

376894



SECCION TECNICA
CLASIFICACION
CLASE <u>A01 007</u>
SUBCLASE <u>M C</u>

PATENTE DE INVENCION

Le A 12 061-Sp.

## Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE N-ARIL UREAS.-

-----

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

-----

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

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

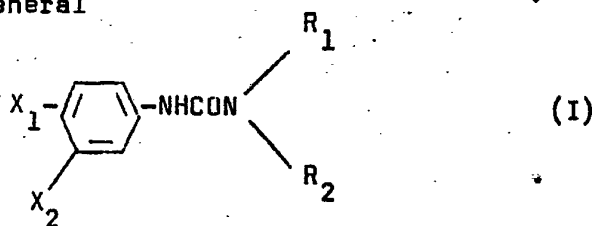
5.

376894



Además es conocido que la N-(4-trifluormetilmercaptofenil)-N', N' -dimetilúrea puede ser aplicada como herbida selectivo, por ejemplo, en cereales (compárese Patente belga No. 719.350).

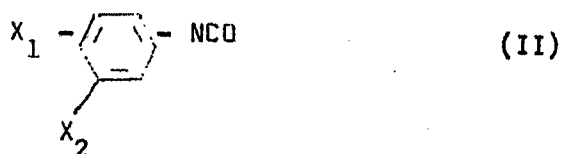
5. Se ha encontrado las nuevas úreas N-arílicas de la fórmula general



en la cual representan:

10.  $X_1$  y  $X_2$  trifluormetoxi, cloro e hidrógeno, significando  $X_1$  o  $X_2$  trifluormetoxi,  
 $R_1$  hidrógeno, alquilo con 1 a 4 átomos de carbono o alqueno con 2 a 4 átomos de carbono, y  
 $R_2$  alquilo con 1 a 4 átomos de carbono o alqueno con 2 a 4 átomos de carbono, tienen buenas propiedades herbidas.  
 15.

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



20. en la cual  $X_1$  y  $X_2$  tienen los significados arriba indicados, se hacen reaccionar con aminas de la fórmula



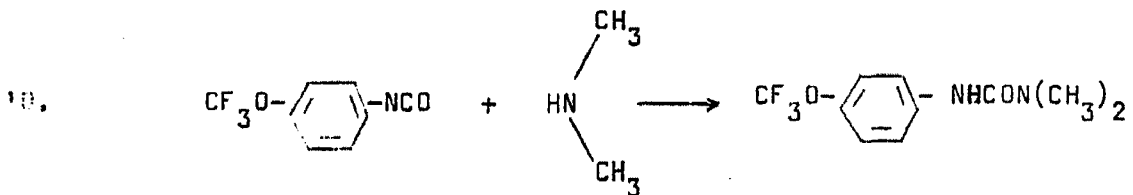
en la cual  $R_1$  y  $R_2$  tienen los significados arriba indicados, en presencia de un disolvente.



Ha de considerarse manifiestamente sorprendente el hecho de que las sustancias activas de acuerdo con el invento, tienen una actividad herbicida superior que las sustancias activas químicamente más parecidas de igual campo de acción ya conocidas.

5.

Aplicándose como sustancias de partida, el isocianato de 4-trifluorometoxifenilo y la dimetilamina, el desarrollo de la reacción puede ser representado por el siguiente esquema de fórmulas



Las sustancias de partida de acuerdo con las fórmulas (II) y (III) ya son conocidas.

15.

Como ejemplo de isocianatos sean mencionados los isocianatos de 3-cloro-4-trifluorometoxifenilo, de 3-trifluorometoxifenilo y de 3-trifluorometoxi-4-clorofenilo.

20.

Aminas particularmente apropiadas son: metilamina, dimetilamina, metiletilamina, alilamina, butilamina, metil-butyl-amina y dialilamina.

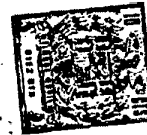
25.

Como diluyentes entran en consideración agua y disolventes orgánicos inertes. A éstos pertenecen particularmente éteres, tales como dioxano y éter dietílico; hidrocarburos, tales como benceno, e hidrocarburos clorados, tales como clorobenceno.

Las temperaturas de reacción pueden variar dentro de límites amplios, por lo general, se trabaja a 10-80°C, preferiblemente a 20-50°C.

En el procedimiento se aplican cantidades aproximadamente equimolares de isocianato y de amina, pero un

-4 376894



exceso de amina no importa. La elaboración es efectuada en la forma usual.

5. Las sustancias activas tienen una fuerte potencia herbicida y, por ello, pueden ser utilizadas como agentes destructores de malezas. 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 las sustancias activas según el invento actúan como herbicidas totales o selectivos, depende esencialmente de la magnitud de la cantidad aplicada.

10. Las sustancias según el invento pueden ser aplicadas, por ejemplo, en el caso de las siguientes plantas: dicotiledóneas, 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*), zanahoria (*Daucus*), habas (chauchas) (*Phaseolus*), patatas (papas) (*Solanum*), café (*Coffea*); monocotiledóneas, tales como fleo (*Phleum*), poa (*Poa*), cañuela (*Festuca*), eleusine (*Eleusine*), almuerzo (*Setaria*), cizaña (*Lolium*), bromo (*Bromus*), mijo de gallina (*Echinochloa*), maíz (*Zea*), arroz (*Oryza*), avena (*Avena*), cebada (*Hordeum*), trigo (*Triticum*), mijo (*Panicum*), caña de azúcar (*Saccharum*).

25. Las sustancias activas son aplicadas preferiblemente como herbicidas selectivos. Muestran una buena selectividad en la aplicación antes y después de la brotadura de las plantas cultivadas en cereales, particularmente en trigo y maíz, y pueden ser utilizadas también en la lucha contra las malezas en algodón y zanahorias.

30.



Las sustancias activas pueden ser elaboradas 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, disolventes líquidos y/o sustancias sólidas de vehículo, y/o con agentes superficialmente activos, vale decir, emulsivos y/o agentes dispersantes. En el caso de la utilización de agua como diluyente, pueden emplear, por ejemplo, también disolventes orgánicos como disolventes auxiliares. Entran en consideración esencialmente, como disolventes líquidos: hidrocarburos aromáticos, tales como xileno o benceno; hidrocarburos aromáticos clorados, tales como clorobencenos; parafinas, tales como fracciones de petróleo; alcoholes, tales como metanol, y butanol; disolventes fuertemente polares, tales como dimetilformamida y sulfóxido de dimetilo, así como agua, como sustancias sólidas de vehículo: 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 grasos, éteres de polioxietileno y alcoholes grasos, por ejemplo, éteres alquil-aril-poliglicólicos, sulfonatos alquílicos y arílicos; como agentes dispersantes: por ejemplo lignina, lejías de desecho de sulfitos y metilcelulosa.

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



otras sustancias activas conocidas. Las sustancias activas pueden ser aplicadas como tales, como formulaciones o como formas de aplicación preparadas de las mismas, tales como soluciones, emulsiones, suspensiones, polvos, pastas y granulados, en estado listo para el uso. La aplicación es efectuada en forma usual, por ejemplo, por espolvoreo, pulverización, rociada, riego o distribución.

5.

La aplicación puede ser realizada tanto antes de la brotadura, como también después de la brotadura de las malezas.

10.

La cantidad aplicada de sustancia activa puede variar dentro de límites amplios. Depende esencialmente de la índole del efecto deseado.

15.

Por lo general, las cantidades de aplicación están entre 0,25 y 15 Kg de sustancia activa por hectárea, preferiblemente entre 0,5 y 10 Kh/ha.

#### Ejemplo A

Ensayo de aplicación antes de la brotadura

Disolvente: 5 partes en peso de acetona

20.

emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilaril-poliglicólico.

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

25.

Semillas de las plantas de ensayo son sembradas en un suelo normal y al cabo de 24 horas son regadas con la preparación de sustancia activa, manteniéndose convenientemente constante la cantidad de agua por unidad de superficie. La concentración de sustancia activa en la

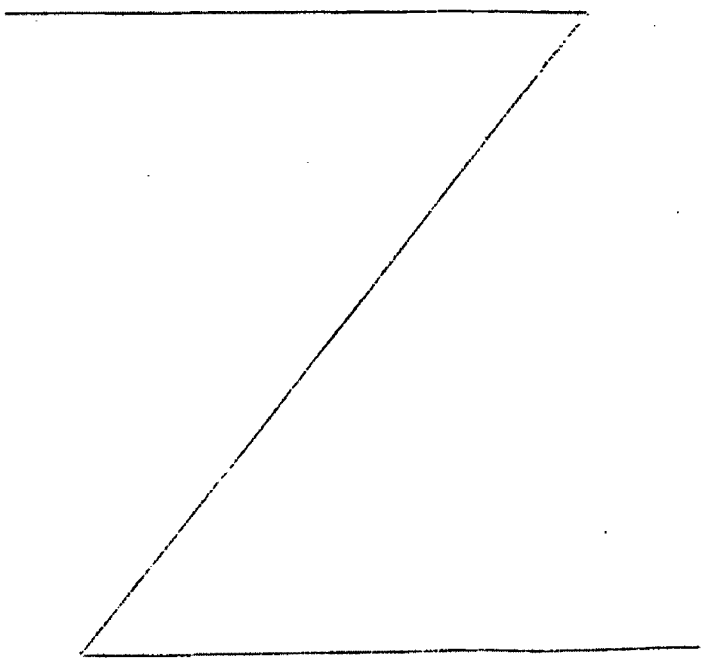
30.



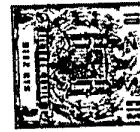
preparación no tiene importancia, decisiva es tan solo la cantidad de aplicación de la substancia activa por unidad de superficie. Al cabo de 3 semanas se determina el grado de daño sufrido por las plantas de ensayo y se

5. lo clasifica con los índices 0 a 5, que tienen los siguientes significados:
- 0 ningún efecto,
  - 1 leves daños o atraso del crecimiento,
  - 2 daños manifiestos o inhibición del crecimiento,
  - 10. 3 daños graves y desarrollo tan solo deficiente o brotadura de tan solo un 50% de las plantas.
  - 4 plantas parcialmente destruidas después de la germinación o brotadura de tan solo un 25% de las plantas.
  - 5 plantas totalmente muertas o sin brotadura.

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



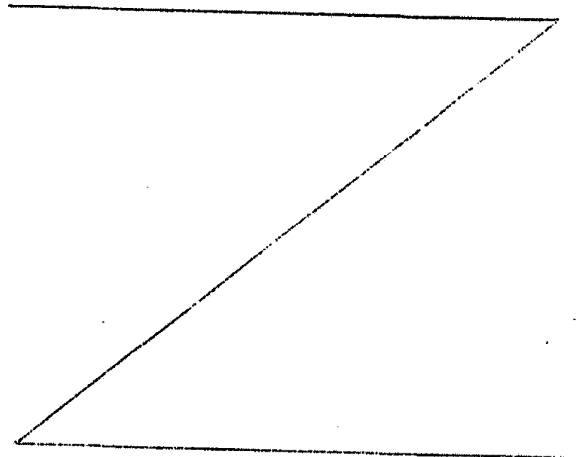
- B 376894



T A B L A I

Ensayo de aplicación antes de la brotadura

Substancia activa	cantidad de subst. act. kg/ha	Sina- pis	Echino- chloa	Cheno- podium	Stella- ria
$\text{F}_3\text{CS}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}-\underset{\text{O}}{\text{C}}-\text{N}=(\text{CH}_3)_2$ (conocida)	5	5	4-5	5	5
	2,5	4	3	5	5
	1,25	3	3	4-5	5
$\text{CF}_3\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}-\underset{\text{O}}{\text{C}}-\text{N}=(\text{CH}_3)_2$	5	5	4-5	5	5
	2,5	5	4	5	5
	1,25	5	3	5	5

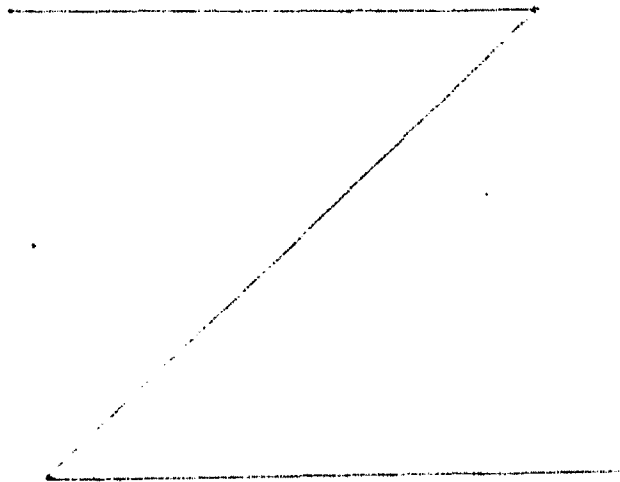


376894



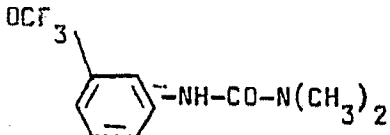
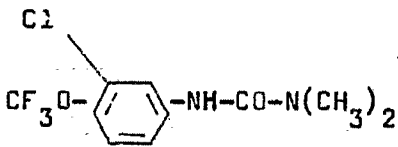
Galinsoga	Matricaria	avena	algodón	trigo	trigo sarra-ceno	maiz
5	5	3	0	1	5	2
5	5	2	0	0	4	1
5	5	1	0	0	2	0

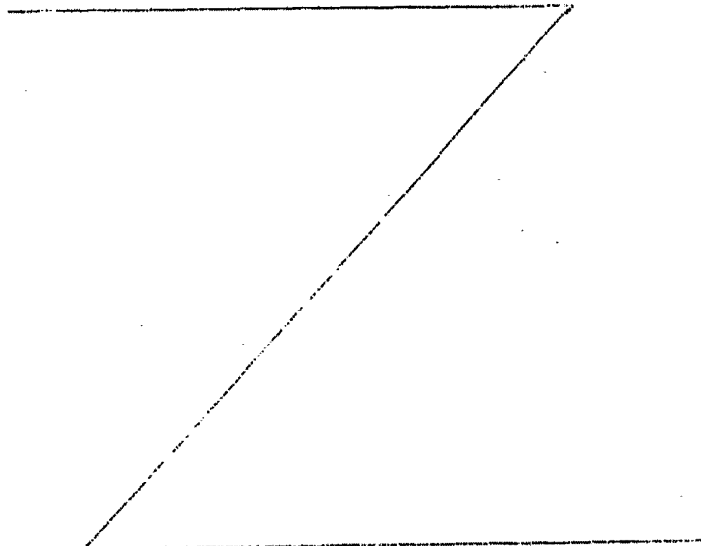
5	5	5	2	3	5	3
5	5	5	0	2	5	1
5	5	4-5	0	1	4-5	0



376894



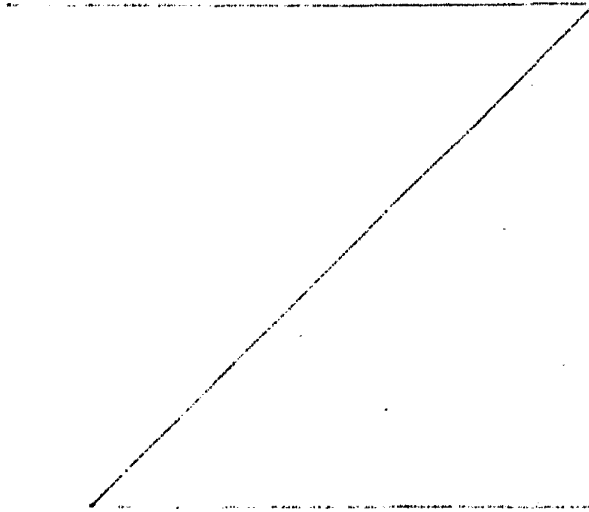
Substancia activa	cantidad de subst. act. kg/ha	Sinapis	Echinochloa	Chenopodium	Stellaria
	5	5	5	5	5
	2,5	5	4-5	5	5
	1,25	3	3	4-5	5
	5	5	4-5	5	5
	2,5	4	3	5	5
	1,25	4	2	4-5	5



376894



Galinsoga	Matricaria	avena	algodón	trigo	trigo sarraceno	maiz
5	5	4	2	2	5	4
5	5	3	1	1	4	4
5	5	2	0	0	3	3
5	5	1	0	0	3	2
5	5	0	0	0	1	1
5	5	0	0	0	1	0





Ensayo de aplicación después de la brotación,

Disolvente: 5 partes en peso de acetona,

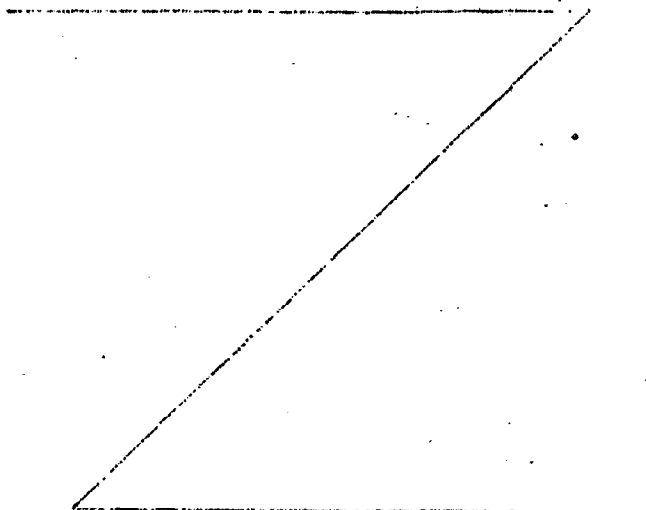
emulsivo: 1 parte en peso de éter alquilaril-poliglicólico.

5. Para la producción de una preparación apropiada de sustancia activa, se mezcla 1 parte en peso con la cantidad indicada de disolvente, 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 rociada sobre plantas de ensayo de una altura de aproximadamente 5 a 15 cm de altura, hasta su mojadura al grado húmedo de rocío. Al cabo de tres semanas, se determina el grado de daño sufrido por las plantas y se lo clasifica con los índices 0 a 5 que tienen los siguientes significados:

15. 0 ningún efecto,  
1 manchas aisladas de leve quemadura,  
2 daños manifiestos en las hojas,  
3 hojas individuales y partes de tallo parcialmente muertas,  
20. 4 plantas parcialmente destruidas,  
5 plantas totalmente muertas.

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

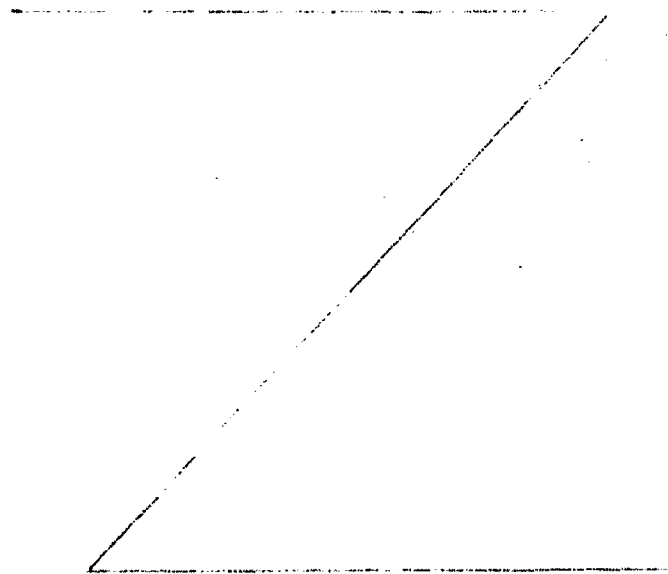




T A B L A II

Ensayo de aplicación después de la brotadura

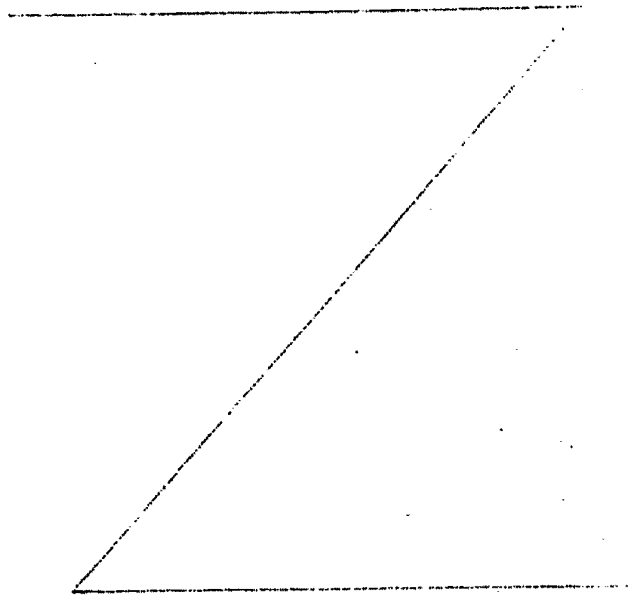
Substancia activa	cantidad de subst. act. kg/ha	Echinochloa	Chenopodium	Sinapis	Galinsoga
$\text{F}_3\text{CS}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{N}=(\text{CH}_3)_2$ (conocida)	2	5	5	5	5
	1	3-4	5	5	5
	0,5	2	5	4-5	5
$\text{CF}_3\text{O}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{N}=(\text{CH}_3)_2$	2	5	5	5	5
	1	5	5	5	5
	0,5	4-5	4-5	4-5	5



376894

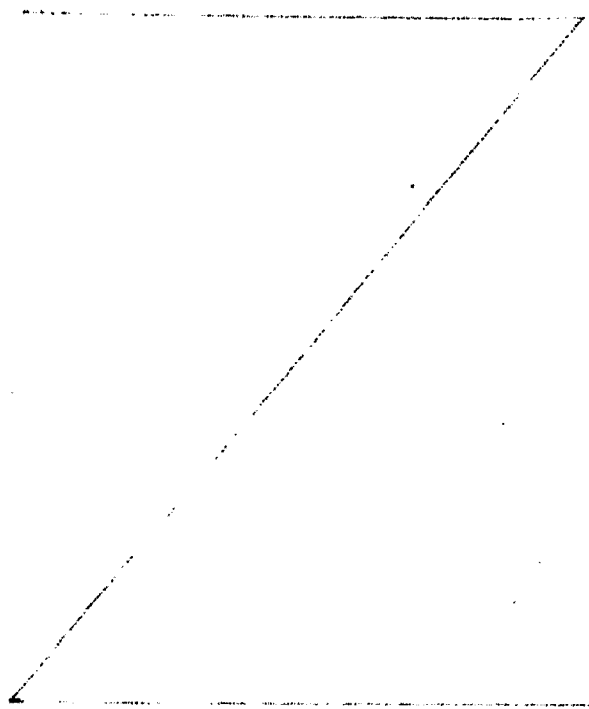


Stellia- ria	Urti- ca	Matri- caria	ave- na	algo- dón	trigo	zana- horia
5	5	5	4-5	3	0	5
5	4-5	3-4	4	2	0	4
5	3	2	2	2	0	3
5	5	5	4	3	3	3
5	5	5	3-4	1	1	1
5	5	5	2	0	0	0

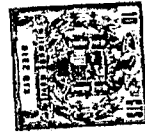




Substancia activa	cantidad de subst. act. kg/ha	Echinochloa	Chenopodium	Sinapis	Galinsoga
<chem>CCN(C)C(=O)Nc1ccc(OC(F)(F)F)cc1</chem>	2	5	5	5	5
	1	5	5	5	5
	0,5	5	4	5	5
<chem>CCN(C)C(=O)Nc1ccc(Cl)c(OC(F)(F)F)c1</chem>	2	5	5	5	5
	1	5	5	5	5
	0,5	5	5	5,5	5
<chem>CCN(C)C(=O)Nc1cc(Cl)c(OC(F)(F)F)cc1</chem>	2	5	5	5	5
	1	5	5	5	5
	0,5	5	5	5	5



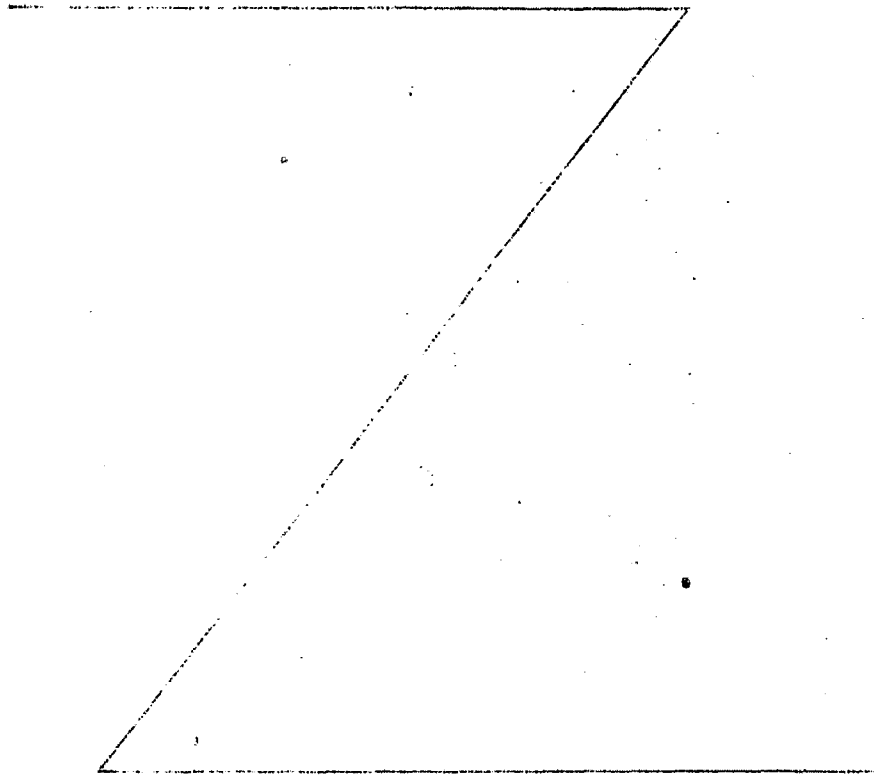
376894



Stella- ria	Urti- ca	Matri- caria	ave- na	algo- dón	trigo	zana- horia
----------------	-------------	-----------------	------------	--------------	-------	----------------

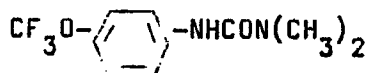
---

5	5	5	4-5	1	3	5
5	5	4	4	0	2	4-5
5	5	3	3	0	1	3
5	5	3	4-5	2	4-5	5
5	5	3	4	1	4	4
5	5	2	3	0	3	3
5	5	5	5	5	5	5
5	5	5	5	5	5	5
5	5	5	4	3	4	5





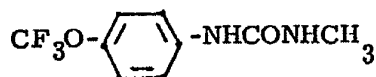
Ejemplo 1.-



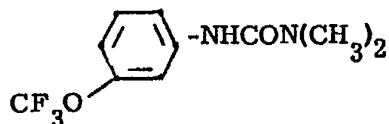
Se disuelven 10,5 g de isocianato de 4-trifluor-  
metoxifenilo en 30 ml de acetona y se introduce la solu-  
ción gota a gota a la temperatura ambiente en 8 ml de una  
solución acuosa al 40% de dimetilamina. Después de una bre-  
ve agitación, se precipita el producto de reacción con agua  
helada. Se obtienen 12 g de la úrea arriba indicada del P.  
f. = 132-134°C.

10.

