

PATENTE DE INVENCION

O.Z. 23.956

29 OCT



332 903

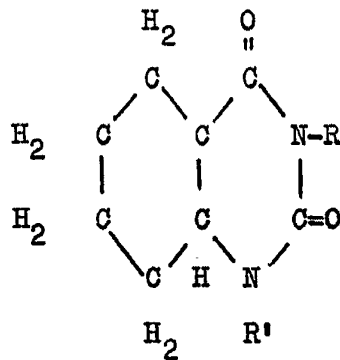
Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de medios herbicidas"

Solicitante: BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,
entidad alemana, residente en
Ludwigshafen/Rhein, República Federal Alemana.

Encontróse que son productos adecuados para controlar e impedir el crecimiento de plantas y para destruir malas hierbas los compuestos que contienen 2,4-dioxo-decahidroquinazolina de fórmula



en la que R significa un grupo alquilo con 2 hasta 4 átomos de carbono, de cadena lineal o ramificada y substituído eventualmente por cloro o metoxilo, y R' representa un átomo de hidrógeno o el grupo

5. $-(\text{CO})_n\text{-A}$, siendo n igual a 0 ó 1 y significando A un grupo alquilo, alqueniilo o cicloalquilo de cadena lineal o ramificada, con 1 hasta 8 átomos de carbono y substituído eventualmente por cloro o un grupo fenoxi, el cual puede a su vez estar substituído por cloro o metilo, o un grupo fenilo eventualmente substituído por cloro, bromo o grupos nitro.
- 10.

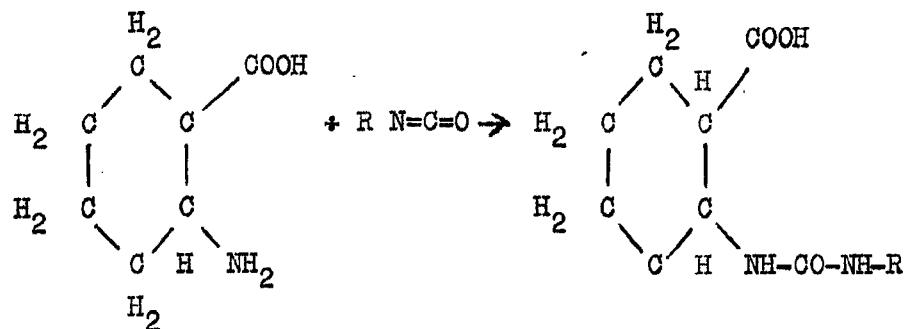
Entre las sustancias activas a emplear conforme a la presente invención, figuran por ejemplo, los compuestos abajo enumerados:

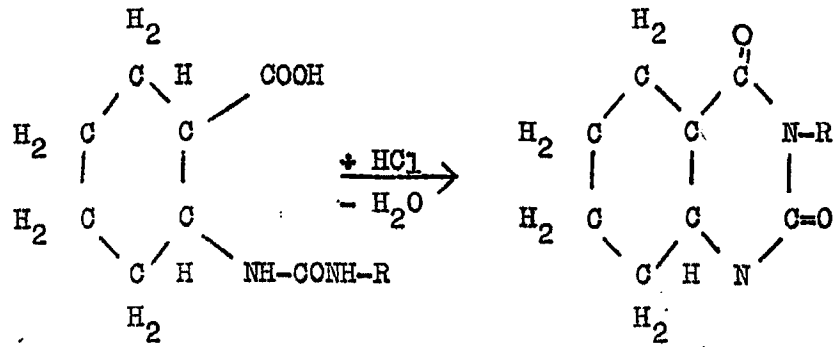
15. 3-etil-, 3-propil-, 3-isopropil-, 3-isobutil-, 3-sec.-butil-, 3-(3'-metoxipropil)-2,4-dioxo-decahidroquinazolina, 1-metil-, 1-etil-, 1-propil-, 1-butil-, 1-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina, 1-acetil-, 1-propionil-, 1-butiril-, 1-isobutiril-, 1-metiletil-acetil-, 1-dimetil-etilacetil-, 1-dimetilpropilacetil-, 1-crotonil-, 1-(2', 4'-diclorofenoxi-acetil)-, 1-(2', 4'-diclorofenoxi- α -propionil)-, 1-(2', 4'-diclorobenzoil)-, 1-cloroacetil-, 1- ω -clorocapril-3-
- 20.



- isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina, 1-(vinil-acetil)-, 1-(β, β -dimetilbutiril)-, 1-($\alpha, \alpha, \gamma, \gamma$ -tetrametilvaleroil)-, 1-pivaloil-, 1-(α -metacrilil)-, 1-(α -etilbutiril)-, 1-(α, α -bis-clorometilpropionil)-, 1-(α, α -dicloropropionil)-, 1-(α, α -dimetil- β -cloro-propionil)-, 1-(2'-metil-biciclo[1,2,2]heptanoil-6')-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina, 1-acetil-, 1-(α -metilbutiril)-3-isobutil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina, 1-acetil-, 1-isobutil-, 10. 1-crotonil-, 1-(α -metilbutiril)-, 1-pivaloil-, 1-(α, α -dimetil- β -cloro-propionil-3-sec.-butil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina.

15. Hasta ahora, no existen publicaciones en las que se encuentran descritas las nuevas sustancias activas objeto de la presente invención. Pueden sintetizarse, por ejemplo, a partir del ácido 2-amino-ciclohexancarboxílico y un isocianato, reacción durante la cual se forma el ácido 2-N'-alquillureido-ciclohexancarboxílico y que se desarrolla según el siguiente esquema de fórmulas:
- 20.

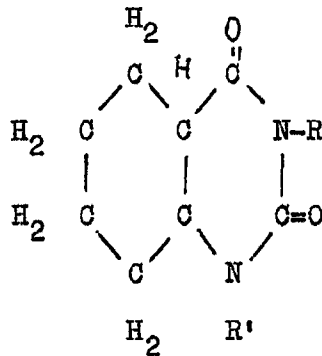




En estas fórmulas, R tiene los significados arriba indicados.

Los derivados de 3-alkil-decahidroquinazolinidiona sustituidos en el nitrógeno, en posición

5. 1.



son asequibles mediante alquilación con los correspondientes halogenuros de alquilo o mediante acilación con los correspondientes cloruros de acilo, reacciones que se verifican de manera conocida. R y R' tienen los significados arriba indicados.

10.

Obtención de 3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina.

A una disolución de 14,3 partes (partes en



- peso) de ácido 2-aminociclohexancarboxílico en 250 partes de tolueno se añaden lentamente y gota a gota, 8,5 partes de isopropil-isocianato. Mediante refrigeración se mantiene la temperatura de reacción a 20-25°C. Para completar la reacción, se agita la disolución durante 1 hora más a 50°C, después de lo cual los cristales blancos precipitados son separados por aspiración y disueltos en 150 partes de etanol. A continuación, 100 partes de ácido clorhídrico concentrado se añaden gota a gota, a la disolución que se encuentra en estado de ebullición, se cuece el conjunto durante 1 hora en reflujo y se enfría luego a 0°C. Los cristales blancos precipitados se sacan por aspiración, obteniendo 16,5 partes de 3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina. P.F. entre 189 y 190°C. En caso de hacer reaccionar este producto con un alcoholato alcalino, se obtiene el correspondiente compuesto alcalino.
5. Obtención de 1-butiril-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina.
10. 21 partes (partes en peso) de 3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina se disuelven en 250 partes de tolueno. Después de añadir 15 partes de trietilamina, se calienta a 50°C, temperatura a la que se agregan 12,7 partes de cloruro butírico. Para completar la reacción, se remueve la mezcla durante 12 horas más a 50°C, después de lo cual se seca por aspiración el cloruro trietilamónico precipitado para lavar el filtrado luego con 100 partes de ácido clorhídrico 0,5 normal y 3 veces seguidas con cada vez
15. 25. 30.



