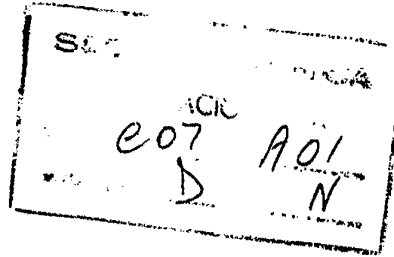


380315



P.- 44.968

PHN 4099

Spain

VD/AL

Memoria descriptiva

380315

2



para solicitar PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA por 20 años

a nombre de N. V. PHILIPS' GLOEILAMPENFABRIEKEN

entidad / ~~de nacionalidad~~ holandesa

con domicilio en Emmasingel 29, Eindhoven, Holanda.

por: "UN METODO PARA PRODUCIR UN COMPUESTO DE LA FORMULA
2-(2',6'-DICLOROFENIL)-1,3-TIAZINA-4-ONA"
(Clase Internacional: G07d)

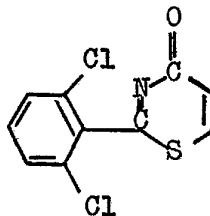
1.6.1970



2

Se ha encontrado que la 2-(2',6'-diclorofenil)-
-1,3-tiazina-4-ona, compuesto que puede representarse por
la fórmula

5



10

ejerce una gran influencia sobre el crecimiento de las
plantas. En particular, se ha encontrado que el compuesto
de acuerdo con la invención es capaz de destruir o dete-
riorar gravemente una gran diversidad de plantas y sus se-
millas.

15

La investigación de evaluación biológica en rela-
ción con la invención ha demostrado que la actividad her-
bicida del compuesto de acuerdo con la invención se carac-
teriza por un intenso efecto inicial y también por una du-
ración prolongada de su actividad.

20

En la utilización práctica del compuesto de acuer-
do con la invención, dicha característica biológica alta-
mente ventajosa y sorprendente da por resultado interesan-
tes ventajas sobre otros compuestos herbicidas, los cuales
o bien poseen una actividad inicial satisfactoria o una
actividad prolongada, puesto que debido a la intensa acti-
vidad inicial se observan pronto resultados satisfactorios,
y además, se impide cualquier nueva infección con plantas
indeseables, la cual se produciría, de lo contrario, al
cabo de algún tiempo.

25

30

Se ha encontrado, por otra parte, que también las
cualidades físicas de la sustancia de acuerdo con la inven-

1.6.1970



5 ción son altamente ventajosas para su empleo en la práctica, puesto que el compuesto de acuerdo con la invención tiene una baja velocidad de evaporación y no destila juntamente con el agua, lo cual se utiliza frecuentemente en muchas formas de aplicación de sustancias biocidas.

10 Lo anterior implica que el compuesto de acuerdo con la invención puede utilizarse en condiciones atmosféricas ampliamente diferentes y en regiones climatológicamente muy distintas, mientras que por otra parte no hay necesidad alguna de emplear dosis excesivas debido a pérdidas por evaporación.

15 Se ha encontrado ulteriormente que el compuesto de acuerdo con la invención se une de manera comparativamente fuerte al material orgánico presente en el suelo y no es arrastrado al subsuelo por el agua de lluvia y las aguas subterráneas. Así, la actividad de la sustancia de acuerdo con la invención está restringida a las plantas que están enraizadas en las capas superiores del suelo, tales como las hierbas.

20 Esto permite el uso selectivo del compuesto de acuerdo con la invención. La selectividad sobre la base de diferencias en la profundidad de las raíces permite el control de las hierbas en plantas cuyas raíces penetran más profundamente tales como, por ejemplo, las vides, árboles frutales, árboles cítricos, "strubs" decorativos
25 y otras plantas leñosas y árboles.

30 El uso en los cereales depende de la etapa de cultivo. En las plantas de cereales no demasiado jóvenes, la sustancia de acuerdo con la invención puede utilizarse sin que las plantas se deterioren apreciablemente.



