

PATENTE DE INVENCION

Le A 10 956-Sp.
=====

19 NOV



358290

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la obtención de un medio herbicida a base de 1,2,4-tiadiazolil-úreas".

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

La presente invención se refiere a nuevas 1,2,4-tiadiazolilúreas que tienen propiedades herbicidas, así como a varios procedimientos para su preparación.

5. Ya se ha dado a conocer que tia-



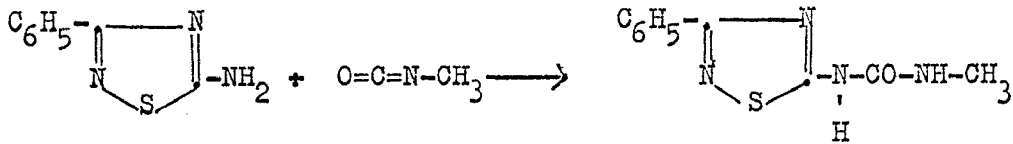
5. Ha de considerarse manifiestamente sorprendente el hecho de que las 1,2,4-tiadiazolil-úreas según el invento, tienen un efecto herbicida más fuerte y un mejor efecto herbicida selectivo que las tiazolilúreas anteriormente conocidas.

10. En la fórmula (I) arriba citada, R representa preferiblemente hidrógeno, alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, cicloalquilo con 5 a 6 átomos de carbono, alquilmercapto con 1 a 2 átomos de carbono, fenilalquilo con 1 a 3 átomos de carbono en el resto alquilo, dialquilamino con 1 a 4 átomos de carbono en los restos alquilo, así como fenol y fenol substituído por a lo menos un miembro del grupo consistente en 1 a 2 átomos de cloro y nitro.

15. R' representa preferiblemente hidrógeno, alquilo con 1 a 4 átomos de carbono, hidroxialquilo con 1 a 3 átomos de carbono, alcoxi con 1 a 2 átomos de carbono.

20. R'' representa preferiblemente hidrógeno y alquilo con 1 a 2 átomos de carbono y R''' representa preferiblemente alquilo con 1 a 4 átomos de carbono y alcoxi con 1 a 2 átomos de carbono.

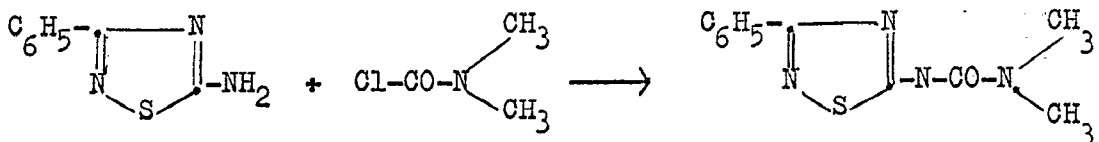
25. Si, como componentes de partida, se aplican isocianato de metilo y 3-fenil-5-amino-1,2,4-tiadiazol, el desarrollo de la reacción según el procedimiento (a) puede ser ilustrado por el siguiente esquema de fórmulas,



(VII)

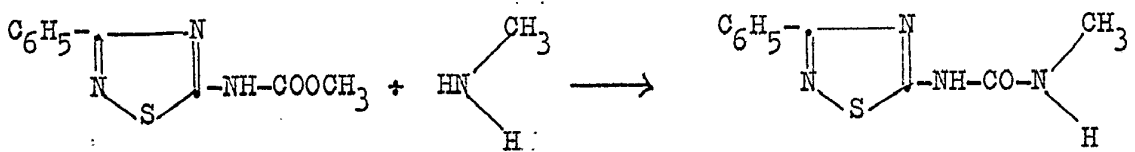
Si, como sustancias de partida, se aplican 3-fenil-1,2,4-tiadiazol y cloruro de ácido dimetilcarbámico, el desarrollo de la reacción según el procedimiento (b) puede ser representado por el siguiente esquema de fórmulas:

5.



