

386044

DIRECCION NACIONAL DE PATENTES
 A. O. I.
 SUBCLAS. M



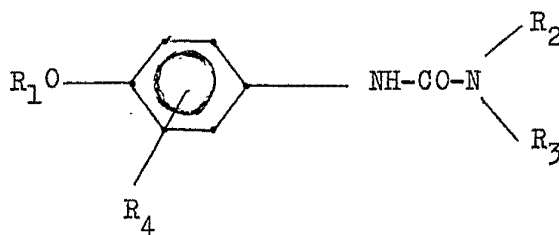
P A T E N T E D E I N V E N C I O N

a favor de

FARBWERKE HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT vormals Meister Lucius
 & Brüning, de nacionalidad alemana, residente en Frankfurt/
 Main (Republica Federal Alemana), por: "PROCEDIMIENTO DE OB-
 TENCION DE FORMULACIONES HERBICIDAS"

Memoria Descriptiva

El objeto del presente invento se refiere a la ob-
 tención de formulaciones herbicidas, caracterizado porque a
 un compuesto de la formula general



386044



donde significan:

R₁ = un resto alcohilo sustituido con 3-6 átomos de flúor y que tiene 2-3 átomos de carbono, pudiendo estar presente todavía otro halógeno;

10

R₂ = H, CH₃-, C₂H₅-;

R₃ = CH₃-, C₂H₅-, CH₃O-, C₂H₅O-; y

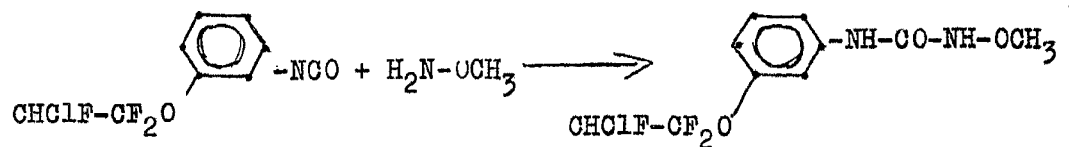
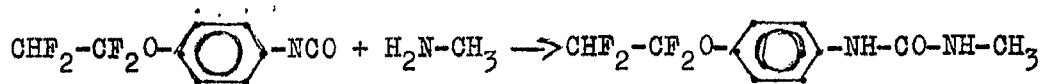
R₄ = H, CH₃-.

se incorporan un agente de humectación, de adherencia, de dispersión, un material portador líquido o sólido, agentes auxiliares de molienda, agentes de granulación u otra sustancia activa biocida o un fertilizante.

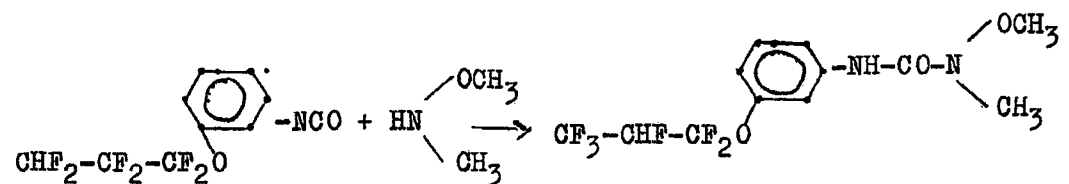
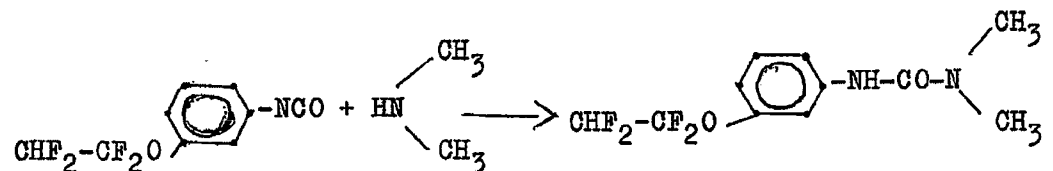
15

Por ejemplo, los compuestos siguientes que sirven de herbicidas pueden obtenerse de uno de los modos siguientes:

20

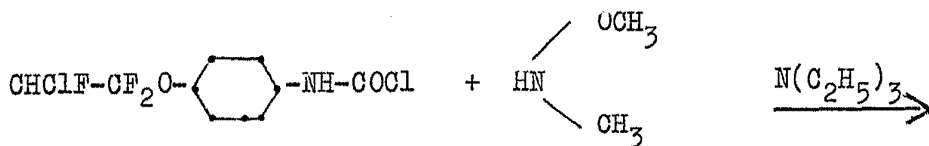


25

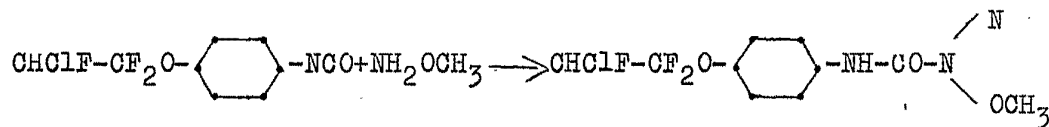
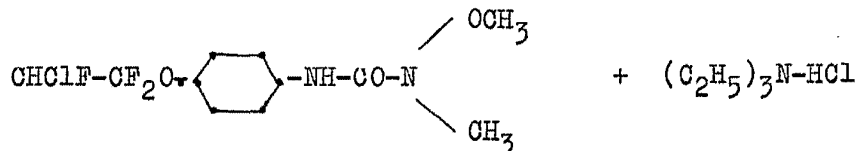




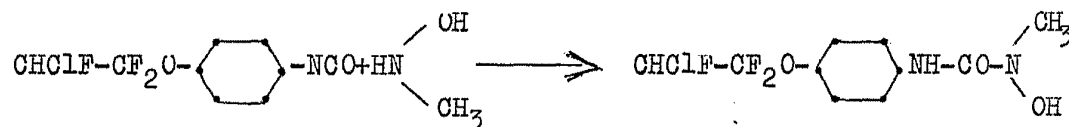
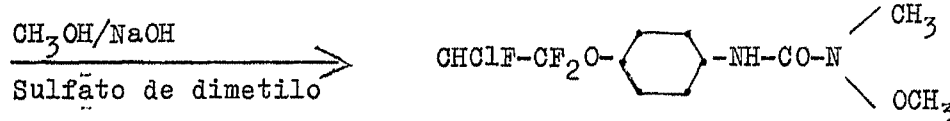
30



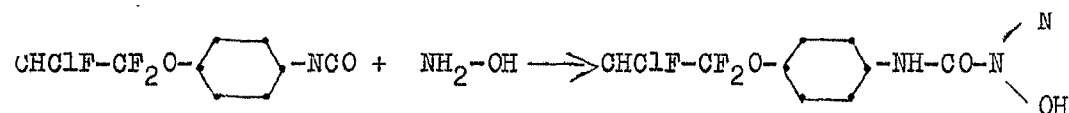
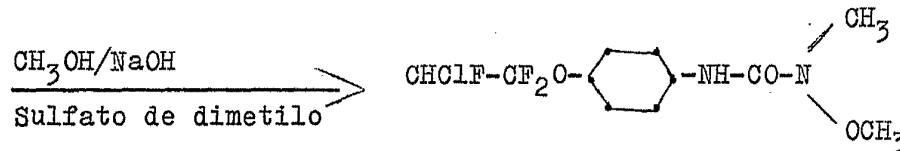
35



40

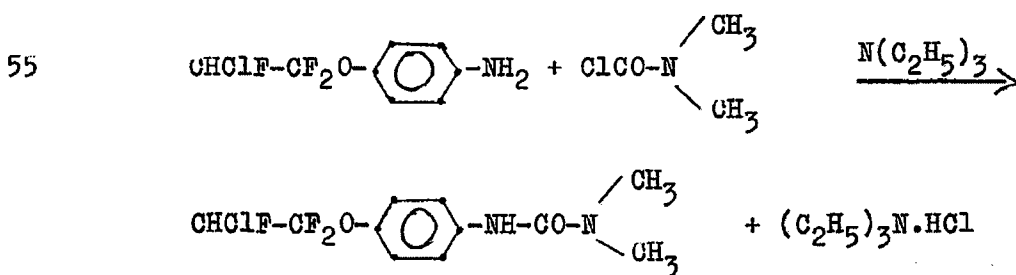
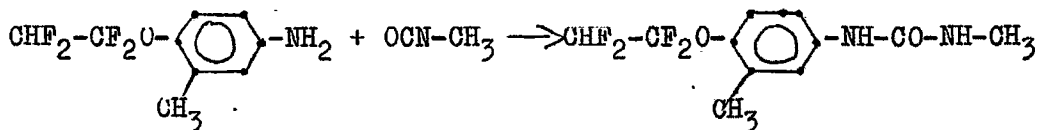


45



50





60 Las reacciones de los halógenoalcoxi-arilisocianatos o cloruros de ácido halógenoalcoxiaril-carbámico con las aminas o las hidroxilaminas alcoholadas se llevan a cabo ventajosamente a temperaturas inferiores a 80° con o sin diluyentes. Diluyentes apropiados son, por ejemplo, benceno, tolueno, dioxano o dimetilformamida.

