

378034



378034

SECCION TECNICA	
CLASIFICACION	
CLASE	e-07 A-01
SUBCLASE	e N

# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un a

## PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: U.S. BORAX & CHEMICAL CORPORATION

RESIDENCIA: 3075 Wilshire Boulevard, LOS ANGELES,  
California, Estados Unidos.

ENUNCIADO: "UN METODO PARA LA PRODUCCION DE UN COMPUES-  
TO HERBICIDA"

Prioridad: Patente estadounidense n.º 875.507 del 10 de Noviembre  
de 1969.

FB.



# 378034

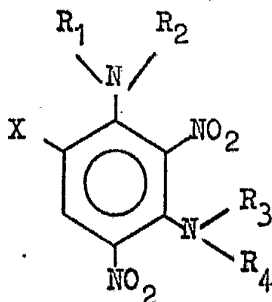
1

Este invento se refiere a compuestos de 6-halo-2,4-dinitro-1,3-fenilendiamina y a su uso como herbicidas. Mediante este invento se proporciona una clase de compuestos de 2,4-dinitro-1,3-fenilendiamina N-sustituídos que poseen un sustituyente halógeno en la posición 6 del anillo aromático y presentan una notable actividad herbicida.

5

Los herbicidas de este invento pueden ser definidos por la fórmula

10



15

donde X es halógeno, como cloro, bromo, yodo y flúor y R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> están seleccionados cada uno de ellos entre hidrógeno, alquilo, alquenoilo y alquinilo, con la condición de que por lo menos uno de dichos grupos R es un grupo hidrocarburo. Asimismo, R<sub>1</sub>-R<sub>2</sub> y/o R<sub>3</sub>-R<sub>4</sub> pueden representar una porción de un grupo cíclico tal como una cadena alquílica para formar un grupo heterocíclico que contiene átomos de carbono además del átomo de nitrógeno que es el punto de unión al anillo aromático.

20

25

Por conveniencia en la denominación de los compuestos, el nitrógeno amínico adyacente al grupo halógeno se denomina N<sup>1</sup> y el nitrógeno amínico que se encuentra entre los grupos nitro del anillo se denomina N<sup>3</sup>. Así, los sustituyentes nitro se encuentran en las posiciones 2 y 4 del anillo aromático y el grupo halógeno se encuentra en la posición 6 del anillo aromático. Se observará en la anterior

30



MAR. 1970

378034

1 definición que cualquiera de los átomos de nitrógeno amíni-  
co  $N^1$  o  $N^3$  debe contener como mínimo un sustituyente hidro-  
carburo, excluyéndose con ello los compuestos que contienen  
dos grupos amino no sustituidos ( $-NH_2$ ).

5 Como ejemplos típicos de grupos hidrocarburo repre-  
sentados por  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$  y  $R_4$  definidos anteriormente cita-  
remos los grupos alquilo inferior, alquenilo inferior y al-  
quinilo inferior conteniendo hasta unos 6 átomos de carbo-  
no, incluidos los análogos cíclicos de los mismos así como  
10 los derivados halogenados, hidroxilados y alcoxilados (al-  
coxi inferior) de los mismos. Son grupos representativos  
el metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, sec-  
butilo, n-pentilo, sec-pentilo, n-hexilo, alilo, 2-butenilo,  
2-butinilo, 3-butinilo, metalilo, 2-pentinilo, 2-hidroxieti-  
15 lo, 4-hidroxi-2-butinilo, 2-metoxietilo, 3-etoxipropilo,  
2-clorocalilo, 2-bromoalilo, 2-bromoetilo, 1-metil-2-metoxi-  
etilo, propinilo, 4-cloro-2-butenilo, 4-bromo-1-butenilo,  
3-yodo-2-pentenilo, 4-cloro-2-butinilo, ciclohexilo, ciclo-  
propilo, ciclobutilo, ciclohexenilo y similares.

20 Además,  $R_1-R_2$  y/o  $R_3-R_4$  pueden representar un frag-  
mento de un anillo del cual forma parte el nitrógeno amíni-  
co, como el ilustrado por la estructura  $-N \text{---} Z$ , donde Z es  
un grupo alquileno que contiene aproximadamente de 2 a 6  
átomos de carbono en la cadena y opcionalmente otros átomos  
25 como oxígeno y nitrógeno. Como ejemplos de uniones citare-  
mos los grupos dimetileno, trimetileno, tetrametileno, dieti-  
lenoxi, dietilenimino, y hexametileno.

