamente respetado incluso con la máxima cantidad de empleo, mientras que las malas hierbas mostaza silvestre y poa de un año fueron destruidas con la cantidad de empleo mínima de

326225

326225



1,25 kilos de sustancia activa por hectárea.

El agente de comparación destruyó, ciertamente, asimismo las malas hierbas pero también destruyó los cultivos.

405

Ejemplo 43

Un denominado polvo de rociado en suspensión en agua, consistente en 50 partes del agente reivindicado N-(4-bromometil-sulfonil-fenil)-N'-metoxi-N'-metilurea y 50 partes de material inerte consistente en sustancias humectantes, adherentes y portadoras se probó en cantidades de empleo de 1,0; 2,0 y 4,0 kilos de sustancia activa por hectárea directamente después de la siembra de remolacha azucarera en tierra libre. Como agente de comparación sirvió un preparado comercial que contenía 50 partes de N-(3,4-diclorofenil)-N'-metoxi-N'-metilurea que se empleó en la misma cantidad de sustancia activa.

410

415

El agente reivindicado respetó por completo la remolacha pero aniquiló las malas hierbas existentes, tales como mostaza silvestre, espérgula, armuelle, hierba cana y bolsa de pastor.

420

Es cierto que con el agente de comparación fueron también destruidas las malas hierbas pero al mismo tiempo la remolacha fue aniquilada con la cantidad mínima de empleo de 1 kilo de sustancia activa por hectárea, alcanzando esta destrucción más del 50%. Con 4 kilos de sustancia activa por ha., el agente de comparación destruyó toda la remolacha.

Ejemplo 44

425

Un denominado polvo de rociado en suspensión en agua, consistente en 50 partes del compuesto N-(4-clorometilsulfonil-fenil)-N'-metoxi-N'-etilurea como sustancia activa y 50 partes de material inerte consistente en sustancias humectantes, adherentes y portadoras, fué aplicado en la cantidad de 1,25; 2,5 y 5 kilos de sustancia activa por hectárea en cultivos poco antes del brote de matas de judías, habas, y guisantes. Como agente de comparación se probó el conocido compuesto N-(4-clorofenil)-N',N'-dimetilurea en las mismas cantidades de aplicación.

430

435

Incluso con la cantidad de aplicación más alta de 5 kilos por hect., el agente reivindicado no dañó los cultivos y destruyó las malas hierbas existentes hasta un 90%. El agente de comparación destruyó ciertamente, las malas hierbas pero también destruyó hasta más de un 50% de los cultivos.



326225

Ejemplo 45

440 En una plantación de grosella se empleó, para combatir las malas hierbas de hoja ancha, N-4-clorometilsulfonil-fenil-N',N'-dimetilurea en forma de un granulado al 10% preparado de la manera usual (véase ejemplo 36) en una cantidad de aplicación de 6 kilos de sustancia activa por hectárea. A modo de comparación, se empleó un granulado de formulación análoga con N-4-clorofenil-N',N'-dimetilurea como sustancia activa en la misma cantidad de aplicación.

445 Al apreciar los resultados 6 semanas después se vió que el compuesto reivindicado había anulado todas las fanerógamas de un año presentes y que las parcelas tratadas quedaron libres de malas hierbas hasta la recolección de la cosecha. Las plantas de grosella no fueron dañadas por el compuesto y produjeron el rendimiento normal.

450 El agente de comparación destruyó, ciertamente, todas las malas hierbas y las parcelas quedaron libres de ellas hasta la recolección, pero las plantas de grosella, en la primera apreciación, mostraron necrosis de los bordes de las hojas y decoloraciones en las hojas, que se reforzaron hasta el momento de la recolección.

Ejemplo 46

455 En trigo de invierno se empleó una emulsión acuosa de un denominado concentrado de emulsión, consistente en 20 partes de N-4-cloro-metilsulfonil-fenil-N'-metoxi-N'-metilurea, 70 partes de dimetilformamida y 10 partes de nonilfenol oxietilado, en hojas que se encontraban en el 6º estadio, en una cantidad de 2 kilos de sustancia activa por hectárea. Como agente de comparación sirvió un preparado del mismo modo, con N-3,4-diclorofenil-N',N'-dimetilurea como sustancia activa, en la misma cantidad de aplicación.

465 Al apreciar los resultados 14 días después del empleo, se vió que el compuesto reivindicado había aniquilado todas las malas hierbas de un año, mostaza silvestre a saber matricaria, jaramago, espérgula y armuelle, pero el cereal, por el contrario, no había sufrido ningún daño.

El agente de comparación, con la misma cantidad de aplicación, mostró, ciertamente, un buen efecto pero destruyó casi todo el trigo.

Esta solicitud corresponde a las presentadas en Alemania el 3 de Mayo de 1.965, bajo los números F 45 945 IVa/451 y F 45 946 IVb/120, se



326225

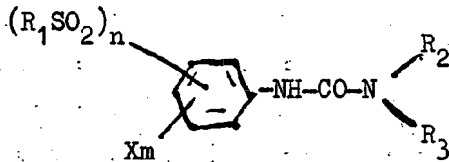
470

acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto de la Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio de la Unión.

REIVINDICACIONES

1). Un procedimiento para la preparación de nuevas sulfonilariluréas de la fórmula general

475



480

donde R₁ significa un resto alcoholo, saturado o insaturado, con 1 a 4 átomos de carbono, eventualmente sustituido con halógeno, R₂ significa hidrógeno o un resto alcoholo con 1 a 4 átomos de carbono, R₃ significa hidrógeno o un resto alcoholo o alcoxi con 1 a 4 átomos de carbono en cada caso, X

485

significa un resto halógeno, el grupo trifluorometilo, un resto alcoholo, alcoxi o nitro, n es 1 o 2 y m es un número del 0 al 2, con la condición de que R₂ y R₃ no pueden ser hidrógeno al mismo tiempo, caracterizado por-

490

que, teniendo en cuenta los sustituyentes correspondientes, se hacen reaccionar isocianatos de sulfonil-arilo con alcoholaminas o dialcoholaminas o, respectivamente, con O-alcoholhidroxilaminas o con O,N-dialcoholhidroxilaminas, o se hacen reaccionar isocianatos de sulfonilarilo con O-alcoholhidroxilaminas y se alcohola el producto del procedimiento, o se hacen reaccionar isocianatos de sulfonilarilo con N-alcoholhidroxilaminas y se alcohola el producto del procedimiento, o se hacen reaccionar isocianatos de sulfonilariló con hidroxilamina y se dialcohola el producto del procedimiento, o se hacen reaccionar sulfonilarilaminas con isocianatos de alcoholo o un cloruro de ácido dialcoholcarbámico, o se hace reaccionar cloruro de ácido sulfonilarilcarbámico con alcoholaminas o dialcoholaminas o, respectivamente, con O-alcoholhidroxilaminas o con O,N-dialcoholhidroxilaminas.

495

2). Los productos obtenidos según el procedimiento de la reivindicación 1).

500

3). El empleo de los productos obtenidos según la reivindicación 1) como

326225



1967

componente activo de compuestos herbicidas.

4). "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE NUEVOS PRODUCTOS DE SULFONILARIL UREA Y SU EMPLEO COMO AGENTES PARA COMBATIR LAS MALAS HIERBAS".

Esta Memoria consta de dieciocho hojas foliadas y mecanografiadas por un sólo lado de sus caras.

505

Madrid, 30 de Abril de 1.966

bae