

351431



PATENTE DE INVENCION

=====

O.Z. 24 750.

=====

Memoria Descriptiva

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COMPOSICIONES
HERBICIDAS".

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

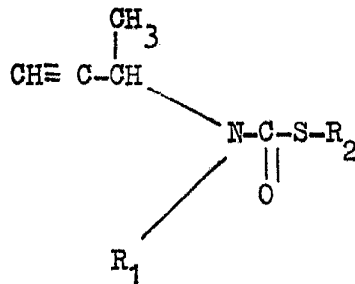
Es conocido el empleo del compuesto
2,3,4-tricloroalil-N,N-diisopropiltiolcarbamato
para combatir el crecimiento de malas hierbas,
por ejemplo, en cultivos de cebada, trigo, maíz
5. y remolachas (véase la primera publicación de la



patente alemana nº 1.142.464).

Ahora se encontró que son herbicidas muy eficaces los compuestos de fórmula:

5.



10.

en la que R₁ significa un radical alifático y R₂ representa un radical alifático mono o multisustituído eventualmente por halógeno o el grupo hidroxilo. Estos compuestos poseen una eficacia herbicida a veces igual, a menudo más fuerte que el 2,3,3-tricloro aril-n,N-diisopropiltiolcarbamato, pero son superiores a este último en cuanto a la compatibilidad con las plantas útiles.

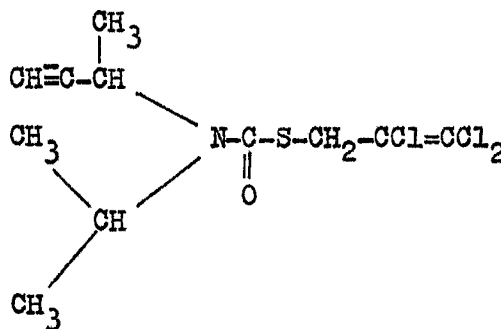
15.

Las sustancias activas son fáciles de obtener, por ejemplo, por medio de la reacción de un cloruro carbámico sustituido en el átomo de nitrógeno, con un mercaptano correspondiente.

20.

Preparación del compuesto 2,3,3-tricloroalil-N-butin-1-il-3-N-isopropil-tiolcarbamato de fórmula:

25.





- A 17,8 partes en peso de 2,3,3-tricloroalil mercaptano se añaden gota a gota, a 18-25°C, en presencia de 10,1 partes en peso de trietilamina y bajo agitación, 17,4 partes en peso de cloruro N-butin-1-il-3-N-isopropilcarbámico. Se calienta el conjunto por 3 horas a 65°C, luego se enfría la mezcla de reacción, se separa por filtración el hidrocloreto de trietilamina, se disuelve el filtrado en éter, se lava primero con una disolución de bicarbonato sódico diluída, luego dos veces con agua, se seca el producto con cloruro cálcico y se separa por destilación el tiolcarbamato substituído.
5. 10.

P.E._{0,2} = 126°C; Rendimiento: 85 % de la teoría; Índice de refracción: $n_D^{25} = 1,5390$.

15. Según este mismo procedimiento, se pueden obtener también los compuestos siguientes:

2-metil-3,3-dicloroalil-N-butin-1-il-3-N-isopropiltiolcarbamato; P.E._{0,3} = 121°C $n_D^{20} = 1,5219$

etil-N-butin-1-il-3-N-metiltiolcarbamato;

20. P.E.₂₅ = 130°C $n_D^{25} = 1,5059$

2,3,3-tricloroalil-N-butin-1-il-3-N-metiltiolcarbamato;

P.E._{0,1} = 119°C $n_D^{25} = 1,5509$

2-metil-3,3-dicloroalil-N-butin-1-il-3-N-metiltiolcarbamato; P.E._{0,1} = 114°C $n_D^{25} = 1,5370$

25. 2,3,3-tricloroalil-N-butin-1-il-3-N-propiltiolcarbamato; P.E._{0,3} = 138°C $n_D^{25} = 1,5400$



etil-N-butin-1-il-3-N-isopropiltiolcarbamato;

$$P.E._{0,1} = 59-60^{\circ}C \quad n_D^{25} = 1,4901$$

Butil-N-butin-1-il-3-N-propiltiolcarbamato;

$$P.E._{0,3} = 99-100^{\circ}C \quad n_D^{25} = 1,4899$$

5. 2-metil-3,3-dicloroalil-N-butin-1-il-3-N-propiltiolcarbamato;

$$P.E._{0,3} = 132^{\circ}C \quad n_D^{25} = 1,5265$$

isobutil-N-butin-1-il-3-N-metiltiolcarbamato;

$$P.E._{0,1} = 63-64^{\circ}C \quad n_D^{25} = 1,4907$$

isopropil-N-butin-1-il-3-N-isopropiltiolcarbamato;

10. $P.E._{0,3} = 78^{\circ}C \quad n_D^{25} = 1,4919$

β -hidroxietil-N-butin-1-il-3-N-isopropiltiolcarbamato;

$$P.E._{0,2} = 128^{\circ}C \quad n_D^{25} = 1,5157$$

2,3-dicloroalil-N-butin-1-il-3-N-isopropiltiolcarbamato;

$$P.E._{0,1} = 106^{\circ}C \quad n_D^{23} = 1,5390$$

15. 2,3,3-tricloroalil-N-butin-1-il-3-N-butiltiolcarbamato;

$$P.E._{0,2} = 110-111^{\circ}C \quad n_D^{23} = 1,5391$$

2-metil-3,3-dicloroalil-N-butin-1-il-3-N-butiltiolcarbamato;

$$P.E._{0,1} = 116-118^{\circ}C \quad n_D^{23} = 1,5280$$

2,3-dicloroalil-N-butin-1-il-3-N-propiltiolcarbamato;

20. $P.E._{0,1} = 103-105^{\circ}C \quad n_D^{23} = 1,5252$

Los herbicidas, objeto de la presente invención, pueden aplicarse en forma de disoluciones, emulsiones, suspensiones o polvos. La forma de aplicación en cada caso más apropiada, depende de la finalidad del empleo de los compuestos, siendo, sin embargo,

25.