65

Las correspondientes reacciones con hidroxilamina se realizan ventajosamente en una mezcla de dos fases de agua y un disolvente orgánico inmiscible con agua, a temperaturas inferiores a 40°.

70 Las alcoholaciones se llevan a cabo de preferencia en suspensión acuosa-alcalina o en mezclas de álcali acuoso y un disolvente orgánico, Adecuadamente, se hace la adición de la lejía alcalina y del agente de alcoholación al mismo tiempo, con control del pH; pero también puede ponerse en el

75 recipiente de reacción la urea, ya junto con el agente de



alcoholación en un disolvente orgánico y añadir a continua-
ción la lejía alcalina, o también, en el caso de compuestos
poco sensibles a los álcalis, proceder en orden inverso. La
temperatura de reacción, naturalmente, depende de la reac-
80 tividad del agente de alcoholación empleado y se halla entre
10 y 90g.

Los nuevos compuestos tienen una buena acción contra
las malas hierbas y, en su inocuidad contra toda una serie de
plantas útiles importantes, como el maíz, el algodón y las le-
85 guminosas son superiores a derivados de urea conocidos, como,
por ejemplo, la N-(3-cloro-4-metoxifenil)-N'-metil-N'-metoxiurea
químicamente afín (véase la patente americana No. 3.228.762)
y el Metobromuron.

Pueden emplearse como polvos humectables o como pol-
90 vos denominados de pulverizar, concentrados de emulsión, agen-
tes de espolvorear o granulados, sólo, o, eventualmente, en
combinación con otros herbicidas, insecticidas para el suelo
o también con fertilizantes.

Los denominados polvos de pulverización son prepa-
95 rados que pueden dispersarse en agua con uniformidad y que,
además de un material inerte, contienen humectantes, por
ejemplo, alcoholfenoles etoxilados, oleil- o estearilaminas
etoxiladas, sulfonatos de alcohol o de alcoholfenilo y dis-
persantes como, por ejemplo, lignisulfonato sódico, 2,2'-
100 dinaftilmetano-6,6'-disulfonato sódico, dibutilnaftalinsul-

386044



fonato sódico o también oleilmetiltaurato sódico.

105 Los concentrados de emulsión se obtienen por la disolución de la materia activa en un disolvente orgánico, por ejemplo butanol, ciclohexanona, dimetilformamida, xileno o también sustancias aromáticas de elevado punto de ebullición. Para conseguir buenas suspensiones o emulsiones en agua, se añaden además humectantes de la serie antes mencionada.

110 Se obtienen agentes de espolvoreo moliendo las sustancias activas con materiales sólidos finamente divididos, por ejemplo talco, arcillas naturales, pirofilita o tierra de diatomeas.

115 Pueden prepararse granulados, bien rociando la sustancia activa sobre un material inerte granulado, adsorbente, o aplicando concentrados de la sustancia activa por medio de aglutinantes, por ejemplo, alcohol polivinílico, poliacrilato sódico o también aceites minerales, sobre la superficie de material inerte granulado. También pueden prepararse materiales activos apropiados en la forma usual para la fabricación de fertilizantes granulados - en caso deseado en mezcla con fertilizantes-.