100 partes de agua. La fase orgánica se seca, a continuación, con SO_4Na_2 , se libera en vacío del disolvente y se destila luego en vacío. Obtienen 17,6 partes de un aceite viscoso incoloro. P.E. $0,6 \text{ mm} = 168$ hasta $170^\circ C$; $n_D^{25} = 1,5212$.

5.

Obtención de 1-metil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina.

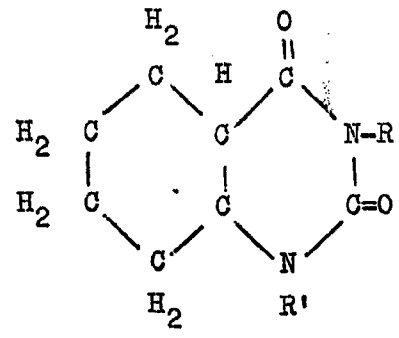
10.

23 partes (partes en peso) de 3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina en forma del compuesto sódico se cuecen durante 6 horas al reflujo, junto con 21,3 partes de ioduro de metilo, en 200 partes de acetonitrilo. Después de eliminado el disolvente en vacío y lavado el residuo blanco con 100 partes de agua, se recristaliza el residuo en metanol acuoso:

15.

10 partes de cristales blancos; P.F. $68^\circ C$.

En la siguiente tabla se enumeran, a título de ejemplo, algunos compuestos del tipo descrito en la presente invención.

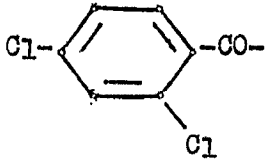
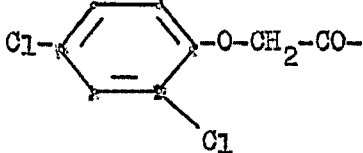




-7-
29 OCT. 1966

R	R'	Punto de fusión
$\text{CH}_3\text{-CH}_2$	H	151 hasta 152°C
$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}_2\text{-}$	H	194 hasta 195°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH-} \end{array}$	H	189 hasta 190°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH}_3 \end{array}$		
$\text{CH}_3\text{-O-(CH}_2\text{)}_3\text{-}$	H	130 hasta 132°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH-CH}_2\text{-} \end{array}$	H	193 hasta 194°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH}_3 \end{array}$		
$\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagdown \\ \text{CH-} \end{array}$	H	151 hasta 153°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH}_3 \end{array}$		
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH-} \end{array}$	$-\text{CH}_3\text{-CO-}$	82°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH}_3 \end{array}$		
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH-} \end{array}$	$\text{C}_2\text{H}_5\text{-CO-}$	P.E. _{0,01} = 148 hasta 149°C $n_D^{25} = 1,5215$
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH}_3 \end{array}$		
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH-} \end{array}$	$\text{C}_3\text{H}_7\text{-CO-}$	P.E. _{0,6} = 168 hasta 170°C $n_D^{25} = 1,5212$
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH}_3 \end{array}$		
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH-} \end{array}$	$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH-CO-} \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$	76 hasta 77°C



R	R'	Punto de fusión
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \diagdown \\ \text{CH} - \\ \text{CH}_3 \diagup \end{array}$	$\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5 \diagdown \\ \text{CH} - \text{CO} - \\ \text{CH}_3 \diagup \end{array}$	74 hasta 75°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \diagdown \\ \text{CH} - \\ \text{CH}_3 \diagup \end{array}$	$\text{Cl} - (\text{CH}_2)_5 - \text{CO} -$	P.E. _{0,3} = 182°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \diagdown \\ \text{CH} - \\ \text{CH}_3 \diagup \end{array}$		131 hasta 133°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \diagdown \\ \text{CH} - \\ \text{CH}_3 \diagup \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 - \text{CH}_2 - \text{C} - \text{CO} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	38°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \diagdown \\ \text{CH} - \\ \text{CH}_3 \diagup \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 - \text{CH}_2 - \text{CH}_2 - \text{C} - \text{CO} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$n_D^{25} = 1,4990$
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \diagdown \\ \text{CH} - \\ \text{CH}_3 \diagup \end{array}$	$\text{CH}_3 - \text{CH} = \text{CH} - \text{CO}$	P.E. _{0,3} = 170°C $n_D^{25} = 1,5426$
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \diagdown \\ \text{CH} - \\ \text{CH}_3 \diagup \end{array}$		90 hasta 92°C.