30 Una clase preferida de compuestos de acuerdo con es-  
te invento son aquellos en los que X es bromo o cloro,  $R_1$   
es hidrógeno,  $R_2$  está seleccionado entre hidrógeno y alquilo





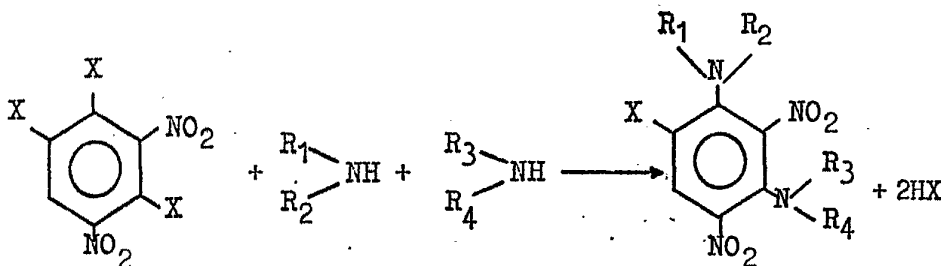
1970

# 378034

1 carbono, siendo el número total de átomos de carbono representados por R + R de 3 a 8.

Los compuestos de este invento son sólidos cristalinos o líquidos de elevado punto de ebullición. En general, solo son ligeramente solubles en agua y son moderadamente solubles en los disolventes orgánicos habituales como etanol, acetona, éter y benceno. Los compuestos se preparan fácilmente por reacción de una o dos aminas o amoníaco con un 1,2,4-trihalo-3,5-dinitrobenceno, de acuerdo con la siguiente ecuación:

10



15

donde X es halógeno y R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub> tienen el significado dado anteriormente.

20

25

30

Cuando R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> son iguales a R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub>, es decir cuando el grupo amino N<sup>1</sup>-sustituído es igual al grupo amino N<sup>3</sup>-sustituído en el producto resultante, la reacción tiene lugar en una sola etapa, utilizando como mínimo 2 moles de amina por cada mol de 1,2,4-trihalo-3,5-dinitrobenceno. El haluro de hidrógeno puede ser neutralizado mediante un exceso de amina o una amina terciaria. Cuando R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> son diferentes de R<sub>3</sub> y R<sub>4</sub>, la reacción requiere dos etapas en las que se emplea una amina diferente (o amoníaco) en cada etapa. En la primera etapa, se hacen reaccionar alrededor de 2 moles de la amina formadora del grupo N<sup>3</sup> con 1 mol aproximadamente del 1,2,4-trihalo-3,5-dinitrobenceno. El primer átomo



1970

378034

1 de halógeno reemplazado es el situado entre los grupos ni-  
tro en el anillo aromático. Esta etapa se realiza ventajosa-  
mente en un disolvente no polar, por ejemplo un hidrocar-  
buro, en el que sea insoluble el hidroháluro de amina y pue-  
5 da ser separado por filtración. En la segunda etapa, se ha-  
cen reaccionar alrededor de 2 moles de la amina formadora  
del grupo N<sup>1</sup> con el compuesto monocaminado para formar el  
compuesto de 1,3-fenilendiamina sustituido asimétricamente.  
La segunda reacción puede tener lugar en una vasija de reac-  
10 ción sellada, por ejemplo un tubo sellado o un autoclave,  
para evitar las pérdidas de amina y proporcionar un fácil  
control de la reacción, o a la presión atmosférica en pre-  
sencia de un disolvente, por ejemplo un alcohol, en el que  
la amina sea muy soluble. En el caso de las aminas de pun-  
15 to de ebullición más elevado, no es necesario utilizar una  
vasija de reacción sellada para la reacción, sino que sim-  
plemente es suficiente efectuarla en presencia de un disol-  
vente adecuado.

Se emplea preferiblemente una temperatura de reac-  
20 ción comprendida entre unos 20<sup>o</sup> y 120<sup>o</sup>C para obtener buenos  
rendimientos del producto deseado y una velocidad de reac-  
ción satisfactoria, tanto en el caso de utilizar una vasija  
de reacción sellada como cuando las sustancias reaccionantes  
se ponen en contacto a la presión atmosférica. Como subpro-  
25 ducto se forma haluro de hidrógeno y, en presencia de un  
exceso de amina, se convierte en el hidroháluro de amina  
que puede ser separado fácilmente lavando con agua o por  
filtración después de disolver el producto en un disolvente  
adecuado. Los productos deseados pueden ser purificados por  
30 procedimientos conocidos, como recristalización.



1970

378034

1 Los siguientes ejemplos describen la preparación de  
compuestos representativos de este invento, pero debe en-  
tenderse que el invento no ha de ser limitado a los ejem-  
plos específicos dados.

