

358 150

PATENTE DE INVENCION

O.Z. 25 113.



Memoria Descriptiva

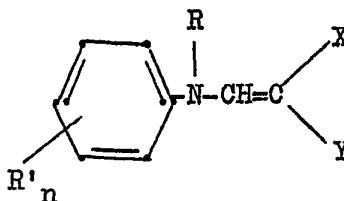
sobre:

"Procedimiento para la obtención de composiciones herbicidas"

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

=====

La presente invención tiene por objeto un procedimiento para preparar composiciones herbicidas, que como compuesto activo contienen un compuesto de fórmula general:





- en la que X e Y representan el radical nitrilo, el radical acetilo ó el radical -COOR", en cuyo caso R" es un radical alifático inferior, R significa hidrógeno, un radical alifático inferior ó un radical aralquilo y R' es un halógeno,
5. especialmente cloro ó bromo, un radical alifático inferior saturado ó insaturado, preferentemente el radical metilo o etilo, o un radical haloalquilo, por ejemplo el radical tricloro ó trifluórmétilo, o un radical alcoxi, preferentemente el radical metoxi o etoxi, un grupo ciano o rodano,
10. un grupo carboxilo eventualmente esterificado, un grupo nitro, un grupo sulfonamida eventualmente N-alquilado o un grupo amino acilado, y n significa 0 hasta 5, pudiendo los radicales R' -en el caso de que n signifique un número mayor que 1 - ser iguales ó diferentes.
15. Los compuestos activos a emplear conforme a la presente invención pueden obtenerse, según lo descrito en "Chemische Berichte" 94, 2285 (1961), por medio de la reacción de cloruros de formanilida N-sustituída con compuestos metileno-activos, tales como cianoacetatos de alquilo, malonatos de dialquilo, malondinitrilo ó acetoacetatos.
20. Según lo indicado en "Journ.Amerc.Chem. Soc." 68, 1253 (1946) ó "Journ.Amer.Chem. Soc." 82 (1960) existe, sin embargo, también la posibilidad de preparar los compuestos del tipo objeto de la presente invención, haciendo reaccionar etoximetilen-cianoacetatos alquílicos, dinitrilo etoximetilen-malóndinitrilo, etoximetilen-malonatos dialquílicos ó etoximetilen-acetaacetatos, con derivados de anilina correspondientemente sustituidos.
25. El compuesto β -(N-fenil-N-metil)-amino- α -ciano-acrilato etílico puede prepararse, por ejemplo, según
- 30.



el procedimiento siguiente:

5. A una disolución de 33 partes en peso de fosgeno en 150 partes de tolueno se añaden, en el transcurso de 20 minutos, a la temperatura de 0°C, 40,5 partes de N-metilformanilida.

10. Después de agitar durante 2 horas a temperatura ambiente (es decir, a 20°C), se añade a la mezcla 33,9 partes de ciano cetato etílico y 60,6 partes de trietila mina, para luego agitar el conjunto durante otras 2 horas a una temperatura comprendida entre 60 y 70°C. Después de refrigerar y separar, por succión, el hidrocloruro de trietilamina precipitado, se concentra el filtrado al vacío.

15. De esta manera, se obtienen 52 partes (75 % de la teoría) del derivado de ácido acrílico, cuyo punto de fusión está comprendido entre 102 y 104°C.

20. Añadiendo agentes emulsionantes, dispersantes y disolventes, por ejemplo, fraccionas de aceites minerales, tales como aceites de alquitrán de hulla, aceite Diesel, ó aceites vegetales, ó hidrocarburos cíclicos, o materiales inertes, e por ejemplo, tierra de infusorios ó caolín, las sustancias activas herbicidas pueden aplicarse, despues de añadirles además agua, en forma de emulsiones o de dispersiones. Los compuestos herbicidas objeto de la presente invención pueden aplicarse tan

25. to en forma granulada como en mezcla con abonos, otros compuestos herbicidas, fungicidas ó insecticidas.

EJEMPLO 1.

30. En el invernadero, las plantas maiz (zea mays), arroz (oryza sativa), algodón (gossypium sp.), patatas



(solanum tuberosum), mostaza silvestre (sinapis arvensis), cenizo (chenopodium album), ortiga menor (urtica urens), espiguilla anual (poa annua), alopecuro (alopecurus myosuroides), y una especie de mijo (echinocloa crus-galli), de entre 2 y 15 cm de altura de crecimiento, se trataron con la sustancia activa β -(N-fenil-N-metil)-amino- α -cianoacrilato etílico (I) y, a título de comparación, con la sal potásica del ácido 2-metil-4-clorofenoxiacético (II), empleándose ambos compuestos en dosis de 2 kg/hectárea y disueltos ó dispersados en cada vez 500 l de agua. El resultado obtenido al cabo de 3 a 4 semanas está indicado en la siguiente tabla:

		<u>Sustancia activa</u>	
		<u>I</u>	<u>II</u>
	Plantas útiles:		
15.	Maiz	0-10	40
	Arroz..	0	20
	Algodón	10	80
	Patatas	0	10-20
	Plantas indeseables:		
20.	Mostaza silvestre	90-100	90
	Cenizo	80	90-100
	Ortiga menor	100	90-100
	Espiguilla anual	80	10
	Alopecuro	80	10-20
25.	Echinochloa crus-galli	90	0-10

0 = Sin efecto perjudicial

100 = Destrucción total

EJEMPLO 2.

Un terreno agrícola útil cubierto de las plantas ortiga menor (urtica urens), cenizo (chenopodium al-



5. bum), mostaza silvestre (*sinapis arvensis*), pamplina de canarios (*stellaria media*), espiguilla anual (*poa annua*), especie de mijo (*echinochloa crus-galli*) y alopecuro (*alopecurus myosuroides*), se trató, en el momento en que las plantas habían alcanzado una altura de crecimiento de entre 2 y 8 cm, con la sustancia activa β -(N-fenil-N-metil)-amino- α -cianoacrilato etílico (I), en una dosis de 5 kg/hectárea, dispersada en 500 litros de agua por hectárea.

10. Después de transcurridos unos 3 a 4 días, las malas hierbas de hoja ancha y de hoja estrecha arriba enumeradas empezaron a marchitarse y al cabo de 2 a 3 semanas, casi todas las malas hierbas resultaron completamente destruidas, de modo que podía procederse a labrar el campo nuevo.

15. EJEMPLO 3.

20. En la arena arcillosa introducida en macetas de plásticos de 8 cm de diámetro se sembraron semillas de maiz (*zea mays*), arroz (*oryza sativa*), algodón (*gossypium sp.*), patatas (*solanum tuberosum*), mostaza silvestre (*sinapis arvensis*), ortiga menor (*urtica urens*) y una especie de mijo (*echinochloa crus-galli*); a continuación, se trató la tierra así preparada con 3 kg/hectárea de β -(N-fenil-N-metil)-amino- α -cianoacrilato etílico, dispersado en 500 litros de agua por hectárea. Cuatro a cinco semanas después, se comprobó que las malas hierbas mostaza silvestre, ortiga menor y *echinochloa crus-galli* habían sido destruidas casi completamente, en tanto que las plantas útiles, es decir, maiz, arroz, algodón y patatas experimentaban un crecimiento absolutamente normal y sin mostrar señales de daño alguno.

25.

30.



El mismo efecto biológico que la sustancia activa I de los ejemplos 1, 2 y 3, lo producen los compuestos siguientes:

- β -(N-p-metilfenil-N-metil)-amino- α -cianoacrilato etílico;
- β -(N-p-metilfenil)-amino- α -cianoacrilato etílico;
- β -(N-3,4-diclorofenil)-amino- α -cianoacrilato etílico;
- β -(N-2,4-diclorofenil)-amino- α -cianoacrilato etílico;
- β -(N-fenil)-amino- α -cianoacrilato etílico;
- β -(N-m-clorofenil)-amino- α -carboetoxi-acrilato etílico;
- β -(N-m-trifluórmetilfenil)-amino- α -carboetoxi-acrilato etílico;
- β -(N-o-cianofenil)-amino- α -carboetoxi-acrilato etílico;
- β -(N-fenil)-amino- α -carboetoxi-acrilato etílico;
- β -(N-p-cromofenil)-amino- α -carboetoxi-acrilato etílico;
- β -(N-2, 4, 5-triclorofenil)-amino- α -carboetoxi-acrilato etílico;
- β -(N-p-metilfenil)-amino- α -acetil-acrilato etílico;
- β -(N-m-clorofenil)-amino- α -acetil-acrilato etílico;
- β -(N-m-trifluórmetilfenil)-amino- α -acetil-acrilato etílico;
- β -(N-o-cianofenil)-amino- α -acetil-acrilato etílico;
- β -(N-fenil)-amino- α -acetil-acrilato etílico;
- β -(N-p-bromofenil)-amino- α -acetil-acrilato etílico;
- β -(N-2,4,5-triclorofenil)-amino- α -acetil-acrilato etílico.

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 se refiere a una solicitud de patente presentada en Alemania, con fecha 15
- 25.
- 30.



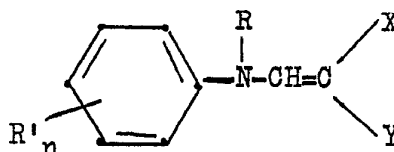
14 SEP. 1968

de septiembre de 1967, nº B 94 489, 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, sobre: "Procedimiento para la obtención de composiciones herbicidas"; caracterizándose por lo siguiente:

5.

1.- Procedimiento para la obtención de composiciones herbicidas, caracterizado porque un compuesto de fórmula general:

10.



15.

en la que X e Y representan el radical nitrilo, el radical acetilo o el radical -COOR", en cuyo caso R" es un radical alifático inferior, R significa hidrógeno, un radical alifático inferior o un radical aralquilo y R' representa un halógeno, un radical alifático inferior saturado o insaturado, o un radical haloalquilo ó un radical alcoxi, un grupo ciano o rodano, un grupo carboxilo eventualmente esterificado, un grupo nitro, un grupo sulfonamida eventualmente N-alkilado ó un grupo amino acilado, y n es 0 hasta 5, pudiendo los radicales R', en el caso de que n sea mayor que 1, ser iguales ó diferentes, se distribuye finamente, en una cantidad comprendida entre 0,1 y 95 % en peso, mediante agitación o molien-
da intensa, en una carga sólida ó líquida.

20.

25.

30.

2.- Procedimiento para la obtención de composiciones herbicidas; tal y como queda sustancialmente des-



crito en la presente memoria.

Esta memoria consta de ocho hojas escritas a máquina, por una sola cara.

Madrid,

14 SEP. 1938

BADISCHE ANILIN- & SODA-FABRIK
AKTIENGESELLSCHAFT.

A. GÓMEZ ACEBO Y MORA
Firmado: F. Hernández Ruiz