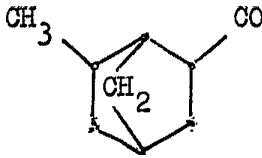


R	R'	P.P.
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH} \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$		98°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH} \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$	CH ₃ -	68°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH} \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$	C ₂ H ₅ -	$n_D^{25} = 1,5298$
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH} \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$	C ₃ H ₇ -	$n_D^{25} = 1,5211$
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH} \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$	C ₄ H ₉	$n_D^{25} = 1,5147$
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH} \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$	CH ₂ =CH-CH ₂ -CO-	aceite viscoso

-10- 29 OCT.



R	R'	Punto de fusión
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \diagdown \\ \text{CH} - \\ \text{CH}_3 \diagup \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 - \text{C} - \text{CH} - \text{CO} - \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	62°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \diagdown \\ \text{CH} - \\ \text{CH}_3 \diagup \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3 \\ \quad \\ \text{CH}_3 - \text{C} - \text{CH}_2 - \text{C} - \text{CO} - \\ \quad \\ \text{CH}_3 \quad \text{CH}_3 \end{array}$	109°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \diagdown \\ \text{CH} - \\ \text{CH}_3 \diagup \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3 - \text{C} - \text{CO} - \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	108°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \diagdown \\ \text{CH} - \\ \text{CH}_3 \diagup \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{CH}_2 = \text{C} - \text{CO} - \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	116°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \diagdown \\ \text{CH} - \\ \text{CH}_3 \diagup \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 - \text{CH}_2 - \text{CH} - \text{CO} - \\ \\ \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$	61°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \diagdown \\ \text{CH} - \\ \text{CH}_3 \diagup \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{CH}_2\text{Cl} \\ \\ \text{CH}_3 - \text{C} - \text{CO} - \\ \\ \text{CH}_2\text{Cl} \end{array}$	72°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \diagdown \\ \text{CH} - \\ \text{CH}_3 \diagup \end{array}$	$\text{CH}_3 - \text{CCl}_2 - \text{CO} -$	81°C
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \diagdown \\ \text{CH} - \\ \text{CH}_3 \diagup \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{Cl} - \text{CH}_2 - \text{C} - \text{CO} - \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	69°C

R	R'	P. F.
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{OH-} \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$		<p>Aceite $n_D^{25} = 1,5280$</p>
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{OH-CH}_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\text{CH}_3\text{-CO-}$	<p>53°C</p>
$\begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{OH-CH}_2 \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH-CO} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	<p>50°C</p>
$\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagdown \\ \text{OH-} \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\text{CH}_3\text{-CO-}$	<p>P.E.₁ = 162°C $n_D^{25} = 1,5256$</p>
$\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagdown \\ \text{OH-} \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \diagdown \\ \text{CH-CO-} \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$	<p>P.E._{1,3} = 164°C $n_D^{25} = 1,5083$</p>
$\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagdown \\ \text{OH-} \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\text{CH}_3\text{-CH=CH-CO-}$	<p>P.E.₁ = 178°C</p>
$\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagdown \\ \text{OH-} \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH-CO} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	<p>58°C</p>
$\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagdown \\ \text{OH-} \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{CH}_3\text{-C-CO-} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	<p>P.E._{1,3} = 168°C $n_D^{25} = 1,5144$</p>
$\begin{array}{l} \text{C}_2\text{H}_5 \\ \diagdown \\ \text{OH-} \\ \diagup \\ \text{CH}_3 \end{array}$	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{Cl-CH}_2\text{-C-CO-} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	<p>P.E._{1,3} = 178°C $n_D^{25} = 1,5257$</p>

-12-29 00



La mayor parte de los compuestos enumerados son sustancias cristalinas incoloras o líquidos viscosos de elevada estabilidad térmica y química.