5 EJEMPLO 1

N-(3-pentil)-3,4-dicloro-2,6-dinitroanilina

A una solución agitada de 9,338 g (0,0344 moles) de  
1,2,4-tricloro-3,5-dinitrobenceno en 200 ml de ciclohexano,  
se añaden 6,00 g (0,0688 moles) de 3-pentilamina, a lo lar-  
10 go de un periodo de 15 minutos. Después de agitar a la tem-  
peratura ambiente durante 1 hora, la mezcla de reacción se  
calienta a la temperatura de reflujo durante 17 horas y des-  
pués se evapora a sequedad bajo presión reducida. El resi-  
duo se extrae con 250 ml de ciclohexano a ebullición, que  
15 se decanta y se destila. Este residuo se recoge después en  
cloroformo, se extrae con ácido clorhídrico 3 N y después  
con agua, se seca sobre sulfato sódico, se filtra y se sepa-  
ra el cloroformo por destilación. El aceite residual se re-  
coge en 25 ml de n-hexano, se enfría y se filtra dando  
20 0,5 g de material de partida sin reaccionar. El filtrado se  
destila dejando 9,24 g (83,3 %) de N-(3-pentil)-3,4-dicloro-  
2,6-dinitroanilina en forma de aceite, que es identificado  
por su espectro de resonancia magnética nuclear.

N<sup>3</sup>-(3-pentil)-6-cloro-2,4-dinitro-1,3-fenilendiamina

25 Una mezcla de 5,00 g (0,0155 moles) de N-(3-pentil)-  
3,4-dicloro-2,6-dinitroanilina y 6,89 g (0,0310 moles) de  
una solución al 7,66 % de amoniaco en etanol absoluto se  
sella en un tubo con unos 30 ml de etanol absoluto. Después  
de calentar durante 72 horas a 94°C, se destila la mezcla  
30 de reacción y el residuo se tritura con 500 ml de agua. Por

378034



MAR. 1970

1 filtración y cristalización del sólido en etanol se obtie-  
nen 1,89 g (40,3 %) de producto crudo, p.f. 118,5-121,5°C.  
Este se recoge en 60 ml de ciclohexano caliente, se filtra,  
se destila y el residuo se recrystaliza en etanol al 95 %  
5 dando el producto deseado en forma de rectángulos brillan-  
tes de color naranja, p.f. 119,3-120,6°C.

EJEMPLO 2

N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-dietil-6-cloro-2,4-dinitro-1,3-fenilendiamina

Este compuesto se prepara de forma similar por reac-  
ción de N,N-dietil-3,4-dicloro-2,6-dinitroanilina con amo-  
niaco. El producto cristalino funde a 110-111°C.  
10

EJEMPLO 3

N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-di-n-propil-6-bromo-2,4-dinitro-1,3-fenilendiamina

Este compuesto se prepara de forma similar por reac-  
ción de N,N-di-n-propil-3,4-dibromo-2,6-dinitroanilina con  
amoníaco. El producto cristalino funde a 119-120°C.  
15

EJEMPLO 4

N,N-di-n-propil-3-cloro-2,6-dinitro-4-fluoranilina

Se calienta a 58-72°C, durante 15,5 horas, una mez-  
cla de 8,0 g (0,0314 moles) de 2,4-dicloro-3,5-dinitro-  
fluorbenceno, 6,35 g (0,0628 moles) de di-n-propilamina y  
75 ml de ciclohexano. El hidrocioruro de di-n-propilamina  
se separa por filtración y el disolvente se evapora del  
filtrado dejando un aceite. Este aceite se recoge en penta-  
no frío, se filtra y se evapora a presión reducida dando  
25 10,03 g (96,5 %) de N,N-di-n-propil-3-cloro-2,6-dinitro-4-  
fluoranilina, identificada por su espectro de resonancia  
magnética nuclear.

N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-di-n-propil-2,4-dinitro-6-flúor-1,3-fenilendiamina

Una solución de 7,34 g (0,0224 moles) de N,N-di-n-  
30



1970

378034

1 propil-3-cloro-2,6-dinitro-4-fluoranilina, 12,87 g (0,0458  
moles) de una solución al 6,06 % de amoniaco en etanol abso-  
luto y 2,317 g (0,0229 moles) de trietilamina en unos 35 ml  
de etanol absoluto, se calienta en un tubo de Pyrex sellado  
5 durante 72 horas a 98°C. El contenido se destila hasta se-  
quedad a presión reducida y se extrae dos veces con porcio-  
nes de 100 ml de ciclohexano a ebullición. Los extractos  
ciclohexánicos filtrados combinados se evaporan a sequedad  
y el aceite residual se recoge en n-hexano caliente, se fil-  
10 tra y se evapora hasta formar un aceite. Este aceite crudo  
se cromatografía sobre 250 g de alúmina activada, utilizan-  
do como disolvente eluyente pentano, pentano-benceno 2:1  
y pentano-benceno 1:2, respectivamente. Después de recoger  
una fracción inicial de N<sup>1</sup>,N<sup>1</sup>,N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-tetra-n-propil-2,4-  
15 dinitro-6-flúor-1,3-fenilendiamina, se obtiene N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-di-n-  
propil-2,4-dinitro-6-flúor-1,3-fenilendiamina. Recristali-  
zando dos veces en etanol acuoso se obtiene el producto en  
forma de agujas de color naranja, p.f. 90,5-91,5°C.