- importante que esté asegurada siempre la fina repartición de la substancia activa. Como agentes auxiliares para obtener disoluciones directamente pulverizables, entran en consideración las fracciones de aceites minerales de punto de ebullición mediano hasta elevado, por ejemplo, queroseno o aceite Diesel, como asimismo aceites de alquitrán de hulla y aceites de procedencia vegetal o animal, además de hidrocarburos cíclicos, tales como tetrahidronaftalina y naptalinas alquiladas.
5. tes minerales de punto de ebullición mediano hasta elevado, por ejemplo, queroseno o aceite Diesel, como asimismo aceites de alquitrán de hulla y aceites de procedencia vegetal o animal, además de hidrocarburos cíclicos, tales como tetrahidronaftalina y naptalinas alquiladas.
10. Las formas de aplicación acuosas pueden prepararse a partir de concentrados de emulsión, pastas o polvos humectables (polvos pulverizables), a los que se añade agua. Para obtener emulsiones, las substancias pueden homogeneizarse en agua en su forma inicial o en forma disuelta en un disolvente, mediante humectantes o dispersantes. No hay tampoco inconveniente en preparar, a partir de la substancia activa, un emulgente o dispersante y eventualmente un disolvente, concentrados diluibles con agua. Las substancias activas objeto de la presente invención pueden aplicarse también en formas granuladas.

15. Existe también la posibilidad de añadir insecticidas, fungicidas, bactericidas y otros herbicidas, o de mezclar los compuestos de la presente invención con abonos.
20. Para obtener los productos en forma de polvo, las substancias activas se mezclan o se muelen junto con una carga.

25. En el ejemplo siguiente se explica en detalle

- 30.



la aplicación de los productos, objeto de la presente invención.

EJEMPLO :

5. En la arena arcillosa introducida en macetas (diámetro: 8 cm) colocadas en el invernadero, se sembraron semillas de maíz (zea mays), cebada (hordeum vulgare), trigo (triticum vulgare), remolachas (beta vulgaris), avena loca (avena fatua), alopecuro (alopecurus myosuroides), agróstide (agrostis spica venti) y espiguilla anual (poa annua).

10. Sobre la tierra así preparada se pulverizó el compuesto 2,3,3-tricloroalil-N-isopropil-N-butin-1-il-3-tiolcarbamato (I) y, comparativamente, el compuesto 2,3,3-tricloroalil-N,N-diisopropiltiolcarbamato (II), ambos en dosis de 2 kg/hectárea de sustancia activa emulsionada en 500 litros de agua por hectárea, después de lo cual se incorporó la superficie de la tierra tratada en la masa térrea. Tres a cuatro semanas después se mostró que el compuesto
15. I tiene una mayor compatibilidad con las plantas que
20. el producto II.

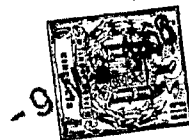
En la siguiente Tabla se indican los resultados obtenidos en este experimento.



		<u>Substancia activa.</u>	
		I	II
5.	<u>Plantas útiles:</u>		
	Maíz	0	10-20
	Cebada	0	10-20
	Trigo	0	10-20
	Remolachas	0	10
10.	<u>Malas hierbas:</u>		
	Avena loca	100	90-100
	Alopecuro	90-100	90-100
	Agróstide	90-100	90
	Espiguilla anual	90-100	90-100
15.	0 = Sin efecto perjudicial		
	100 = Destrucción total		

El mismo efecto biológico que I lo producen las sustancias activas:

20. 2,3,3-tricloroalil-N-butin-1-il-3-N-propiltiolcarbamato;
 2,3-dicloroalil-N-butin-1-il-3-N-isopropiltiolcarbamato;
 2,3-dicloroalil-N-butin-1-il-3-N-propiltiolcarbamato;
 2-metil-3,3-dicloroalil-N-butyl-1-il-3-N-isopropiltiolcarbamato;
25. 2-metil-3,3-dicloroalil-N-butin-1-il-3-N-propiltiolcarbamato;
 2,3,3-tricloroalil-N,N-bis-(butin-1-il-3)-tiolcarbamato;
 isobutil-N-butin-1-il-3-N-metiltiolcarbamato;
 isopropil-N-butin-1-il-3-N-isopropiltiolcarbamato;



- metil-N-butin-1-il-3-N-isopropiltiolcarbamato;
- n-pentil-N-butin-1-il-3-N-isopropiltiolcarbamato;
- 2,3-dicloroalil-N-butin-1-il-3-N-n-pentiltiolcarbamato;
- etil-N-butin-1-il-3-N-metiltiolcarbamato;
- 5. propil-N-butin-1-il-3-N-isopropiltiolcarbamato;
- butil-N-butin-1-il-3-N-propiltiolcarbamato;
- 2-metil-3,3-dicloroalil-N-butin-1-il-3-N-butil-tiolcarbamato;
- propil-N-butin-1-il-3-N-metil-tiolcarbamato.

10.

- N O T A -

- 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 9 de marzo de 1967, bajo el número B 91 539, 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 OBTENCION DE COMPOSICIONES HERBICIDAS"; caracterizándose por lo siguiente:
- 15.
 - 20.
 - 25.

1ª.- Procedimiento para la obtención de composiciones herbicidas, que contienen como ingrediente activo un compuesto de fórmula general:

