



16

PATENTE DE INVENCION

Le A 10.912-Sp.

357192

## Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de N-arilúreas de efectos herbicidas"

-----

*Solicitante* FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT,  
entidad alemana, residente en  
Leverkusen-Bayerwerk, Alemania.

-----

La presente invención se refiere a nuevas N-arilúreas que tienen propiedades herbicidas, así como a un procedimiento para su preparación.

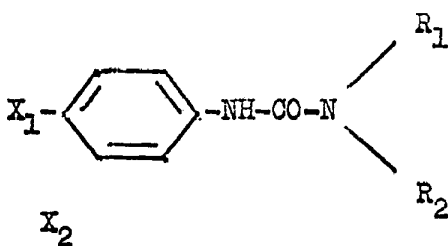
5. Ya se ha dado a conocer que N-aril-N'-alquilúreas pueden ser utilizadas como herbicidas.



Además, es conocido que la N-(3-trifluorometil-fenil)-N',N'-dimetilúrea puede ser aplicada como herbicida selectivo (compárese: Patente norteamericana Nº 3.134.665). Entre tanto, la misma adquirió también en la práctica una importancia considerable.

5.

Se ha encontrado que las nuevas N-arilúreas de la fórmula general:



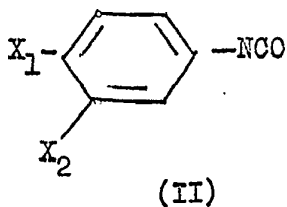
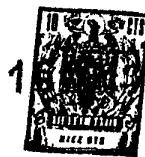
(I)

en la cual representan

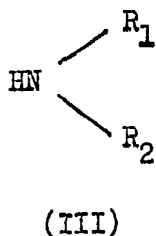
10. X<sub>1</sub> y X<sub>2</sub> trifluorometilmercapto, cloro o hidrógeno, siendo siempre X<sub>1</sub> o X<sub>2</sub> trifluorometilmercapto, R<sub>1</sub> hidrógeno, alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, o, alquenoilo con 2 a 4 átomos de carbono, y R<sub>2</sub> alquilo con 1 a 4 átomos de carbono o alquenoilo con 2 a 4 átomos de carbono, tienen fuertes propiedades herbicidas.

15.

Además, se ha encontrado que las úreas de la fórmula (I) son obtenidas, si isocianatos de la fórmula



en la cual  $X_1$  y  $X_2$  tienen el significado arriba indicado, se hacen reaccionar con aminas de la fórmula



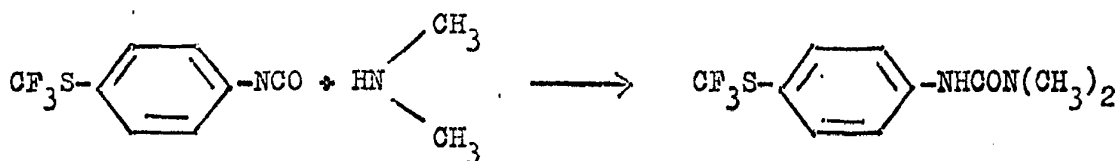
en la cual  $R_1$  y  $R_2$  tienen los significados arriba indicados, en presencia de un diluyente.

5.

Es manifiestamente sorprendente el hecho de que las sustancias activas de acuerdo con el invento, muestran una mayor actividad herbicida, a una simultánea selectividad con respecto a plantas cultivadas agrícolas, que la trifluormetil-fenil-úrea anteriormente conocida.

10.

El desarrollo de la reacción, con la aplicación de isocianato de 4-trifluormetilmercaptofenilo y de dimetilamina, puede ser representado por el siguiente esquema de fórmulas





Como ejemplos ulteriores de isocianatos sean mencionados: el isocianato de 3-cloro-4-trifluorometilmercaptofenilo, el isocianato de 3-trifluorometilmercaptofenilo y el isocianato de 3-trifluorometilmercapto-4-cloro-fenilo.

5.

Aminas apropiadas son por ejemplo, metilamina, dimetilamina, metiletilamina, alilamina, butilamina, metilbutilamina, y dialilamina.

10.

Como diluyentes entran en consideración y todos los disolventes orgánicos inertes. A ellos pertenecen preferiblemente éteres, tales como dioxano, hidrocarburos, tales como benzol, e hidrocarburos clorados, tales como clorobenzol.

15.

Las temperaturas de reacción pueden variar dentro de un margen amplio; por lo general, se trabaja a 10-80°C, preferiblemente a 20-50°C.

