



- 2 SEP

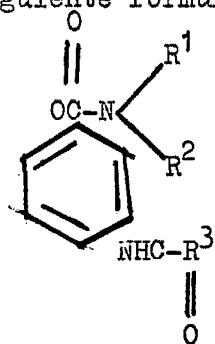
La presente invención, tal como su enunciado indica, se refiere a un método de obtención de compuestos herbicidas, según la descripción que del mismo se realice, que ha de entenderse en su más amplio sentido y no limitativamente.

5

Este invento se refiere a ciertos nuevos aminofenil carbamatos y a su uso como herbicidas efectivos.

Los compuestos que comprende el presente invento tiene la siguiente fórmula genérica.

10



15

en la que R¹ se selecciona del grupo consistente en hidrogeno y alquil bajo conteniendo de uno a cinco átomos de carbono; R² se selecciona del grupo consistente de - alquil conteniendo de dos a 8 átomos de carbono, ciclohexil, alquenil bajo conteniendo de dos a cuatro átomos de carbono, fenil, y fenil sustituido en el que dichos sustituyentes se seleccionan del alquil, bajo alcoxi, nitro y halógeno; y R³ es un grupo alquil conteniendo de uno a cinco átomos de carbono.

25

330768

- 3 -

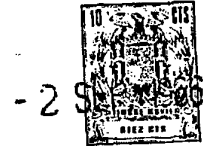


- 2 SEP

30 Los compuestos que aquí se examinan pueden ser preparados por varios métodos. El método más conveniente aplicado a la preparación de compuestos es - la reacción entre la m-propionamida fenol adecuada y un alquil isocianata. Puede ser empleado como medio de reacción un disolvente orgánico inerte, por ejemplo cloroformo, eter, dioxano o acetona. La acetona y las quetonas homólogas, fueron halladas especialmente convenientes debido a que la m-hidroxi propionanilida
35 es más soluble en estos disolventes que en otros disolventes inertes polares. El uso de la acetona como disolvente permite la recuperación conveniente del producto que era insoluble en el disolvente quetona. Se usó una amina terciaria, preferiblemente trietilamina, en cantidades catalíticas para promover la reacción. Se emplean temperaturas que permiten la operación en la fase líquida y que se encuentran entre la temperatura ambiente y la temperatura de reflujo de disolvente, si se usa alguno. Preferiblemente la mezcla de reacción se reflujo, generalmente
40 a una temperatura elevada.

45 Se observará que todos los compuestos del presente invento son fenil carbamatos sustituidos en la posición meta. En contraste, los compuestos presentes se distinguen perfectamente de los fenil carbamatos sustituidos que se describen en la patente de Estados Unidos
50 3.037.993 de Shulgin, el método anterior más parecido conocido de los solicitantes. Mientras Shulgin encuentra particular interés y capitalidad en la sutitución para del núcleo fenil, los presentes inventores observaron que

55



- 2 -

inersperadamente los isómeros meta según se describe aquí son considerablemente superiores en actividad herbicida. Se ha hallado que los compuestos aquí dados son particularmente eficaces como herbicidas. Son eficaces en el control de hierbas y plantas de hoja amplia con actividad antes y después de su emergencia.

Los compuestos del presente invento pueden hacerse de acuerdo con el siguiente ejemplo ilustrativo.

EJEMPLO

Preparación de m-(N-isopropilcarbamoiloxi) propionanilida.

Se disolvió m-hidroxi-propionanilida (3,3 g.) en 60 ml. de acetona en una redoma de fondo redondo equipada con un agitador, condensador de reflujo y embudo de goteo. A esta solución se añadieron 0,4 ml. de trietilamina. Se añadió isopropil isocianato (3 g.) gradualmente, con buena agitación de los reactantes. La precipitación del producto indicó que la reacción se estaba desarrollando satisfactoriamente. Cuando se hubo añadido todo el isocianato, la mezcla fue refluida durante 20 minutos, a continuación enfriada a temperaturas ambiente y dejada reposar durante la noche.

Se recuperó por filtración un producto sólido blanco. Se obtuvieron 4,1 g. del compuesto del título m.p. 198-90C.

La siguiente es una tabla de los compuestos preparados de acuerdo con el procedimiento antes descrito y los datos herbicidas dados para cada compuesto se obtuvieron de las siguientes pruebas.

330768

- 5 -



85 Ensayo de selección herbicida antes de la emer-
gencia: Utilizando una balanza analítica, se pesan 50 mg. c
del compuesto a ensayar sobre una pieza de papel vidriado
de pesar. El papel y el compuesto se colocan en una bote-
90 lla de 30 ml. de boca ancha, y se añaden 3 ml. de aceto-
na conteniendo un 1% de Tween 20, para disolver el com-
puesto. Si este material no es soluble en acetona, se uti-
liza en su lugar otro disolvente tal como agua, alcohol o
dimentil formamida (DMF). Cuando se usa DMF, solamente
95 se utilizan 0,5 ml. o menos para disolver el compuesto, y
después se utiliza otro disolvente para obtener el vo-
lúmen de 3 ml. Los 3 ml. de solución son rociados uni-
formmente sobre una pequeña plancha de Styrofoam una vez
al día después de plantar maleza en la plancha del suelo.
100 Se utiliza un atomizador número 152 DeVilbiss para apli-
car el rociamiento utilizando aire comprimido a una pre-
sión de 5 lb/pulgada cuadrada. El grado de aplicación
es de 20 libras por acre y el volumen de pulverización de 14
143 galones por acre.

105 El día anterior al tratamiento, la plancha de Sty-
rofoam, que tiene 7 pulgadas de larga, por 5 de ancho y 2,75
de profundidad se llena a una profundidad de 2 pulgadas
con una tierra vegetal de barro arenoso. Se plantan se-
millas de 7 especies diferentes, de hierbas malas en hi-
110 leras individuales utilizando una especie por hilera a lo
ancho de toda la plancha. Las semillas se cubren con hierbas



115 vegetal de manera que queden plantadas a una profundidad de 0,5 pulgadas. Las semillas utilizadas son (*digitaria sanguinalis*), (*Setaria viridis*), (*Echinocochloa crusgalli*), (*Avena fatua*), (*Amaranthus retroflexus*), (*Brassica juncea*), y (*Rumex crispus*). Se plantan suficientes semillas para dar de 20 a 30 retoños por hilera después de la emersión, dependiendo del tamaño de las plantas. (Generalmente se plantan de 30 a 50 planchas y se tratan el mismo día).

120 Después del tratamiento, las planchas son colocadas en un invernadero a una temperatura de 70 a 85 grados F. Dos semanas después del tratamiento se determina el grado de daño o control en comparación con planchas de comprobación no tratadas de la misma edad, y se registra. El sistema de clasificación es el siguiente:

- 125
- = sin daño importante (0 a 15% de control)
 - + = daño ligero (25 a 35% de control)
 - ++ = daño moderado (55 a 65% de control)
 - +++ = daño grave o muerte (85 a 100% de control)

130 Para representar la actividad total en las siete especies de hierbas malas se utiliza un índice de actividad. Simplemente se trata de sumar el número de marcas más de manera que un índice de actividad de 21 representa el control completo de las siete hierbas malas.

135 Ensayo de selección herbicida después de la emergencia:

330768

- 7 -



140 Para el control anterior a la emergencia se siembra semi-
llas de cinco especies de hierbas malas (*Digitaria*, *sanguinalis*, *Echinochola*, *crusgalli*, *Avena fatua*, *Brassica*
juncea, y *Rumex crispus*), y un cultivo florado (*Phaseolus*
145 *vulgaris*) en planchas de Styrofoam según se describe an-
teriormente. Las planchas se colocan en un invernadero
a 70 a 85° F y se riegan diariamente con un irrigador.
Unos 10 a 14 días después de hacer la plantación cuando
las hojas primarias de las plantas almendradas estén casi
150 abiertas y acaben de empezar a formarse las primeras ho-
jas trifoliadas, se pulverizan las plantas. La pulveriza-
ción se hace pesando 50 mg. del compuesto de ensayo, disol-
viendo en 5 ml. de acerona conteniendo un 1% de Tween 20
y añadiendo después 5 ml. de agua. La solución se pulveri-
155 za sobre el follaje utilizando un atomizador número 52
Devilbiss a una presión de aire de 5 lb/ pulgada cua-
drada. La concentración de pulverización es de 0,5% y la
proporción tendría que ser de 20 lb/ acre si toda la pul-
verización fuera retenida por las plantas y la tierra
160 vegetal, pero parte de la pulverización se pierde por
lo que se calcula que la proporción de aplicación es de
12, 5 lb/ acre. El volumen de pulverización es de 475 ga-
lones/acre.

Las plantas almendradas se utilizan para detectar
160 defoliantes y reguladores del crecimiento de plantas. Las

330768

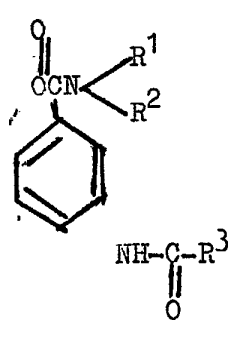


165 almendras de entresacan a dos o tres plantas por plancha cortando el exceso de plantas más débiles varios días antes del tratamiento. Las plantas tratadas se vuelven a colocar en el invernadero, se tiene cuidado de evitar el riego del follaje tratado con agua durante tres días -- después del tratamiento. El agua se aplica a la tierra-vegetal con una suave corriente de agua al final de una manguera, cuidando de no humedecer el follaje.

170 Las clasificaciones de daño se registran 14 días después del tratamiento. El sistema de clasificación es el mismo que se ha descrito antes para el ensayo previo a la emergencia, en el que se utilizan -, +, ++, y +++ ++, para los diferentes grados de daño y control. Los síntomas de daño también son los mismos que los relacionados antes para el ensayo previo a la emergencia, con la excepción de que no se usa IG (germinación inhibida), ya que las semillas han germinado ya antes del tratamiento en el ensayo de selección posterior a la emergencia.

180 El índice de actividad máxima de control completa de todas las especies en el ensayo de selección posterior a la emergencia es 18, lo que representa la suma de todas las marcas más obtenidas con las seis especies de plantas utilizadas en el ensayo.

185



330768



		<u>Actividad Herbicida</u>			
		<u>Indice de la actividad</u>			
<u>R</u>	<u>R</u>	<u>R</u>	<u>Antes de la</u>	<u>Despues de la</u>	
<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>	<u>emergencia</u>	<u>emergencia</u>	
	H	i-propil	etil	17	18
190	H	n-butil	etil	17	18
	H	ciclohexil	etil	16	18
	etil	etil	etil	20	18
	H	fenil	etil	10	17
	H	i-propil	i-propil	5	13
195	H	etil	etil	19	18
	H	octil	etil	3	4
	n-propil	n-propil	etil	15	18
	n-butil	n-butil	etil	10	17
	i-butil	i-butil	etil	8	11
200	H	n-propil	etil	18	18
	H	2-Me-fenil	etil	3	13
	H	d-Me-fenil	etil	1	15
	H	4-Me-fenil	etil	1	13
	H	2-Cl-fenil	etil	7	12
205	H	3-Cl-fenil	etil	1	13
	H	4-Cl-fenil	etil	0	12
	H	3,4-diclorofe nil	etil	2	17
	H	2,5-diclorofe nil	etil	1	13
	H	4-Br-fenil	etil	4	10
210	H	3-NO ₂ -fenil	etil	0	12
	H	2-etoxifenil	etil	1	12
	H	4-etoxifenil	etil	3	13
	H	sec-butil	etil	20	17