5. Mediante adición de diluyentes, disolventes, emulsionantes, dispersantes y otros productos auxiliares, por ejemplo agua, hidrocarburos, arcilla, tierra de infusorios, alquilfenilsulfonatos, se les puede dar a los compuestos de la presente invención la forma en la que se desea aplicarlos.

10. Tampoco hay inconveniente en añadirles insecticidas, fungicidas, bactericidas y otros productos herbicidas o mezclarlos con abonos.

15. En los siguientes ejemplos se explica más en detalle la aplicación de los compuestos objeto de la presente invención.

Ejemplo 1 -

20. En macetas de plástico (diámetro: 8 cm) colocadas en el invernáculo se sembraron semillas de maíz (zea mays), cebada (hordeum vulgare), trigo (triticum vulgare), patatas (solanum tuberosum), mostaza silvestre (sinapis arvensis), pamplina de canarios (stellaria media), acedera (rumex sp.), cenizo blanco (chenopodium album), espiguilla anual (poa annua)
25. y alopecuro (alopecurus myosuroides), las cuales se trataron, el mismo día, con 3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina (I) y, a título de comparación, con la sal potásica del ácido 2-metil-4-clorofenoxiacético (II). Aplicáronse en ambos casos dosis
30. de 1 kg/hectárea de sustancia activa dispersada en

-13- 29 OCT 

500 l de agua por hectárea.

Los resultados obtenidos en este experimento se indican en la tabla siguiente:

	Substancia activa	
	I	II
5.	Plantas útiles:	
	Maíz	0 30
	Cebada	0 0-10
	Trigo	0 0-10
10.	Patatas	0 0-10
	Malas hierbas:	
	Mostaza silvestre	100 80-90
	Pamplina de canarios	100 10-20
	Acedera	90-100 50-60
15.	Cenizo	100 80-90
	Espiguilla anual	90 10
	Alopecuro	80 10-20

0 = sin efecto perjudicial

100 = Destrucción total

20. Producen el mismo efecto biológico que el compuesto I indicado en los ejemplos 1, 2, 3 y 4:

3-propil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina

3-(3'-metoxipropil)-2,4-dioxo-decahidroquinazolina

1-acetil-3-isopropil-2,4-dioxodecahidroquinazolina

25. 1-butiril-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina

1-metiletilacetil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina

1-W-clorocapropil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina

30. 1-dimetiletacetil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-



- quinazolina
- 1-dimetilpropilacetil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina
- 1-(2',4'-diclorofenoxi)-acetil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina
5. 1-(2'-metil-4'-clorofenoxi)-acetil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina
- 1-metil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina
- 1-propil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina
10. 1-heptil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina.
- 1-vinilacetil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina
- 1-(β , β -dimetilbutiril)-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina
15. 1-(α , α , γ , γ -tetrametilvaleroil)-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina
- 1-pivaloil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina
- 1-(α -metacrilil)-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina
20. 1-(α -etilbutiril)-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina
- 1-(α , α -bis-clorometil-propionil)-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina
- 1-(α , α -dicloropropionil)-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina
25. 1-(α , α -dimetil- β -cloropropionil)-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina
- 1-(2'-metil-biciclo[1,2,2]heptanoil-6')-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina
30. 1-acetil-3-isobutil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina



1-(α -metilbutiril)-3-isobutil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina

1-acetil-3-sec.-butil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina

1-isobutiril-3-sec.-butil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina

5.

1-crotonil-3-sec.-butil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina

1-(α -metilbutiril)-3-sec.-butil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina

1-pivaloil-3-sec.-butil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina

10.

1-(α,α -dimetil- β -cloropropionil)-3-sec.-butil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina

Ejemplo 2 -

Las plantas maíz (zea mays), pampina de canarios (stellaria media), mostaza silvestre (sinapis arvensis), acedera (rumex sp.), cenizo (chenopodium album), bolsa de pastor (capsella bursa pastoris), amor de hortelano (galium aparine), espiguilla anual (poa annua), alopecuro (alopecurus myosuroides), dactylis (dactylis glomerata), especie de mijo (panicum grus galli) y eragrostide (eragrostis sp.),

de entre 4 y 17 cm de altura, se trataron con 3-isopropil-2,4-dioxodecahidroquinazolina (I) y comparativamente, con la sal potásica del ácido 2-metil-4-clorofenoxiacético (II), en dosis de cada vez 1 kg de sustancia activa por hectárea, empleándose ésta en forma dispersada en 500 l de agua por hectárea.

En la siguiente tabla se indican los resultados obtenidos en este experimento:



Substancia activa

	I	II
Plantas útiles:		
Maíz	0	20-30
5. Malas hierbas:		
Pamplina de canarios	100	10-20
Mostaza silvestre	100	90-100
Acedera	90-100	60-70
Cenizo	100	90-100
10. Bolsa de pastor	90-100	80
Amor de hortelano	100	0
Espiguilla anual	90-100	0
Alopecuro	90	0-10
Dactylis	90-100	10
15. Esp. de mijo	70	0
Eragrostide	90-100	0

0 = sin efecto perjudicial

100 = destrucción total

Ejemplo 3 -

20. Un terreno agrícola útil en el que se había sembrado mostaza silvestre (*sinapis arvensis*), pamplina de canarios (*stellaria media*), cenizo (*chenopodium album*), ortiga menor (*urtica urens*), camomila (*matricaria chamomilla*), acedera (*rumex sp.*),
25. espiguilla anual (*poa annua*) y alopecuro (*alopecurus myosuroides*) se trató, el mismo día de la siembra, con 3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina (I), 3-isobutil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina (II) y 3-(3'-metoxipropil)-2,4-dioxo-decahidroquinazolina (III) y,
30. a título de comparación, con 2-cloro-4,6-bis-(etil-



- amino)-s-triacina (IV), ascendiendo la cantidad aplicada en cada caso a 2 kg/hectárea de sustancia activa dispersada en 500 l de agua por hectárea. Después de brotadas las malas hierbas y plantas gramíneas inútiles, se pudo constatar que los compuestos I, II y III habían producido un efecto herbicida inicial más fuerte sobre las plantas que el producto IV. Tres semanas después, casi todas las malas hierbas y gramíneas resultaron completamente destruidas.
- 5.
10. Ejemplo 4 -
- Sobre un terreno agrícola útil cubierto de mostaza silvestre (*sinapis arvensis*), pampina de canarios (*stellaria media*), cenizo (*chenopodium album*), ortiga menor (*urtica urens*), camomila (*matricaria chamomilla*), acedera (*rumex sp.*), espiguilla anual (*poa annua*) y alopecuro (*alopecurus myosuroides*) se pulverizó, en el momento de haber alcanzado las plantas una altura de entre 3 y 10 cm, el compuesto 3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina (I), el compuesto 3-(3'-metoxipropil)-2,4-dioxo-decahidroquinazolina (II) y comparativamente, el compuesto 2-cloro-4,6-bis-(etilamino)-s-triacina (III). La cantidad aplicada ascendió en cada caso a 2 kg/hectárea de sustancia activa dispersada en 500 l de agua por hectárea. Algunos días después, ya pudo observarse que los compuestos I y II son superiores al producto III en su acción herbicida inicial sobre las malas hierbas y gramíneas. Transcurrido un período de tres semanas, casi todas las plantas resultaron completamente destruidas.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



OCT. 1968

Ejemplo 5 -

Los compuestos

- 1-acetil-3-isopropil-1-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina I
- 5. 1-isobutiril-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina II
- 1-metiletilacetil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina III
- 10. 1-butiril-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina IV
- 1-propionil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina V
- 1-dimetil-etil-acetil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina VI
- 15. 1-crotonil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina VII
- 1-dimetil-propil-acetil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina VIII
- 20. 1-w-clorocaproil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidroquinazolina IX
- 1-vinilacetil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina X
- 1- α -metacril-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XI
- 25. 1-pivaloil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XII
- 1-(α -etilbutiril)-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XIII
- 30. 1-(β, β -dimetilbutiril)-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XIV



- 1-(α, α - β, β -tetrametil-valeril)-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XV
- 1-(α, α -dimetil- β -cloropropionil)-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XVI
5. 1-(α, α -dicloropropionil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XVII
- 1-(α, α -bis-clorometil-propionil)-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XVIII
10. 1-(metil-norbornanil)-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XIX
- 1-(triciclodecanil)-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XX
- 1-(2,4-diclorofenoxi- α -propionil)-3-isopropil-2,4-dioxodecahidro-quinazolina XXI
15. 1-acetil-3-isobutil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XXII
- 1-(α -metilbutiril)-3-isobutil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XXIII
- 1-isobutiril-3-isobutil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XXIV
20. 1-crotonil-3-isobutil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XXV
- 1-(α, α -dimetil- β -cloropropionil)-3-isobutil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XXVI
25. 1-pivaloil-3-isobutil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XXVII
- 1-(α -metilbutiril)-3-sec.-butil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XXVIII
- 1-acetil-3-sec.-butil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XXIX
30. zolina



29 Oct 1960

- 1-isobutiril-3-sec. butil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XXX
- 1-crotonil-3-sec. butil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XXXI
5. 1-pivaloil-3-sec. butil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XXXII
- 1-(α , α -dimetil- β -cloropropionil)-3-sec. butil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XXXIII
- 3-sec. butil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XXXIV
10. 3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XXXV
- 1-metil-3-isopropil-2,4-dioxo-decahidro-quinazolina XXXVI
- se ensayaron en maiz (*Zea mays*), mostaza silvestre (*Sinapis arvensis*), espiguilla anual (*poa annua*) y *Echinocloa crus-gali* en una dosis de 1,5 kg/hectárea de sustancia activa dispersada en 500 l de agua por hectárea.
- 15.

En la tabla a continuación se indica el efecto herbicida.

20.	<u>Substancia activa</u>	<u>Maiz</u>	<u>Sinapis arvensis</u>	<u>Poa annua</u>	<u>Echinocloa crus-gali</u>
	I	20	90-100	90-100	80-90
	II	15	90-100	90	90-100
	III	10-15	90	90	80
	IV	10	90-100	90-100	90
25.	V	20	90-100	90-100	90-100
	VI	15	90	90	90
	VII	15	80-90	90	80-90
	VIII	10	90-100	90-100	90
	IX	10	90	90	80-90
30.	X	10	90	90	80



29 OCT. 1966
Dinocloa
crus-gali

	<u>Substancia activa</u>	<u>Mait</u>	<u>Sinapis arvensis</u>	<u>Poa annua</u>	<u>Dinocloa crus-gali</u>
	XI	15	90	90-100	90
	XII	20	80-90	90	90
5.	XIII	10	80-90	90	90
	XIV	10	80	80	80
	XV	15	70-80	80-90	80
	XVI	10-15	90-100	80	80
	XVII	10	80-90	80	80-90
10.	XVIII	10	90	80	80
	XIX	10	80	80	80-90
	XX	15	70-80	70	70-80
	XXI	5	80-90	70	50-60
	XXII	5	80	70-80	70-80
15.	XXIII	10	80	70-80	70
	XXIV	0	70	40	40
	XXV	5	70	40-50	60
	XXVI	15	70-80	70	70-80
	XXVII	5	70-80	70	70
20.	XXVIII	10	80-90	70-80	80
	XXIX	15	90	90-100	80-90
	XXX	10	80	90	80
	XXXI	10	90-100	70-80	80
	XXXII	15	80	90	90
25.	XXXIII	10	80	85	80
	XXXIV	20	100	100	90-100
	XXXV	40	100	90-100	90-100
	XXXVI	0	80	50-60	40-50

0 = ningún daño

30. 100 = daño total



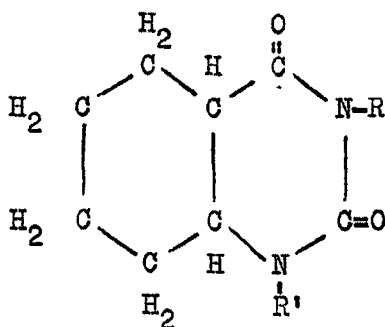
N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposicio-

- 5. nes 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 el nº B 84.324 de 30 de octubre de 1.965, acogiéndose, por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTEN
- 10. CION DE MEDIOS HERBICIDAS"; caracterizándose por lo siguiente:
- 15.