Si, como sustancias de partida, se aplican el éster metílico de ácido 3-fenil-1,2,4-tiadiazolcarbámico y metilamina, el desarrollo de la reacción según el procedimiento (c) puede ser ilustrado por el siguiente esquema de fórmulas:

10.



Las sustancias de partida según las fórmulas (II), (III), (IV) y (VI) ya son conocidas.

15. Las sustancias de partida según la formula V aún no son conocidas, pero pueden ser preparados por los procedimientos usuales para la preparación de uretanos a partir de las tiadiazoli-



laminas según la fórmula (II), por ejemplo por reacción con ésteres de ácido clorofórmico en presencia de disolventes orgánicos inertes, tales como benceno, y de agentes ligadores de ácidos, tales como trimetilamina y piridina, a temperaturas entre 0° y 40° C.

Como diluyentes para los precisados procedimientos (a), (b) y (c), entran en consideración todos los disolventes orgánicos inertes.

10. A ellos pertenecen preferiblemente hidrocarburos, tales como benzol y toluol; éteres, tales como éter dietílico, tetrahidrofurano y dioxano; cetonas, tales como acetona, ésteres, tales como éster etílico de ácido acético, y disolventes polares, tales como dimetilformamida y acetonitrilo.

15. Como agentes ligadores de ácidos, pueden emplearse todos los agentes ligadores de ácidos usuales. A ellos pertenecen preferiblemente hidróxidos alcalinos, tales como hidróxido de sodio e hidróxido de potasio, así como carbonatos alcalinos, tales como carbonato de potasio. Son particularmente apropiadas las aminas terciarias, tales como piridina y trietilamina.

20. Las temperaturas de reacción pueden variar dentro de un margen amplio. Por lo general, se trabaja entre 0° y 120°C, preferiblemente entre 10° y 120°C.

25. En la ejecución de los procedimientos según la invención, se aplican convenientemente cantidades equimolares de las substancias de

30.



partida. En el caso de los procedimientos (a) y (b), las temperaturas más ventajosas están entre 10° y 80° C, en el caso del procedimiento (c) entre 80° y 120° C. Además, aquí convenientemente se trabaja bajo

5. presión. Como disolventes puede emplearse, en este caso, también un exceso de amina. La elaboración de la mezcla de reacción es efectuada; en forma usual.

Las sustancias activas según el invento, tienen influencia sobre el crecimiento de las plantas y, por ello, pueden ser aplicadas como agentes deshojadores y como agentes destructores de malezas al objeto de facilitar la cosecha. Muy especialmente son apropiadas para combatir malezas.

10. Bajo malezas, en el sentido más amplio, se entienden todas las plantas que crecen en lugares en que no son deseadas. La cuestión de que si las sustancias activas según el invento actúan como herbicidas totales o selectivos, dependen esencialmente de la cantidad aplicada.

20. Las sustancias de acuerdo con el invento, pueden ser aplicadas, por ejemplo en el caso de las siguientes plantas: Dicótilos, tales como mostaza (Sinapis), berro (Lepidium), amor de hortelano (Galium), álsine (Stellaria), camomila (Matricaria) galinsoga (Galinsoga), pata de ganso (Chenopodium), ortiga (Urtica), zuzón (Senecio), algodón (Gossypium), remolachas (Beta), zanahorias (Daucus) habas, chauchas (Phaseolus), papas (Solanum), café (Coffea), monocótilos, tales como fleo (Phleum), poa
25. (Poa), festuca (Festuca), eleusina (Eleusine), almo-
- 30.



10.

rejo (Setaria) cizaña (Lolium), bromo (Bromus), mijo de gallinas (Echinochloa), maíz (Zea), arroz (Oryza), avena (Avena), cebada (Hordeum), trigo (Triticum), mijo (Panicum), caña de azúcar (Saccharum).