20.

En la ejecución del procedimiento, se aplican cantidades aproximadamente equimolares del isocianato y de la amina, pero un exceso de amina no perjudica. La elaboración es efectuada en la forma usual.

Las sustancias activas según el invento tienen fuertes propiedades herbicidas. Pueden encontrar aplicación para la destrucción de malezas.

25.

Bajo malezas, en el sentido más amplio, se entienden plantas que crecen en cultivos u otros lugares, donde no son deseadas. La cuestión de que las sustancias activas actúan como herbicidas totales o selectivos, depende esencialmente de la cantidad aplicada.

30.

Las sustancias activas según el invento pueden ser aplicadas, por ejemplo, para las siguientes



- plantas: dicótilos, tales como mostaza silvestre (Sinapis), berro (Lepidium), amor de hortelano (Galium), álsine (Stellaria), camomila (Matricaria), galinsoga (Galinsoga), pata de ganso (Chenopodium),
5. ortiga (Urtica), zuzón (Senecio), algodón (Gossypium), remolachas (Beta), zanahorias (Daucus), chauchas (Phaseolus), papas Solanum, café (Coffea); monocótilos, tales como fleo (Phleum), poa (Poa), festuca (Festuca), eleusine (Eleusine), mijo (Setaria), cizaña (Lolium), bromo (Bromus), almorejo (Echinochloa),
10. maíz (Zea), arroz (Oryza), avena (Avena), cebada (Hordeum), trigo (Triticum), mijo (Panicum), caña de azúcar (Saccharum).
15. Las sustancias activas según el invento se prestan particularmente bien para combatir selectivamente malezas en avena, trigo, maíz y algodón.
20. Las sustancias activas según el invento pueden ser transformadas en las formulaciones usuales, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados. Estas formulaciones son preparadas en forma conocida, por ejemplo, mezclándose las sustancias activas con diluyentes, vale decir, con disolventes líquidos y/o sustancias sólidas de vehículo, eventualmente con el empleo de agentes superficialmente activos, vale decir, emulsivos y/o agentes dispersantes. En el caso de la utilización del agua como diluyente, pueden emplearse, por ejemplo, también disolventes orgánicos como disolventes auxiliares. Como disolventes líquidos entran en consideración esencialmente:
30. hidrocarburos aromáticos, tales como xilol y ben-



- zol, hidrocarburos clorados, tales como clorobenzo-  
les; parafinas, tales como fracciones de petróleo;  
alcoholes, tales como metanol y butanol; disolventes  
fuertemente polares, tales como dimetilformamida y  
5. sulfóxido de dimetilo; así como agua; entran en consi-  
deración, como sustancias sólidas de vehículos; pol-  
vos minerales naturales, tales como caolines, arcí-  
llas, talco y creta; polvos minerales sintéticos; ta-  
les como ácido silícico altamente disperso y silica-  
10. tos; como emulsivos; emulsivos no ionógenos y anióni-  
cos, tales como ésteres de polioxietileno y ácidos  
grasos, éteres de polioxietileno y alcoholes grasos,  
por ejemplo, éteres alquilarilpoliglicólicos, sulfona-  
tos alquílicos y arílicos; como agentes dispersantes;  
15. por ejemplo, lignina, lejías de desecho de sulfito y  
metilcelulosa.

Las sustancias activas según el invento  
pueden estar presentes en las formulaciones en mezcla  
con otras sustancias activas conocidas.

20. Por lo general, las formulaciones contie-  
nen entre 0,1% y 95% por peso de sustancia activa, pre-  
feriblemente entre 0,5% y 90% por peso.

- Las sustancias activas pueden ser apli-  
cadas como tales, en forma de sus composiciones de for-  
mulación o de preparaciones listas para el uso, produci-  
25. das a partir de dichas formulaciones, tales como solu-  
ciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y gra-  
nulos en condición lista para el uso. La aplicación  
es efectuada en forma usual, por pulverización, rocia-  
30. da, vaporización, riego, espolvoreo o distribución.



Las sustancias activas pueden ser aplicadas según el procedimiento de pre-germinación, pero con un resultado particularmente bueno según el procedimiento de post-germinación.

5. Las concentraciones de las sustancias activas en las preparaciones listas para el uso, pueden variar dentro de límites amplios. Entre otros factores, las mismas dependen de su aplicación como herbicidas totales o como herbicidas selectivas. Por lo general, las concentraciones de las sustancias activas están entre 0,005% y un 10%, preferiblemente entre 0,01% y 1%.

10. Particularmente es diferente la cantidad de sustancia activa por mitad de superficie, según sea la finalidad y el tipo de la aplicación. Por lo general, se aplican entre 0,5 y 10 kg de sustancia activa por hectárea, preferiblemente entre 1 kg. y 8 kg/ha.
- 15.

Ejemplo A

Ensayo de pre-germinación.

20. Disolvente: 5 partes por peso de acetona  
emulsivo: 1 parte por peso de éter alquilaril-poli-glicólico.

25. Para la obtención de una preparación apropiada de sustancia activa, se mezcla 1 parte por peso de sustancia activa con la cantidad indicada del disolvente, se agrega la cantidad indicada del emulsivo y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

30. Semillas de las plantas de testigo son sembradas en un suelo normal y al cabo de 24 horas se rie-



46 NOV 1960

-8-

ga con la preparación de substancia activa, manteniéndose convenientemente constante la cantidad de agua por unidad de superficie. La concentración de la substancia activa en la preparación no es de importancia, decisiva es tan solo la cantidad de aplicación de la substancia activa por unidad de superficie. Al cabo de 3 semanas se determina el grado de perjuicio de las plantas de ensayo y se lo clasifica con los índices de 0 a 5 que tienen los siguientes significados:

- 5.
- 10.
- 15.
- 0 ningún efecto
  - 1 leves daños o atraso del crecimiento
  - 2 marcados daños o inhibición del crecimiento
  - 3 daños graves o desarrollo deficiente o tan solo un 50% de las plantas brotó
  - 4 plantas después de la germinación parcialmente destruidas o tan solo un 25% de las plantas brotó
  - 5 plantas totalmente muertas o no crecidas.

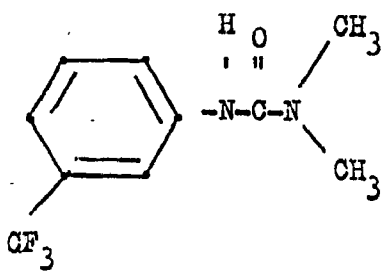
Las substancias activas, las cantidades de aplicación y los resultados surgen de la siguiente tabla:



T A B L A

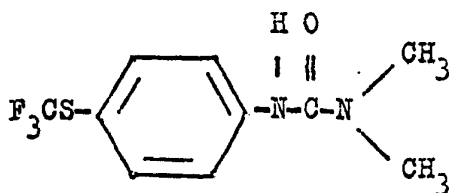
Ensayo de pre-germinación

Substancia activa	Cantidad de subs. activa kg/ha	Echinochloa	Chenopodium	Sinapis	algodón	trigo
-------------------	--------------------------------	-------------	-------------	---------	---------	-------



(conocida)

5	5	5	5	0	4
2,5	5	5	5	0	4



5	5	5	5	0	1
2,5	5	5	5	0	0

Ejemplo B.

Ensayo de post-germinación

Disolvente: 5 partes por peso de acetona

emulsivo: 1 parte por peso de éter alquilaril-poli-glicólico.

5.

Para la obtención de una preparación apropiada de substancia activa, se mezcla 1 parte por peso



de sustancia activa con la cantidad indicada del disolvente, se agrega la cantidad indicada de emulsivo y subsiguientemente se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada .

5. Esta preparación de sustancia activa es rociada sobre plantas de ensayo de una altura de aproximadamente 5 a 15 cm. hasta su estado justamente húmedo de rocío. Al cabo de 3 semanas se determina el grado de perjuicio de las plantas y se lo clasifica con los índices 0 a 5 que tienen los siguientes significados:

10.

- 0 ningún efecto
- 1 leves manchas individuales de quemaduras
- 2 marcados daños en las hojas
- 3 hojas individuales y partes de tallo parcialmente muertas
- 4 planta parcialmente destruída
- 5 planta totalmente muerta.

15.