1ª - Procedimiento para la obtención de medios herbicidas para la destrucción de malas hierbas, en el que las plantas o la tierra en que crecen las mismas se tratan con un medio herbicida, que contiene una cantidad fitotóxica de un compuesto activo derivado de quinazolina de fórmula general I:

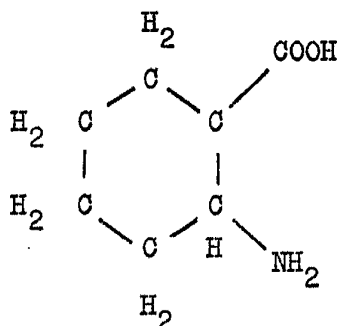
20.



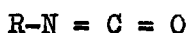
20 OCT. 1966

en la que R significa un grupo alquilo con 2 hasta 4 átomos de carbono, de cadena lineal o ramificada y sustituido eventualmente por cloro o metoxilo, y R' representa un átomo de hidrógeno o el grupo

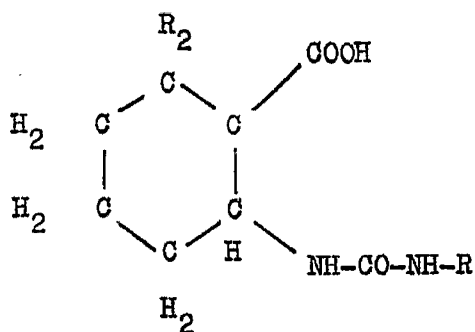
5. $-(CO)_n-A$, siendo n igual a 0 ó 1 y significando A un grupo alquilo, alqueniilo o cicloalquilo de cadena lineal o ramificada, con 1 hasta 8 átomos de carbono y sustituido eventualmente por cloro o un grupo fenoxi, el cual puede a su vez estar sustituido por cloro o metilo, o un grupo fenilo eventualmente sustituido por cloro, bromo o grupos nitro, caracterizado porque en una primera etapa, el compuesto de fórmula general I se obtiene mediante reacción de un ácido 2-aminociclohexanocarboxílico de fórmula
- 10.



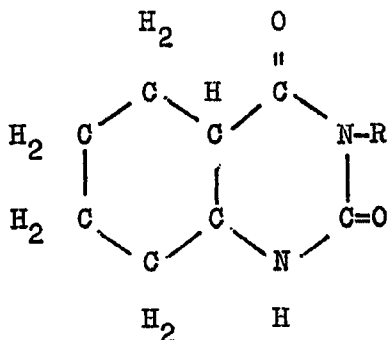
15. con un isocianato de fórmula general



en la que R tiene el significado arriba indicado, para transformar el ácido 2-N'-alquilureidociclohexanocarboxílico así obtenido de fórmula general



en la que R tiene el significado arriba indicado, mediante cierre de anillo en la correspondiente 2,4-dioxo-decahidroquinazolina de fórmula general



5. la cual es convertida eventualmente, mediante reacción con un halogenuro de alquilo o un cloruro de acilo, en el correspondiente derivado de quinazolina sustituido en posición 1, y en una segunda etapa el derivado de quinazolina resultante de fórmula general I se mezcla con una carga sólida o líquida.
- 10.

2ª - Procedimiento para la obtención de medios herbicidas, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

290



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

Madrid,

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK AKTIENGESELLSCHAFT,

J. GOMEZ ACEBO Y MODET
p. p. F. Hernández Ruiz

29 OCT. 1966