5. 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 la forma usual, 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 esencialmente entran en consideración: hidrocarburos aromáticos, tales como xileno y benceno; hidrocarburos aromáticos clorados, tales como clorobenceno; parafinas, tales como fracciones de petróleo; alcoholes, tales como metanol y butanol; disolventes fuertemente polares, tales como dimetilformamida y dimetilsulfóxido, así como agua, entran en consideración como sustancias sólidas de vehículos: polvos minerales naturales, tales como caolines, arcillas, talco y creta, y polvos minerales sintéticos, tales como ácido silícico altamente disperso y silicatos; como emulsivos: emulsivos no ionógenos y aniónicos, tales como ésteres de polioxietileno y ácidos gra-
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



19 NOV 1960

5. sos, éteres de polioxietileno y alcoholes grasos, por ejemplo éteres alquilarilpoliglicólicos, sulfonatos alquílicos y arílicos: como agentes dispersantes; por ejemplo lignina, lejías de desecho de sulfito y metilcelulosa.

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

10. Las formulaciones contienen, por lo general, entre un 0,1% y un 95% por peso de sustancia activa, preferiblemente entre un 0,5% y un 90% por peso.

15. Las sustancias activas pueden ser aplicadas como tales, como formulaciones o como formas de aplicación preparadas de las formulaciones en estado listo para el uso, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados. La aplicación procede en la forma usual, por ejemplo por riego, pulverización, vaporización, espolvoreo, dispersión o distribución.

20. Las sustancias activas pueden ser aplicadas tanto antes, como después de la brotación de las plantas, vale decir, según el procedimiento de pre-germinación, así como también según el procedimiento de post-germinación.

25. Las cantidades de aplicación, así como también las concentraciones de la sustancia activa en las preparaciones listas para la aplicación, pueden variar dentro de límites amplios y principal-

30.



mente dependen también de la cuestión del empleo de las sustancias activas como herbicidas selectivos o como herbicidas totales.

5. Por lo general, las cantidades de aplicación están entre 1 kg y 20 kg/ha, preferiblemente entre 2 kg y 10 kg/ha. Las concentraciones de las sustancias activas están generalmente entre un 0,01 % y un 10%, preferiblemente entre un 0,02 % y un 5%.

10. Ejemplo A

Ensayo de pre-germinación

Disolvente: 5 partes por peso de acetona
emulsivo: 1 parte por peso de éter alquilaril-
poliglicólico

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

20. Las semillas de las plantas de ensayo son sembradas en un suelo normal y al cabo de 24 horas se riega el sembrado con la preparación de sustancia activa, manteniéndose convenientemente constante la cantidad de agua por unidad de superficie. La concentración de la sustancia activa en la preparación no tiene importancia, decisiva es tan solo la cantidad de aplicación de la sustancia activa por unidad de superficie. Al cabo de tres semanas, se determina el grado de perjuicio que sufrieron las
- 25.
- 30.



plantas y se lo clasifica con los índice 0 a 5, significando:

- 0 ningún efecto
- 1 leves daños o retraso del crecimiento
- 5. 2 daños marcados o inhibición del crecimiento
- 3 daños graves y tan solo desarrollo defectuoso o tan solo un 50% de las plantas brotó
- 10. 4 plantas después de la germinación parcialmente destruídas o tan solo un 25% de las plantas brotó
- 5 plantas totalmente destruídas o no brotadas.