EJEMPLO 5

20 N<sup>1</sup>,N<sup>3</sup>-dietil-6-cloro-2,4-dinitro-1,3-fenilendiamina

A una solución agitada de 20 ml de etilamina acuosa  
al 70 % en 50 ml de etanol se agrega, gota a gota y a la  
temperatura ambiente, una solución de 6,79 g (0,025 moles)  
de 1,2,4-tricloro-3,5-dinitrobenceno disuelto en 200 ml de  
25 etanol. Después se añaden a la mezcla agitada 20 ml adicio-  
nales de etilamina acuosa al 70 %. La solución resultante  
se calienta a reflujo durante 1 hora y después se agita a  
la temperatura ambiente durante la noche. La mezcla se en-  
fría en un baño de agua de hielo y después se filtra para  
30 obtener 5,70 g del producto deseado en forma de sólido na-

378034



1 ranja, p.f. 96,5-98°C. Después de recrystalizar en etanol,  
el compuesto funde a 97,5-98,5°C.

Entre los otros muchos compuestos de acuerdo con es-  
te invento que pueden ser preparados por los procedimientos  
5 antes descritos se encuentran los siguientes:

N<sup>3</sup>-sec-butil-2,4-dinitro-6-cloro-1,3-fenilendiamina; p.f.  
124,5-125,5°C.

N<sup>3</sup>-sec-butil-2,4-dinitro-6-bromo-1,3-fenilendiamina; p.f.  
140,5-141,5°C.

10 N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-dietil-2,4-dinitro-6-bromo-1,3-fenilendiamina; p.f.  
107-109°C.

N<sup>3</sup>-isopropil-2,4-dinitro-6-bromo-1,3-fenilendiamina; 148-  
150°C.

15 N<sup>3</sup>-sec-amil-2,4-dinitro-6-bromo-1,3-fenilendiamina; p.f.  
115-116,5°C.

N<sup>3</sup>-(1-metil-2-metiloxtetil)-2,4-dinitro-6-cloro-1,3-feni-  
lendiamina; p.f. 138,5-141°C.

N<sup>1</sup>,N<sup>3</sup>-bis(2-cloroalil)-2,4-dinitro-6-cloro-1,3-fenilendiami-  
na; p.f. 99,5-100,5°C.

20 N<sup>1</sup>,N<sup>3</sup>-díciclopropil-2,4-dinitro-6-cloro-1,3-fenilendiamina;  
p.f. 112-113°C.

N<sup>1</sup>,N<sup>3</sup>-dialil-2,4-dinitro-6-bromo-1,3-fenilendiamina; p.f.  
82,5-83,5°C.

25 N<sup>1</sup>,N<sup>1</sup>-dimetil-N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-dietil-2,4-dinitro-6-cloro-1,3-fenilen-  
diamina; p.f. 67-68°C.

N<sup>1</sup>-etil-N<sup>3</sup>-sec-butil-2,4-dinitro-6-cloro-1,3-fenilendiamina;  
p.f. 72,5-74°C.

N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-pentameten-2,4-dinitro-6-cloro-1,3-fenilendiamina;  
p.f. 123,5-124,5°C.

30 N<sup>1</sup>,N<sup>1</sup>,N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-tetra-n-propil-2,4-dinitro-6-flúor-1,3-fenilen-  
diamina; aceite.

378034



- 1 N<sup>1</sup>-metil-N<sup>3</sup>-sec-butil-2,4-dinitro-6-cloro-1,3-fenilendiami-  
na; p.f. 105-108°C.
- N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-di-n-propil-2,4-dinitro-6-cloro-1,3-fenilendiamina;  
p.f. 122,5-123,5°C.
- 5 N<sup>1</sup>,N<sup>1</sup>-dimetil-N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-dimetil-2,4-dinitro-6-cloro-1,3-fenilen-  
diamina; p.f. 77-78°C.
- N<sup>1</sup>,N<sup>3</sup>-dietil-2,4-dinitro-6-flúor-1,3-fenilendiamina; p.f.  
146-147,5°C.
- N<sup>1</sup>-metil-N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-di-n-propil-2,4-dinitro-6-cloro-1,3-fenilen-  
10 diamina; aceite.
- N<sup>1</sup>-metil-N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-dietil-2,4-dinitro-6-cloro-1,3-fenilendiami-  
na; p.f. 82,5-83,5°C.
- N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-dimetil-2,4-dinitro-6-bromo-1,3-fenilendiamina; p.f.  
143-143,5°C.
- 15 N<sup>1</sup>,N<sup>3</sup>-díciclohexil-2,4-dinitro-6-bromo-1,3-fenilendiamina;  
p.f. 113-114°C.