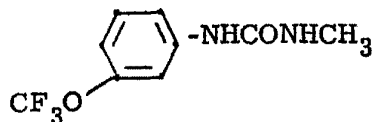
De igual manera se obtienen:



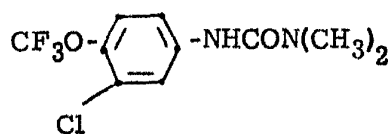
P.f. 186-188°C



P.f. 145-146°C

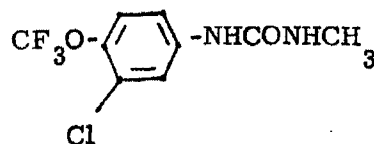


P.f. 115-118°C

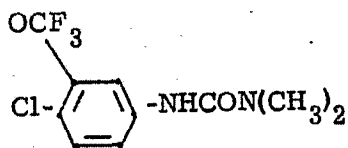


P.f. 123-124°C

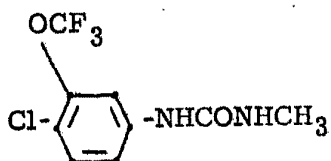
15.



P.f. 134-138°C



P.f. 140-142°C

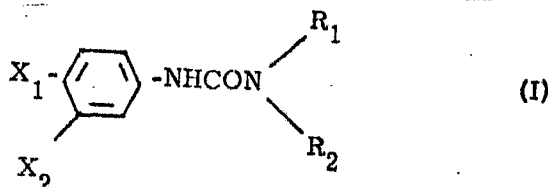


P.f. 154-155°C

N O T A

5. Descrita suficientemente la naturaleza del in  
vento, así como la manera de realizarlo en la práctica,  
debe hacerse constar que las disposiciones anteriormen-  
te indicadas son susceptibles de modificaciones de deta  
lle en cuanto no alteren su principio fundamental. Tam-  
bién se hace constar que el invento corresponde a una so  
licitud de Patente presentada en Alemania con fecha y nú  
10. mero siguientes: 26 de febrero de 1.969, n<sup>o</sup> P 19 09 521.7;  
acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los  
Convenios Internacionales en vigor. Siendo lo que constitu  
ye la esencia del referido invento y por lo que se solici-  
15. ta Patente de Invención por 20 años en España sobre: Proce  
dimiento para la obtención de N-aril úreas, caracterizándo  
se por lo siguiente:

1.- Procedimiento para la obtención de N-aril  
úreas de fórmula

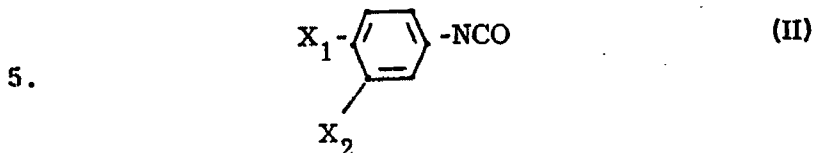


20.

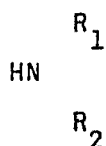
en la cual representan X<sub>1</sub> y X<sub>2</sub> trifluormetoxi, cloro e hi  
drógeno, significando X<sub>1</sub> o X<sub>2</sub> trifluormetoxi, R<sub>1</sub> hidrógeno,



alquilo con 1 a 4 átomos de carbono o alqueno con 2 a 4 átomos de carbono, y R<sub>2</sub> alquilo con 1 a 4 átomos de carbono o alqueno con 2 a 4 átomos de carbono, caracterizado porque isocianatos de fórmula



en la cual X<sub>1</sub> y X<sub>2</sub> tienen los significados arriba indicados, se hacen reaccionar con aminas de fórmula



10. en la cual R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> tienen los significados arriba indicados, en presencia de un disolvente.

2.- Procedimiento para la obtención de N-aril úreas; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

15. Esta Memoria consta de 19 hojas escritas a máquina por una sola cara.

27 Mayo 1972

Madrid,

FARBENFABRIKEN BAYER AKTIENGESELLSCHAFT

J. GOMEZ ACEBO Y MORET  
Ingenieros de la Gran Industria