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

Tabla

Ensayo de pre-germinación

| Substancia activa | subst. act. aplicada kg/ha | Echino-chloa | Cheno-podium | Sinapis | avena | algodón | trigo |
|------------------------------------|------------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|-----------------------|-------------------------|
| <chem>CC(=O)N1CNC(S1)C(=O)N</chem> | 40 20 10 5 2,5 | 4-5 4 4 3 2 | 5 5 5 4 2-3 | 5 5 4 2-3 1 | 4 4 3-4 3 2 | 4 4 3 1 0 | 4-5 4 4 3 1 |
| <chem>CC(=O)N1CNC(S1)C(=O)N</chem> | 40 10 5 2,5 1,25 | 5 5 5 5 4 | 5 5 5 5 5 | 5 5 5 5 5 | 5 5 4-5 4 5 | 5 5 2 1 0 | 5 5 4 2 1 |
| <chem>CC(=O)N1CNC(S1)C(=O)N</chem> | 40 10 5 2,5 | 5 5 5 4 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 4-5 4 3 | 5 4 3 2 | 4-5 3 2 0 |
| <chem>CC(=O)N1CNC(S1)C(=O)N</chem> | 40 10 5 2,5 | 5 5 5 4 | 5 5 5 3 | 5 5 5 5 | 5 5 4-5 4 3 | 4 2 0 0 | 5 3 2 1 |
| <chem>CC(=O)N1CNC(S1)C(=O)N</chem> | 40 10 5 2,5 | 5 5 5 4-5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 4-5 3 | 5 3-4 2 0 | 4 2 0 0 |
| <chem>CC(=O)N1CNC(S1)C(=O)N</chem> | 40 10 5 2,5 | 5 5 5 4-5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 4-5 3 | 5 3-4 2 0 | 4 2 0 0 |



Tabla

Ensayo de pre-germinación

| Substancia activa | subst. act. aplicada kg/ha | Echinochloa | Chenopodium | Sinapis | aver |
|-------------------------------------|----------------------------|-------------|-------------|---------|------|
| <chem>CC1=NC(S1)C(=O)NC(=O)N</chem> | 40 | 4-5 | 5 | 5 | 4 |
| | 20 | 4 | 5 | 5 | 4 |
| | 10 | 4 | 5 | 4 | 3-4 |
| | 5 | 3 | 4 | 2-3 | 3 |
| | 0 (conocida) | 2,5 | 2 | 2-3 | 1 |
| <chem>CC1=NC(S1)C(=O)N(C)C</chem> | 40 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| | 10 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| | 2,5 | 5 | 5 | 5 | 4-5 |
| | 1,25 | 4 | 5 | 5 | 4 |
| <chem>CC1=NC(S1)C(=O)N(C)C</chem> | 40 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| | 10 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| | 5 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| | 2,5 | 4 | 5 | 5 | 5 |
| | | | | | |
| <chem>CC1=NC(S1)C(=O)N(C)C</chem> | 40 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| | 10 | 5 | 5 | 5 | 4-5 |
| | 5 | 5 | 4 | 5 | 4 |
| | 2,5 | 4 | 3 | 5 | 3 |
| | | | | | |
| <chem>CC1=NC(S1)C(=O)N(C)C</chem> | 40 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| | 10 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| | 5 | 5 | 5 | 5 | 4-5 |
| | 2,5 | 4-5 | 5 | 5 | 3 |
| | | | | | |
| <chem>CC1=NC(S1)C(=O)N(C)C</chem> | 40 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| | 10 | 5 | 5 | 5 | 5 |
| | 5 | 5 | 5 | 5 | 4-5 |
| | 2,5 | 4-5 | 5 | 5 | 3 |
| | | | | | |



| ción | avena | algodón | trigo |
|------|-------|---------|-------|
| 5 | 4 | 4 | 4-5 |
| 5 | 4 | 4 | 4 |
| 4 | 3-4 | 3 | 4 |
| 3 | 3 | 1 | 3 |
| 1 | 2 | 0 | 1 |
| 5 | 5 | 5 | 5 |
| 5 | 5 | 5 | 5 |
| 5 | 5 | 2 | 4 |
| 5 | 4-5 | 1 | 2 |
| 5 | 4 | 0 | 1 |
| 5 | 5 | 5 | 4-5 |
| 5 | 5 | 4 | 3 |
| 5 | 5 | 3 | 2 |
| 5 | 5 | 2 | 0 |
| 5 | 5 | 4 | 5 |
| 5 | 4-5 | 2 | 3 |
| 5 | 4 | 0 | 2 |
| 5 | 3 | 0 | 1 |
| 5 | 5 | 5 | 4 |
| 5 | 5 | 3-4 | 2 |
| 5 | 4-5 | 2 | 0 |
| 5 | 3 | 0 | 0 |
| 5 | 5 | 5 | 4 |
| 5 | 5 | 3-4 | 2 |
| 5 | 4-5 | 2 | 0 |
| 5 | 3 | 0 | 0 |