Los compuestos de este invento son excelentes herbi-  
cidas y son especialmente útiles como herbicidas selectivos  
para controlar las malas hierbas en presencia de cultivos  
deseables, especialmente las malas hierbas herbáceas como,  
20 por ejemplo, almorejo, berros, avena silvestre y digitaria.

Los compuestos pueden ser aplicados como tratamiento  
de pre-emergencia o de post-emergencia; es decir, pueden  
ser aplicados al terreno en el cual crecerán las malas hier-  
25 bas o pueden ser utilizados para destruir o suprimir el de-  
sarrollo de las malas hierbas o para suprimir o impedir la  
emergencia de plántulas de plantas indeseables. Así, los  
compuestos pueden ser utilizados para controlar el creci-  
miento de las malas hierbas mediante la aplicación de una  
30 cantidad fitotóxica de uno o más de los compuestos activos

378034

30



1 de este invento al lugar que se desea proteger, es decir,  
al terreno en el que están creciendo o crecerán las malas  
hierbas o al follaje de las plantas en desarrollo. El tér-  
mino "malas hierbas" utilizado aquí significa cualquier  
5 crecimiento vegetal que sea indeseable.

Generalmente para el control del crecimiento de las  
plantas es efectiva una proporción de aplicación comprendida  
aproximadamente entre 0,1 y 25 libras de uno o más de los  
compuestos activos por acre (0,112 y 28 kg/Ha). Preferi-  
blemente se emplea una proporción de aplicación compendi-  
10 da aproximadamente entre 0,5 y 5 libras por acre (0,56 y  
5,6 kg/Ha). A estas proporciones, son destruidas o desmedradas  
las malas hierbas indeseables, siendo escasos o nulos los  
daños causados a los cultivos deseables. Los siguientes  
ejemplos ilustran la actividad herbicida de los compuestos  
15 típicos de este invento.

#### EJEMPLO 6

Unos bancos de invernadero se plantan con soja, abu-  
tilón, avena y mijo. El mismo día de la siembra, los bancos  
20 se atomizan con una solución etanólica del compuesto a en-  
sayar, a una proporción de 5 libras por acre (5,6 kg/Ha).  
Los bancos se mantienen en el invernadero y se riegan cuan-  
do es necesario. Veintiún días después del tratamiento, se  
examinan los bancos y se clasifica la actividad herbicida  
25 en las plantas en una escala de 0 a 9 en la que 0 = efecto  
nulo; 5 = daños importantes con ligera destrucción y  
9 = destrucción completa. Se obtienen los siguientes resul-  
tados.





378034 30 MAR 1970

1 bras por acre (28 kg/Ha). Las plantas se mantienen en un  
 invernadero y se riegan cuando es necesario. Treinta días  
 después del tratamiento, se examinan las plantas y se de-  
 termina la actividad herbicida en una escala de 0 a 10, en  
 5 la que 0 = efecto nulo y 10 = destrucción completa. Se ob-  
 tienen los siguientes resultados.

Planta	Clasificación de la actividad	
	Pre	Post
Mijo	4	0
Vallico	9	3
10 Avena	7	3
Guisantes	0	0
Mostaza	9	9
Pepino	5	6
Judías saltadoras	0	3
15 Maíz	2	0

EJEMPLO 8

Los compuestos a ensayar son evaluados como herbici-  
 das de pre-emergencia sobre una amplia clase de malas hier-  
 bas y cultivos representativos. Unos bancos de invernadero  
 se atomizan con una solución etanólica del compuesto, a ra-  
 zón de 0,5 libras por acre (0,56 kg/Ha) y el producto quí-  
 mico se mezcla sobre una capa superior del terreno de una  
 pulgada de espesor (2,5 cm). Los bancos se plantan después  
 20 con almorejo, avena silvestre, mijo, berros, digitaria, ju-  
 días arbustivas, ipomea, tomates, maíz, arroz, soja, algo-  
 25 dón, cebada, lino y bleado. Los bancos se mantienen en el  
 invernadero y se riegan cuando es necesario. Veintiún días  
 después de la siembra, se evalúa la actividad herbicida en  
 30 las plantas y se clasifica en una escala de 0 a 9, en la

378034<sup>15</sup>

30



1 que 0 = efecto nulo; 5 = daños importantes con ligera destrucción y 9 = destrucción completa. Se obtienen los siguientes resultados.