La baja velocidad de evaporación antes mencionada de la sustancia de acuerdo con la invención es particularmente importante también en el uso selectivo de la sustancia en plantas cultivadas, dado que la baja
5 velocidad de evaporación impide la aparición sobre el suelo de la fase de vapor de la sustancia en una concentración lo bastante alta para dañar a las plantas cultivadas debido a la absorción del compuesto biocida por las hojas.

10 La toxicidad del compuesto de acuerdo con la invención tanto frente a las plantas monocotiledóneas como a las dicotiledóneas y a sus semillas se ha encontrado en varios experimentos en los que diversas plantas cultivadas y hierbas, con inclusión de plantas acuáticas,
15 se trataron con los compuestos de acuerdo con la invención en cantidades que variaban entre 0,5 kg y 10 kg de material activo por ha.

Los ensayos comprendieron tanto tratamientos con posterioridad al nacimiento de las plantas como tratamientos con anterioridad al mismo.
20

Los resultados demostraron que, entre otras hierbas, pueden controlarse eficazmente las siguientes a dosis muy bajas tales como 0,5 kg por hectárea: pamplina, espérgula del maíz, ortiga romana, zuzones, alopecuro de los campos, preseras, correhuela negra, orzaga,
25 hierba francesa ("frenchweed"), dulcamara o solano, mostaza blanca, poa anual, mijo, berro común de jardín, amaranto persicaria moteada y salvinia.

Las sustancias de acuerdo con la invención pueden utilizarse ventajosamente para controlar el creci-
30

1.6.1970



miento de plantas indeseables en virtud de sus actividades biológicas arriba mencionadas. Permiten en control selectivo de las hierbas en las plantas cultivadas.

5 Para este propósito, el compuesto de acuerdo con la invención se elabora convirtiéndolo en las formas herbicidas usuales tales como polvos finos, polvos humectables, aceites miscibles, emulsiones invertidas, soluciones en aceite, dispersiones en aceite, gránulos, bujías fumigantes y preparaciones de aerosol.

10 En todas estas preparaciones, la sustancia activa se mezcla, o se disuelve o dispersa, con o en un vehículo sólido o líquido, si es preciso en presencia de sustancias auxiliares, por ejemplo, sustancias tenso-activas, adhesivos, aglutinantes, lubricantes y agentes desintegrantes. Los polvos humectables y los aceites miscibles
15 son preparaciones en forma concentrada que se diluyen con agua antes del uso o durante el mismo.

Las emulsiones invertidas se utilizan principalmente en aplicaciones aéreas, tratándose grandes superficies con cantidades de preparación comparativamente
20 pequeñas. La emulsión invertida puede prepararse en el aparato de pulverización muy poco tiempo antes, o incluso durante la pulverización, sea por emulsificación de agua en una solución en aceite o en una dispersión en aceite
25 de la sustancia activa. Más adelante se describirán en esta memoria unas cuantas formas de preparaciones con mayor detalle, debiendo tenerse en cuenta que para un experto en la técnica la producción de estas preparaciones y de otras conocidas similares no presentará dificultades.

30 Las preparaciones granulares se fabrican, por



ejemplo, disolviendo la sustancia activa en un disolvente e impregnando un material granular que sirve de vehículo, tal como gránulos porosos (por ejemplo pómez o "attaclay"), gránulos minerales no porosos (arena o marga molida) y gránulos orgánicos (por ejemplo polvo de café secado y vástagos de hojas de tabaco cortados) con dicha solución, si se requiere en presencia de un aglutinante.

Una preparación granular se puede fabricar alternativamente comprimiendo la sustancia activa junto con minerales pulverizados en presencia de lubricantes y aglutinantes, y triturando y tamizando el material comprimido hasta alcanzar el tamaño de grano deseado.

Los polvos finos se pueden obtener mezclando íntimamente la sustancia activa con un material vehículo o soporte sólido inerte, por ejemplo, en una concentración comprendida entre 1% y 50% en peso. Ejemplos de materiales-vehículo sólidos adecuados son: talco, caolín, tierra de pipa, tierra de diatomeas, dolomita, yeso, creta, bentonita, attapulgita y SiO₂ coloidal o mezclas de estas sustancias y sustancias similares. Asimismo, se pueden utilizar materiales-vehículo orgánicos tales como, por ejemplo, cáscaras de nuez molidas.

Los polvos humectables se producen mezclando de 10 a 80 partes en peso del vehículo sólido inerte tal como, por ejemplo, los materiales-vehículo arriba mencionados con entre 10 y 80 partes en peso de la sustancia activa, entre 1 y 5 partes en peso del agente dispersante tal como, por ejemplo, los sulfonatos de alcoholnaftaleno conocidos para este propósito, y preferiblemente también con entre 0,5 y 5 partes en peso de un agente humectante,

1.6.1970

380315



tal como sulfatos de alcohol graso, sulfonatos de alcohol arilo o productos de condensación de ácidos grasos, por ejemplo los conocidos bajo la marca comercial Igepon.

5 Para la fabricación de aceites miscibles, la sustancia activa se disuelve, o se divide finamente, en un disolvente adecuado que preferiblemente es poco miscible con el agua, añadiéndose un emulsificante a esta solución. Disolventes adecuados son, por ejemplo, xileno, tolueno, destilados de petróleo muy aromáticos, por ejemplo nafta disolvente ("solvent naphtha"), aceite de alquitrán destilado y mezclas de estos líquidos. Emulsificadores adecuados son, por ejemplo, poli(alcoholifenoxiglicoléteres), ésteres de polioxietilensorbitán en ácidos grasos o ésteres de polioxietilensorbitol de ácidos grasos. La 10 concentración de los compuestos activos en estos aceites miscibles no está restringida dentro de límites estrechos, y puede variar entre 2% y 50% en peso. Además de un aceite miscible, puede mencionarse como una composición primaria líquida y altamente concentrada una solución de la 15 sustancia activa en un disolvente satisfactoriamente miscible en agua, por ejemplo acetona, solución a la que se añade un agente dispersante y, según cual sea el caso, un agente humectante. La dilución de este producto con agua poco antes de la pulverización, o durante la misma, da por resultado una dispersión acuosa de la sustancia activa. 20 25

Se obtiene una preparación de aerosol de acuerdo con la invención de la manera usual incorporando la sustancia activa, si es preciso en forma de solución, en un líquido volátil que puede utilizarse como propelente tal como, por ejemplo, la mezcla de derivados cloro-fluorados 30



de metano y etano comercialmente asequible bajo la marca comercial "Freon".

5 Se obtienen bujías fumigantes o polvos fumigantes, esto es preparaciones que son capaces de producir un humo pesticida cuando se queman, incorporando la sustancia activa en una mezcla combustible, la cual puede contener un azúcar o madera, preferiblemente molidos, como combustible, una sustancia para mantener la combustión tal como, por ejemplo, nitrato amónico o clorato potásico, y además una sustancia para retardar la combustión, por ejemplo, caolín, bentonita y/o ácido silícico coloidal.

10 Además de los ingredientes arriba mencionados, las preparaciones de acuerdo con la invención pueden contener otras sustancias conocidas para uso en preparaciones de este tipo.

15 Así, se puede añadir a un polvo humectable o a una mezcla a granular un lubricante tal como estearato cálcico o estearato magnésico. Adicionalmente, "adhesivos", tales como derivados de poli(alcohol vinílico)-celulosa, 20 u otros materiales coloidales, tales como caseína, pueden añadirse para mejorar la adherencia del pesticida a la superficie a proteger.

25 Las preparaciones de acuerdo con la invención pueden incluir también al menos una sustancia biológicamente activa adicional, preferiblemente un herbicida o una sustancia que influya en el crecimiento.

Esto asegura que el espectro de actividad de las preparaciones de acuerdo con la invención se expande y que se obtengan efectos sinérgicos.

30 Los siguientes compuestos biológicamente acti-



vos conocidos son adecuados para uso en las preparaciones de combinación de acuerdo con la invención.

Compuestos herbicidas que tienen efectos promotores del crecimiento, tales como:

- 5 2,4-diclorofenoxi-acético (2,4-D),
ácido 2,4,5-triclorofenoxi-acético (2,4,5-T),
ácido 2-metil-4-clorofenoxi-acético (McPA),
ácido α -(2-metil-4-clorofenoxi)-propiónico (McPP).

Herbicidas cuaternarios, tales como:

- 10 1,1'-etilen-2,2'-dipiridilio-dibromuro ("diquat"),
1,1'-dimetil-4,4'-dipiridilio-dibromuro ("paraquat"),

Triazinas, tales como:

- 2-cloro-4,6-bisetilamino-s-triazona (simazina),
2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triazona (atrazina),
15 2-cloro-4,6-bisisopropilamino-s-triazona (propazina).

Derivados de urea, tales como:

- 1-fenil-3,3-dimetilurea ("fenirón"),
1-(4'-clorofenil)-3,3-dimetilurea ("monurón"),
1-(4'-clorofenil)-3-metoxi-3-metilurea ("monolinurón"),
20 1-(4'-clorofenil)-3-[3-(butino-1)]-3-metilurea ("buturón"),
1-(4'-bromofenil)-3-metoxi-3-metilurea ("metobromurón"),
1-(3',4'-diclorofenil)-3,3-dimetilurea ("diuron"),
1-(3',4'-diclorofenil)-3-metoxi-3-metilurea ("linurón"),
1-(3'-4'-diclorofenil)-3-butil-3-metilurea ("neburón"),
25 1-(3'-cloro-4'-bromofenil)-3-metoxi-3-metilurea (C 6313),
1-(3'-trifluorometilfenil)-3,3-dimetilurea ("fluometurón").

Fenoles, tales como:

- 2,6-dicloro-4-cianofenol ("cloroxinilo"),
2,6-dibromo-4-cianofenol ("bromoxinilo"),
30 2,6-diiodo-4-cianofenol ("yoxinilo"),

4,6-dinitro-ortocresol (DNOC),
2-sec.butil-4,6-dinitrofenol ("dinoseb"),
pentaclorofenol (PCP).

Acidos grasos clorados, tales como:

- 5 ácido monocloroacético (SMCA),
ácido tricloroacético (TCA),
ácido α,α -dicloropropiónico ("dalapón"),
ácido α,α,α -tricloropropiónico (TCP).

Compuestos de tipo mixto:

- 10 3-amino-1,2,4-triazol ("amitrol"),
ácido 3,6-endoxo-hexahidroftálico ("endothal"),
hidrazida del ácido maleico (MH),
ácido 2,3,6-triclorobenzoico (TBA),
ácido 2-metoxi-3,6-diclorobenzoico ("dicamba"),
15 1-(3'-4'-diclorofenil)-3-metil-2-pirrolidona (BV 201),
1-(3'-cloro-4'-metilfenil)-3-metil-2-pirrolidinona (BV
207),
N,N-dimetil-2,2-difenilacetono ("difenamida"),
2,3,5-tricloropiridon-4 ("daxtrón"),
20 ácido 4-amino-3,5,6-tricloro- α -picolínico ("tordón"),
5-amino-4-cloro-2-fenil-3(2H)-piridazinona ("Piramín"),
3-ciclohexil-5,6-trimetilén uracilo ("lenacil"),
2,6-dinitro-N,N-dipropil-a,a,a-trifluoro-p-toluidina
("trifluralín"),
25 2,6-dinitro-4-metilsulfonil-N,N-dipropil-anilina ("Plana-
dín")
5-bromo-6-metil-3-(1-metilpropil) uracilo ("bromacil"),
ácido 3-amino-2,5-diclorobenzoico ("amibén"),
ácido 2,3,6-triclorofenilacético ("fenac"),
30 ácido 2,6-dicloro-3-metoxibenzoico ("medibén"),

1.6.1970

2



N-(3-clorofenil)-isopropilcarbamato (CIPC),
2,6-diclorobenzonitrilo ("diclobenil").

5 Debe indicarse, además, que las preparaciones de acuerdo con la invención, cuando se utilizan para el control selectivo de hierbas en plantas, pueden contener adicionalmente un fertilizante.

10 La dosificación de la preparación de acuerdo con la invención depende de diversos factores, tales como la forma de preparación elegida, el tipo de hierbas a controlar y la etapa de cultivo de las plantas cultivadas. En general, se obtendrán buenos resultados utilizando una dosis que corresponda a entre 0,5 y 10 kg de sustancia activa por hectárea.

15 El compuesto de acuerdo con la invención es una sustancia nueva y puede producirse por un método conocido para sustancias similares o por cualquier método adecuado. Así, el compuesto de acuerdo con la invención puede obtenerse haciendo reaccionar 2,6-dicloro-tiobenzamida en presencia de un disolvente con un compuesto de
20 la fórmula $HC\equiv C-COOR$, donde R es un átomo de hidrógeno o un grupo alcoholo inferior que contiene de 1 a 6 átomos de carbono.

25 Disolventes adecuados son hidrocarburos aromáticos tales como benceno y tolueno, hidrocarburos clorados tales como diclorometano, tetracloruro de carbono y tricloroetileno; éteres tales como éter dietílico; alcoholes tales como etanol y propanol; cetonas tales como acetona, y, asimismo, nitrilo acético.

30 La temperatura de reacción puede variar entre la temperatura ambiente y el punto de ebullición del



disolvente utilizado.

En una realización preferida, la reacción se lleva a cabo con ácido propargílico, utilizándose como disolvente etanol absoluto o benceno.

5 A continuación se describirá la invención más detalladamente con referencia a los siguientes ejemplos.

I. Producción de 2-(2',6'-diclorofenil)-1,3-tiazina-4-ona.

Se añaden 41,2 g de 2,6-diclorotiobenzamida y 14,0 g de ácido propargílico a 300 ml de etanol absoluto. Después de permanecer a la temperatura ambiente durante 1,5 horas, la mezcla de reacción se hierve durante 2,5 horas, después de lo cual se separa una gran parte del disolvente por destilación. Después de permanecer en reposo durante una noche, la sustancia sólida obtenida después de la adición de 150 ml de éter se decanta y se lava con éter. Rendimiento, 37 g. Punto de fusión, 175°C.

15 II. Producción de 2-(2',6'-diclorofenil)-1,3-tiazina-4-ona.

Se hierven 20,6 g de 2,6-diclorotiobenzamida y 9,0 g de ácido propargílico en 200 ml de benceno durante 1 hora, separándose el agua después de un período de tiempo comparativamente corto. El benceno se separa por destilación, después de lo cual se repite el procedimiento anterior, utilizando 250 ml de benceno. Después de la adición de éter, se decanta la sustancia sólida. El rendimiento es de 19,5 g. La cromatografía en capa fina muestra que la sustancia es prácticamente pura. Punto de fusión, 180°C.

25 Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Holanda el 4 de junio de 1969, bajo el número

30 1.6.1970

380315



6908457, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

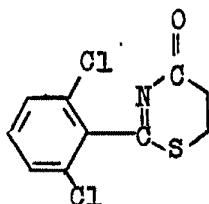
5

REIVINDICACIONES

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención, en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1. - Un método para producir un compuesto de la fórmula

15



caracterizado por el hecho de que se hace reaccionar 2,6-diclorotiobenzamida, en presencia de un disolvente, con un compuesto de la fórmula,

20



donde R es un átomo de hidrógeno o un grupo alcohilo inferior que contiene de 1 a 6 átomos de carbono.

25

2. - Un método como el reivindicado en la Reivin-

1.10.72

380315

126



dicación 1, caracterizado por el hecho de que se ha
ce reaccionar 2,6-diclorotiobenzamida con ácido pro
pargílico con el uso de etanol o benceno como disol
vente.

5

3.- Un método para producir un compuesto
de la fórmula 2-(2',6'-diclorofenil)-1,3-tiazina-
-4-ona.

10

Tal y como se ha descrito en la Memoria
que antecede y para los fines que se han especifica
do.

Esta Memoria consta de catorce hojas es-
critas a máquina por una sola cara.

Madrid,

4 DIC. 1972

P.A.

Alberto de Elizaburu
Per Forer

380315

4.10.72

JGA.