Ejemplo B



Ensayo de post-germinación

Disolventes: 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 sustancia activa, se mezcla 1 parte por peso de sustancia activa con la cantidad indicada de disolventes, se agrega la cantidad indicada de emulsivo y se diluye el concentrado con agua hasta la concentración deseada.

10.

La preparación de sustancia activa es pulverizada sobre plantas de ensayo que tienen una altura de unos 5 a 15 cm, hasta su estado justamente húmedo de rocío. Al cabo de tres semanas, se determina el grado de perjuicio de las plantas y se lo clasifica con los índices 0 a 5, significando:

15.

0 ningún efecto

20.

1 manchas aisladas de leve quemadura

2 daños marcados en las hojas

3 hojas aisladas y partes de tallo parcialmente muertas

4 planta parcialmente destruída

25.

5 planta totalmente muerta.

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



Tabla

Ensayo de post-germinación

| Substancia activa | concentración de subst. act. % | Echinochloa | Chenopodium | Sinapi | Stellaria | Urtica | Daucus | avena | algodón | trigo |
|---|---------------------------------------|-----------------------|-------------------------|--------------------------------|--------------------------------|----------------------------|----------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| <chem>CC(=O)N1CNC(S1)C(=O)N</chem> (conocióla) | 0,2 0,1 0,05 0,025 | 5 4 3 1 | 5 4-5 3 | 5 5 4-5 4 | 5 4-5 3 2 | 5 3 1 0 | 5 3 1 0 | 2 1-2 1 0 | 3 2-3 2 0 | 2 1-2 1 0 |
| <chem>Cc1ccc2nc(s2)nc1C(=O)N</chem> | 0,2 0,1 0,05 0,025 | 5 5 5 5 | 5 5 5 4 | 5 5 5 5 | 5 5 5 4 | 3 3 3 5 | 3 3 3 5 | 3 3 3 0 | 1 0 0 0 | 1 0 0 0 |
| <chem>CC(C)N1CNC(S1)C(=O)N</chem> | 0,2 0,1 0,05 0,025 0,0125 | 5 5 5 5 4 | 5 5 5 5 4-5 | 5 5 5 5 5 | 5 5 5 5 5 | 5 5 5 5 5 4 | 5 5 5 5 5 4 | 5 4 3 0 0 | 5 4 4 3 1 | 5 4 4 2 0 |
| <chem>CC1CNC(S1)N(C)C(=O)N</chem> | 0,2 0,1 0,05 0,025 | 5 5 5 4 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 4-5 | 5 5 5 0 | 5 5 5 0 | 5 3 2 | 5 4 4 3 | 4-5 2 2 0 |
| <chem>CC(C)N1CNC(S1)C(=O)N</chem> | 0,2 0,1 0,05 0,025 | 5 5 5 3 | 5 5 4 3 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 4 | 5 4 4 2 | 5 4 4 2 | 2 1 0 0 | 4 2 1 0 |
| <chem>CC(C)N1CNC(S1)C(=O)N</chem> | 0,2 0,1 0,05 0,025 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 4-5 4 | 5 5 5 5 | 5 5 4-5 4 |
| <chem>CC(C)N1CNC(S1)C(=O)N</chem> | 0,2 0,1 0,05 0,025 | 5 5 5 4-5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 4 | 5 5 5 5 | 5 5 5 4 | 5 5 5 4 | 5 5 5 5 | 5 5 5 2 |