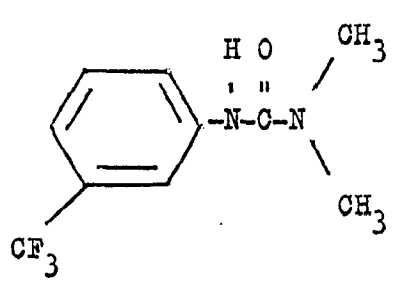
Las sustancias activas, sus concentraciones y los resultados surgen de la siguiente tabla:



T A B L A

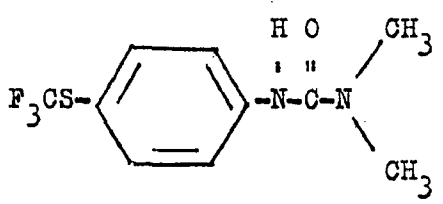
Ensayo de post-germinación

Substancia activa	concen- tración de subst. act.en %	Echi- no- chloa	Che- no- po- dium	Si- na- pis	Ga- lin- so- ga	Ste- lla- ria	Ur- ti- ca	Matri- caria	trigo
-------------------	---	-----------------------	----------------------------	-------------------	--------------------------	---------------------	------------------	-----------------	-------



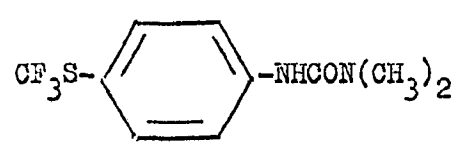
(conocida)

0,025	4	5	5	5	5	5	4-5	3	0
0,01	1	5	4	5	5	3	2	0	
0,005	1	3-4	3	3	3-4	2	1	0	



0,025	5	5	5	5	5	5	5	5	0
0,01	3-4	5	5	5	5	5	3-4	0	
0,005	2	5	4-5	5	5	3	2	0	

Ejemplo 1 -



12 g de isocianato de 4-trifluorometilmercap-



5. tofenilo, a la temperatura ambiente, sin introducidos gota a gota en 50 ml de una solución acuosa al 20% de dimetilamina, dejándose subir la temperatura hasta aproximadamente 35°C. Se sigue agitando hasta el decrecimiento de la reacción y se recoge el cristalizado por succión. Se obtienen 10 g de la úrea arriba indicada del P.f. = 148-149°C.

10. El isocianato de 4-trifluormetilmercaptofenilo es obtenido en forma particularmente ventajosa a partir de isocianato de 4-triclorometilmercaptofenilo ( $n_D^{20}$ : 1,6125) por reacción con ácido fluorhídrico anhidro bajo presión a temperaturas de hasta 110°C, como líquido claro como el agua del P.e. = 91-92°C/17 mm y del índice de refracción  $n_D^{20}$ : 1,5104.

15.

N O T A

20. 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 nº F 53.225 IVb/12o de 12 de agosto de 1967 acogándose, 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:

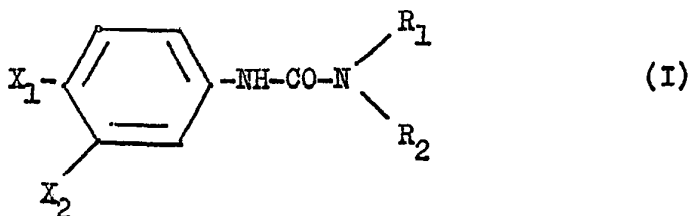
25. "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE N-ARILUREAS DE EFECTOS HERBICIDAS"; caracterizándose por lo siguiente:

30. te:

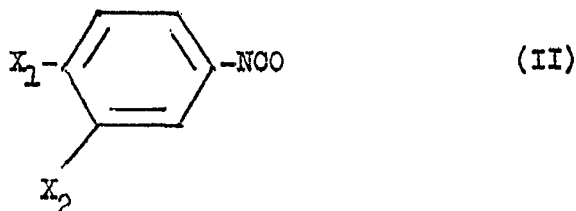


16 NOV

1ª - Procedimiento para la obtención de N-arilúreas de efectos herbicidas, de fórmula general:



5. en la que  $X_1$  y  $X_2$  representan trifluormetilmercapto, cloro o hidrógeno, siendo siempre  $X_1$  ó  $X_2$  trifluormetilmercapto,  $R_1$  representa hidrógeno, alquilo con 1 a 4 átomos de carbono o alquenoilo con 2 a 4 átomos de carbono, y  $R_2$  significa alquilo con 1 a 4 átomos de carbono o alquenoilo con 2 a 4 átomos de carbono,
10. caracterizado porque isocianatos de fórmula general:



en la que  $X_1$  y  $X_2$  tienen el significado arriba indicado, se hacen reaccionar con aminas de fórmula general:



15. en la que  $R_1$  y  $R_2$  tienen los significados arriba indicados, en presencia de un diluyente, a temperaturas