5	Compuesto (DPD=2,4-dinitro-1,3-fenilendiamina)	Actividad *														
		Al	As	Mi	Be	D	Ja	I	T	M	Ar	Ag	C	L	Bl	S
	N <sup>3</sup> -sec-butil-6-cloro-DPD	2	2	7	6	8	0	2	1	0	1	1	0	0	7	1
	N <sup>3</sup> -sec-butil-6-bromo-DPD	3	5	7	8	9	0	3	2	0	1	1	0	0	6	2
10	N <sup>1</sup> metil-N <sup>3</sup> ,N <sup>3</sup> -dietil-6-cloro-DPD	5	5	2	6	8	0	2	0	0	0	0	0	0	4	0
	N <sup>1</sup> ,N <sup>1</sup> -dimetil-N <sup>3</sup> ,N <sup>3</sup> -dietil-6-cloro-DPD	2	5	2	7	9	1	3	2	0	0	0	0	0	6	0

- 15 \*
- |                        |              |
|------------------------|--------------|
| Al = almorejo          | M = maíz     |
| As = avena silvestre   | Ar = arroz   |
| Mi = mijo              | Ag = algodón |
| Be = berros            | C = cebada   |
| D = digitaria          | L = lino     |
| Ja = judías arbustivas | Bl = bleado  |
| I = ipomea             | S = soja     |
| T = tomate             |              |
- 20

25 Como sobre la superficie que ha de ser tratada se ha de distribuir uniformemente una cantidad relativamente pequeña de una o más de las halo-2,4-dinitro-1,3-fenilendiaminas activas, preferiblemente los compuestos se formulan con vehículos herbicidas convencionales, líquidos o sólidos. Así, los compuestos pueden ser impregnados sobre un vehículo sólido pulverulento o mezclados con el mismo,

30

378034

30



1 como cal, talco, arcillas, bentonita, cloruro cálcico, ver-  
miculita, carbonato cálcico y similares. Alternativamente,  
los compuestos pueden ser disueltos o suspendidos en un  
vehículo líquido como agua, queroseno, alcoholes, aceite  
5 diesel, xileno, benceno, glicoles, cetonas y similares. De  
preferencia se incluye un agente tensoactivo para favorecer  
la dispersión, la emulsificación y la cubrición. El agente  
tensoactivo puede ser iónico o no iónico y puede ser líqui-  
do o sólido. El uso del término "agente tensoactivo" inclu-  
10 ye compuestos conocidos normalmente como agentes humectan-  
tes, agentes dispersantes y agentes emulsionantes. Los agen-  
tes tensoactivos típicos son los alquilarilsulfonatos, sul-  
fatos de alcoholes grasos, sal sódica de ácido naftalensul-  
fónico, alquilaril-poliéter-alcoholes, compuestos de amonio  
15 cuaternario de cadena larga, sales sódicas de ácidos alquil-  
sulfónicos derivados del petróleo, monclaurato de polioxietil-  
ensorbitano y similares. Estos agentes dispersantes y hu-  
mectantes son vendidos bajo numerosas marcas comerciales y  
pueden ser compuestos puros, mezclas de compuestos del mis-  
20 mo grupo general o mezclas de compuestos de diferentes cla-  
ses. Los agentes tensoactivos pueden también incluirse en  
las composiciones que contienen un vehículo inerte sólido.

También se preparan composiciones concentradas que  
25 contienen el agente activo, que pueden ser diluídas poste-  
riormente, por ejemplo con agua, hasta la concentración de-  
seada para su aplicación a las plantas y al terreno. Las  
ventajas de estos concentrados son que son preparados por  
el fabricante en forma tal que el usuario solamente tiene  
30 que mezclarlos con un vehículo disponible localmente, prefe-

378034



1 rentemente agua, reduciendo así al mínimo los gastos de  
transporte al mismo tiempo que se proporciona un producto  
que puede ser utilizado con un mínimo de equipo y trabajo.  
Estos concentrados pueden contener alrededor de 5 a 99 % en  
5 peso de una o más de las 6-halo-2,4-dinitro-1,3-fenilen-  
diaminas activas con un vehículo o diluyente, que puede ser  
un líquido o un sólido. Pueden utilizarse vehículos líquidos  
que sean miscibles con el agente activo u otros líquidos  
en los cuales el compuesto pueda ser suspendido o dispersa-  
10 do. Generalmente también se incluye un agente tensoactivo  
para facilitar esta dilución o dispersión en agua. Sin em-  
bargo, el propio agente tensoactivo puede constituir el ve-  
hículo en estos concentrados.

15 Las composiciones herbicidas pueden incluir otros au-  
xiliares beneficiosos, como humectantes, aceites y agentes  
de contacto. Asimismo, pueden incluirse en la formulación  
otros herbicidas como boratos de sodio, clorato sódico, áci-  
dos clorofenoxiacéticos, uracilos y ureas sustituidos, tria-  
zinas, bencimidazoles, carbamatos, amidas y ácidos halo-  
20 alcanicos.

Los siguientes ejemplos se presentan para ilustrar  
la preparación de composiciones herbicidas adecuadas de es-  
te invento.