Tabla

Ensayo de post-germinación

| Substancia activa | concentración de subst. act. % | Echinochloa | Chenopodium | Sinapis | Stellaria |
|--|---------------------------------------|-----------------------|-------------------------|-----------------------|-----------------------|
| <chem>CC(=N1CNC(S1)NC(=O)NC)C</chem> (conocida) | 0,2 0,1 0,05 0,025 | 5 4 3 1 | 5 5 4-5 3 | 5 5 4-5 4 | 5 4-5 3 2 |
| <chem>CC(=N1CNC(S1)NC(=O)NC)C2=CC=CC=C2</chem> | 0,2 0,1 0,05 0,025 | 5 5 5 5 | 5 5 5 4 | 5 5 5 5 | 5 5 5 4 |
| <chem>CC(C)C(=N1CNC(S1)NC(=O)NC)C</chem> | 0,2 0,1 0,05 0,025 0,0125 | 5 5 5 5 4 | 5 5 5 5 4-5 | 5 5 5 5 5 | 5 5 5 5 5 |
| <chem>CC(C)C(=N1CNC(S1)NC(=O)NC)C</chem> | 0,2 0,1 0,05 0,025 | 5 5 5 4 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 4 |
| <chem>CC(=N1CNC(S1)NC(=O)NC)CC</chem> | 0,2 0,1 0,05 0,025 | 5 5 5 3 | 5 5 4 3 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 |
| <chem>CC(C)C(=N1CNC(S1)NC(=O)NC)C</chem> | 0,2 0,1 0,05 0,025 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 |
| <chem>CC(=N1CNC(S1)NC(=O)NC)CC</chem> | 0,2 0,1 0,05 0,025 | 5 5 5 4-5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 4 |

aci

lapic Stella- Urti- Daucus avena algo- trigo
ria ca don

| | Stella- ria | Urti- ca | Daucus | avena | algo- don | trigo |
|------------------|--------------------|------------------|------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|
| 5 5 5 4 | 5 4-5 3 2 | 5 3 1 0 | 5 3 1 0 | 2 1-2 1 0 | 3 2-3 2 0 | 2 1-2 1 0 |
| 5 5 5 5 | 5 5 4 | 5 5 4 | 3 5 5 | 3 3 2 0 | 1 0 0 0 | 1 0 0 0 |
| 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 5 | 5 5 5 4 | 5 4 3 0 0 | 5 4 4 3 1 | 5 4 4 2 0 |
| 5 5 5 | 5 5 4-5 | 5 5 4-5 | 5 5 0 | 5 3 2 | 5 4 4 3 | 4-5 2 2 0 |
| 5 5 5 | 5 5 5 | 5 5 5 | 5 5 4 | 5 4 4 2 | 2 1 0 0 | 4 2 1 0 |
| 5 5 5 | 5 5 5 | 5 5 5 | 5 5 5 | 5 5 4-5 4 | 5 5 5 | 5 5 4-5 4 |
| 5 5 5 4 | 5 5 5 4 | 5 5 5 5 | 5 5 5 4 | 5 5 5 4 | 5 5 5 | 5 4 3 2 |



1968





Ejemplo 1

19 N

- A 17,7 g (0,1 mol) de 3-fenil-5-amino-1,2,4-tiadiazol en 60 ml de acetona se agregan gota a gota 5,7 g (0,1 mol) de isocianato de metilo a 20°C bajo agitación. Después de decrecer el desarrollo de calor de reacción, se mantiene la temperatura todavía durante 2 horas a 50°C, luego se elimina el disolvente en el vacío. Después de la recristalización del residuo sólido en alcohol, se obtiene
5. la N-(3-fenil-1,2,4-tiadiazolil)-N'-metil-úrea en forma cristalina (Véase tabla).
10. la N-(3-fenil-1,2,4-tiadiazolil)-N'-metil-úrea en forma cristalina (Véase tabla).

En forma análoga son preparadas también las úreas ulteriores indicadas en la tabla.