1966

330768

	H	iso-butyl	etil	20	17
215	H	t-butyl	etil	20	15
	H	alil	etil	21	17
	H	alil	i-propil	19	16
	H	etil	i-propil	19	15
	H	alil	metil	18	10
220	H	i-propil	metil	17	14
	H	i-propil	i-propil	15	13
	H	n-propil	metil	17	18
	H	n ^a -propil	i-propil	21	18
	H	n-butyl	metil	19	17
225	H	n-butyl	i-propil	21	18
	H	fenil	metil	14	13
	H	fenil	i-propil	9	15
	H	ciclohexil	metil	15	15
	H	etil	t-butyl	14	14
230	H	n-propil	t-butyl	11	11
	H	i-propil	t-butyl	12	6
	H	alil	t-butyl	11	12
	H	n-butyl	t-butyl	14	13
	H	etil	n-butyl	19	14
235	H	etil	pentil	9	12
	H	n-propil	n-butyl	12	13
	H	n-propil	pentil	6	9
	H	i-propil	n-butyl	12	17
	H	alil	n-butyl	12	16
240	H	alil	pentil	7	12
	H	n-propil	n-propil	17	18
	H	alil	n-propil	16	18
	H	n-butyl	n-propil	16	18
	H	ciclohexil	n-propil	5	11

330768

- 11 -



245 Los compuestos del presente invento pueden
ser utilizados como herbicidas anteriores a la emer-
gencia o posteriores a ella, y pueden ser aplicados en una
variedad de forma, a diversas concentraciones. En la prac-
tica, los compuestos se formulan generalmente por un ad-
250 jutor herbicida inerte, utilizando métodos bien conoci-
dos para los peritos en el arte, haciéndolos así adecua-
dos para aplicación como polvo, pulverización o empapado-
res. La cantidad aplicada dependerá de la naturaleza de
las semillas o plantas a controlar y el grado de aplica-
255 ción puede variar desde una a 50 litros por acre. Una
forma particularmente ventajosa de aplicar la composición
herbicida comprendiendo el adjutor y una cantidad eficaz
de compuesto del presente invento, es una estrecha banda a
lo largo de una hilera de plantas crecidas, montadas so-
260 bre dicha hilera.

Descrita suficientemente la naturaleza de la -
presente invención, se hace constar expresamente que cual-
quier modificación de detalle que pudiera introducirse se
considerará incluida dentro de la misma, en tanto no altere
265 sustancialmente sus características fundamentales.

Por último, se declaran de novedad y propia in-
vención las siguientes

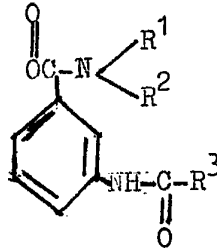
REIVINDICACIONES

1ª.- METODO DE OBTENCION DE COMPUESTOS HERBICIDAS,
270 caracterizado esencialmente por emplearse un adjutor her-
bicida inerte mezclado con una cantidad conveniente de un
compuesto, aplicándose sobre un habitat de hierbas malas



siendo el compuesto según la fórmula general

275



280

en la que R^1 se selecciona de un grupo consiste en hidrogeno o alquil conteniendo de una a cinco átomos de carbono; R^2 se selecciona del grupo consistente en alquil conteniendo de dos a ocho átomos de carbono, alquenal conteniendo de dos a cuatro átomos de carbono, ciclohexil, fenil y fenil sustituido, en el que dichos sustitutos se seleccionan del grupo consistente en alquil bajo halógeno, alcoxi bajo y nitro.

285

290

2^a.- METODO DE OBTENCION DE COMPUESTOS HERBICIDAS, según la reivindicación 1^a, caracterizado por el hecho de que R^2 puede ser etil, n-propil, i-propil, n-butil, i-butil, s-butil, t-butil, ciclohexil y alil, siendo R^1 hidrógeno y R^3 etil.

3^a.- METODO DE OBTENCION DE COMPUESTOS HERBICIDAS=

330768

- 13 -

- 2 S



295

Todo ello tal y como queda expuesto en la presente Memoria Descriptiva, que consta de trece hojas, foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras y a dos espacios.

MADRID, 2 de Setiembre 1.966

LUIS M. DE ZUNZUNEGUI
POR PODER

Firmado: FAUSTO SANCHEZ