EJEMPLO 9

25 N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-di-n-propil-2,4-dinitro-6-cloro-1,3-feni-  
lendiamina (en polvo) 5 %  
Arcilla granulada 95 %

Puede prepararse una formulación granulada mezclando  
30 en seco los constituyentes anteriores hasta que se han mez-

378034

30



1 clado uniformemente, en un mezclador rotatorio. Se pulveri-  
 za sobre la mezcla una fina lluvia de agua, mientras se vol-  
 tea, para adherir el compuesto a la arcilla. Después el ma-  
 5 terial se seca al aire mientras se está volteando para dar  
 una formulación granulada que puede ser aplicada al terreno  
 o a la vegetación, a mano o mediante un esparcidor mecáni-  
 co.

EJEMPLO 10

N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-dietil-2,4-dinitro-6-bromo-1,3-fenilen-

10	diamina	85 %
	Arcilla bentonita	14 %
	Laurilsulfato sódico tensoactivo	1 %

15 Puede prepararse una formulación en polvo mojable  
 micronizando la 2,4-dinitro-1,3-fenilendiamina y mezclándola  
 uniformemente con arcilla bentonita en polvo y lauril-  
 sulfato sódico en polvo. El polvo mojable puede ser agrega-  
 do al agua o a un aceite hidrocarbonado y agitado mecánica-  
 mente para garantizar una dispersión uniforme que puede ser  
 20 atomizada con el equipo convencional sobre el terreno o la  
 vegetación.

EJEMPLO 11

N<sup>1</sup>-etil-N<sup>3</sup>,N<sup>3</sup>-dietil-2,4-dinitro-6-bromo-1,3-fenilen-

25	diamina	25 %
	Condensado de óxido y sulfonato aromático, tensoac- tivo	5 %
	Xileno	70 %

30 La 2,4-dinitro-1,3-fenilendiamina se disuelve en  
 xileno para formar una solución concentrada. Después se di-  
 suelve el agente emulsionante y se obtiene una formulación

378034

30



1 líquida de un concentrado emulsionable. El concentrado emul  
sionable puede ser agregado al agua para diluirlo hasta la  
concentración deseada y después atomizado con un equipo con-  
vencional sobre el terreno o la vegetación.

5 Pueden introducirse varios cambios y modificaciones  
de la invención y hasta el punto en que estas variaciones in-  
corporen el espíritu de esta invención, se pretende incluir-  
las dentro del alcance de las reivindicaciones del apéndice.

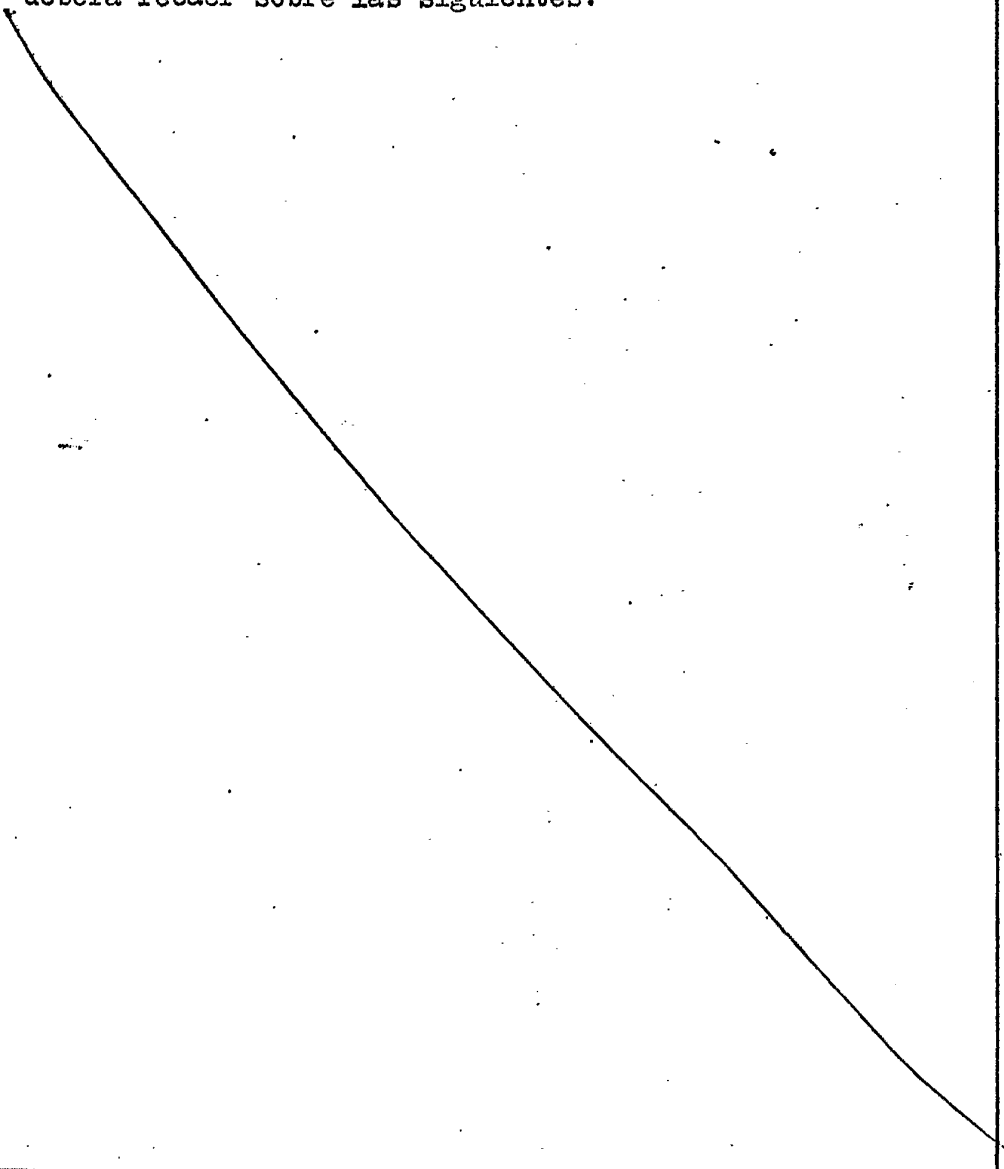
10 En resumen, la Patente de Invención que se solicita  
deberá recaer sobre las siguientes:

15

20

25

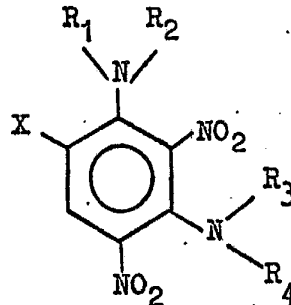
30



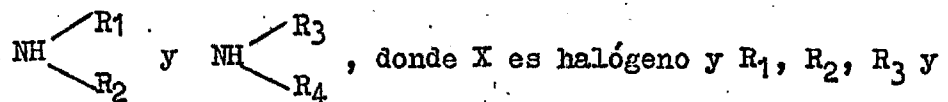


REIVINDICACIONES

1. Un método para la producción de un compuesto herbicida de fórmula

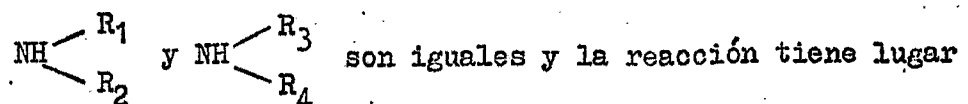


que consiste en hacer reaccionar 1,2,4-trihalo-3,5-dinitro-  
benceno con 2 moles como mínimo de amina de fórmula



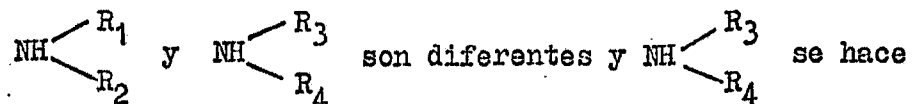
$\text{R}_4$  están seleccionados cada uno de ellos entre hidrógeno, alquilo, alqueno y alquino, siendo por lo menos uno de dichos radicales R un grupo hidrocarburo o bien  $\text{R}_1\text{-R}_2$  y/o  $\text{R}_3\text{-R}_4$  representan un grupo alqueno conteniendo de 2 a 6 átomos de carbono aproximadamente en la cadena.

2. Un método según la Reivindicación 1, en el que



en una sola etapa.

3. Un método según la Reivindicación 1, en el que



reaccionar primero con dicho 1,2,4-trihalo-3,5-dinitroben-  
ceno para producir el compuesto monoaminado que después se  
hace reaccionar con  $\text{NH} \begin{cases} \text{R}_1 \\ \text{R}_2 \end{cases}$  para producir dicho compuesto

378034

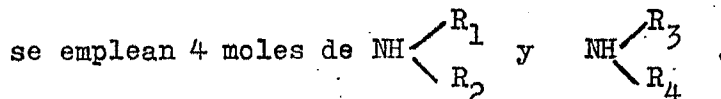


1970

1

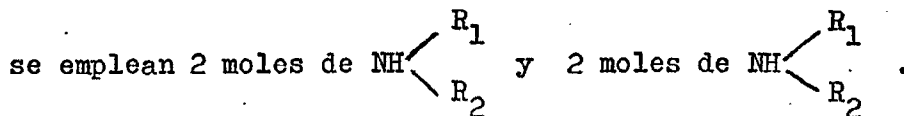
herbicida.

4. Un método según la Reivindicación 2, en el que



5

5. Un método según la Reivindicación 3, en el que



10

6. Se reivindica por último como objeto sobre el -  
que ha de recaer la patente de invención que se solicita:  
"UN METODO PARA LA PRODUCCION DE UN COMPUESTO HERBICIDA".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en  
la presente memoria descriptiva que consta de veintiuna pá-  
ginas mecanografiadas.

15

Madrid 30 de Marzo 1970  
BERNARDO UNGRIA  
P.P.

20

25

30