Tabla 1

| | R | R' | R'' | R''' | P, f°C |
|-----|-------------------------------------|-------------------|-----|------------------------------------|--------|
| 15. | C ₆ H ₅ - | H | H | CH ₃ | 197 |
| | C ₆ H ₅ - | H | H | isoC ₃ H ₇ - | 192 |
| | CH ₃ - | CH ₃ - | H | CH ₃ - | 220 |
| | isoC ₃ H ₇ - | CH ₃ - | H | CH ₃ - | 124 |
| 20. | CH ₃ - | H | H | CH ₃ - | 256 |
| | C ₂ H ₅ - | H | H | CH ₃ - | 253 |
| | n-C ₃ H ₇ - | H | H | CH ₃ - | 226 |
| | iso-C ₃ H ₇ - | H | H | CH ₃ - | 224 |
| | CH ₃ S- | H | H | CH ₃ - | 145 |
| 25. | (CH ₃) ₂ N- | H | H | CH ₃ - | 120 |

Ejemplo 2

- A 17,7 g (0,1 mol) de 3-fenil-1,2,4-tiadiazol disueltos en 150 ml de piridina se agregan 0,1 mol de cloruro de ácido dimetilcarbámico y se deja la solución en reposo durante 24 horas a la tem-
- 30.



peratura ambiente.

Subsiguientemente, del hidrocloreuro de piridina se recoge por succión, se evapora la solución de piridina en el vacío y se mezcla bajo agitación el residuo sólido con 110 ml de ácido clorhídrico al 5%. Se recoge por succión la N-(3-fenil-1,2,4-tiadiazolil)-N'-dimetil-úrea en bruto y se la recrystaliza en un poco de alcohol. P.f. = 140°C. (compárese Tabla 2).

10. En forma análoga son preparadas también las demás úreas indicadas en la tabla.

Tabla 2

| | R | R' | R'' | R''' | P.f. °C |
|-----|-------------------------------------|----|-------------------|-------------------|---------|
| | CH ₃ - | H | CH ₃ - | CH ₃ - | 102 |
| 15. | C ₂ H ₅ - | H | CH ₃ - | CH ₃ - | 123 |
| | n-C ₃ H ₇ - | H | CH ₃ - | CH ₃ - | 89 |
| | iso-C ₃ H ₇ - | H | CH ₃ - | CH ₃ - | 75 |

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 con fecha 19 de septiembre de 1.967, bajo el número F 53530 IVd/12p, acogiéndose por tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye

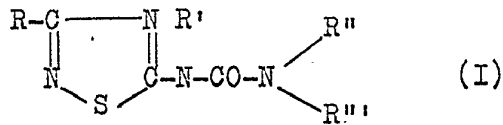
30.



la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España sobre: "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UN MEDIO HERBICIDA A BASE DE 1,2,4-tiadiazolil-úreas"; caracterizándose

5. se por lo siguiente:

1ª.- Procedimiento para la obtención de un medio herbicida a base de 1,2,4-tiadiazolil-úreas, de fórmula,



en la cual representan:

10. R alquilo, cicloalquilo, arilalquilo, dialquilamino o arilo eventualmente substituído por cloro y/o nitro, R' hidrógeno, alquilo, hidroxialquilo o alcoxi, R'' hidrógeno o alquilo con 1 a 4 átomos de carbono y R''' alquilo o alcoxi, caracteri-

15. zado porque dichas 1,2,4-tiadiazolil-úreas se mezclan con materiales de carga y en caso dado con materiales tensioactivos en cantidad de 0,1 - 95 partes en peso de material activo por 99,9 - 5 partes en peso de materiales auxiliares.

20. 2ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque como materiales auxiliares se emplean disolventes líquidos, materiales de carga sólidos, agentes de emulsión y agentes de dispersión, como disolventes aromatos, aromatos clorados, parafinas, alcoholes, aminas o derivados amínicos como materiales de carga sólidos, las moltura-

25.