120

Como herbicidas conocidos apropiados para combinarlos con los nuevos productos de los procedimientos reivindicados, entran en consideración por ejemplo:

125 Derivados de urea (Linuron, Chloroxuron, Monolinuron, Fluormeturon, Diuron)

386044



	Derivados de triazina	(Simazin, Atrazin, Ametryne, Prometryne, Desmetryne, Methoprometryne)
	Derivados de uracilo	(Lenacil, Bromacil)
130	Derivados de pirazona	((1-fenil-4-amino-5-cloro-piridazona(6) (=PCA))
135	Preparados de sustancias que favorecen el crecimiento	ácido (2,4-dicloro-fenoxi)-acético = 2,4-D, ácido(4-cloro-2-metilfenoxi)-acético(= MCPA), ácido (2,4,5-triclorofenoxi)-ácético (=2,4,5-T), ácido (4-cloro-2-metilfenoxi)-butirico (MCPB), ácido 2,3,6-triclorobenzoico (TBA),
140	Derivados de ácido carbámico	(Barban, Phenmedipham, Triallate, Diallate, Vernolate y 2-cloroalil-N,N-dietil-ditiocarbamato (CDEC),
	Derivados de dinitrofenol	(DNOC, CNBP, Dinoseb-acetato).
	Acidos alifáticos clorados	(TCA, Dalapon),
145	Amidas	(difenamida, N,N-dialil-cloroacetamida (CDAA)),
	Compuestos de dipiridilio	(Paraquat, Diquat, Morfamquat)
	Anilidas	(N-(3,4-diclorofenil)-metacrilamida (DCMA), Propanil, Solan, Monalide)
150	Nitritos	(Diclobenil, Ioxynil)
	Otros preparados	(Flurenol).

Otra forma de empleo de las presentes sustancias activas consiste en su mezcla con fertilizantes, con lo cual se obtienen productos de acción fertilizante y, al propio tiempo, herbicida.

155



Ejemplo 1

En una prueba de invernadero se sembraron las malas hierbas

	Mostaza silvestre	Sinapis arvensis
160	Alsine	Stellaria media
	Manzanilla silvestre	Anthemis arvensis
	Hierba de granja	Echinochloa crus-galli
	Hierba de punta	Poa annua

y las plantas útiles maíz y algodón (Gossypium sp.).

165 Se rociaron sobre la superficie del suelo los siguientes preparados de acuerdo con el invento, en forma de los denominados polvos de pulverizar suspendidos en agua:

- I = N- β -(1',1',2'-trifluoro-2'-cloroetoxi)-fenil γ -N'-metilurea
- 170 II = N- β -(1',1',2'-trifluoro-2'-cloroetoxi)-fenil γ -N'-metil-N'-metoxiurea
- III = N- β -(1',1',2'-trifluoro-2'-cloroetoxi)-fenil γ -N',N'-dimetilurea

175 Como producto de comparación sirvió el herbicida N-(β -cloro-4-metoxifenil)-N'-metil-N'-metoxiurea = IV (conocido por la memoria de la patente americana número 3.228.762).

La valoración al cabo de seis semanas con dosis de 0,6 y 1,2 kg. de sustancia activa por Ha. dió los resultados siguientes:



180

Grado de lesión en %

	I		II		III		Producto de comparación IV	
	0,6	1,2	0,6	1,2	0,6	1,2	0,6	1,2
185 Malas hierbas (promedio de 5 clases)	75	90	93	99	98	100	76	86
Maiz	0	0	0	0	10	20	30	50
Algodón	0	0	0	00	0	0	60	100

190

El grado de desherbado de la sustancia I de acuerdo con el invento fue aproximadamente tan bueno como el del producto de comparación conocido; las sustancias II y III incluso sobrepasaron claramente al producto de comparación. Además, los nuevos compuestos respetaron las plantas útiles maiz y algodón, que fueron muy fuertemente dañadas por el producto de comparación, e, incluso, parcialmente destruidas.

195

Con respecto a la acción herbicida y a la inocuidad para los cultivos mencionados se comportaron

a) de modo similar a la sustancia I del ensayo precedente:

200

la N- β -metil-4-(1',1',2',2'-tetrafluoroetoxi)-fenil γ -N'-metilurea

la N- β -(1',1',2'-trifluoro-2'bromoetoxi)-fenil γ -N',N'-dimetilurea

- 10³ 386044



- la N- β -(1',1',2'-trifluoro-2'-bromoetoxi)-fenil γ -N'-metilurea
- 205 la N- β -(1',1',2'-trifluoro-2'-bromoetoxi)-fenil γ -N'-metil-N'-metoxi-urea
- la N- β -(1',1',2',2',-tetrafluoroetoxi)-fenil γ -N',N'-dimetilurea
- la N- β -(1',1',2'-trifluoroetoxi)-fenil γ -N'-metil-urea
- 210 b) de modo similar a la sustancia II del citado ensayo los preparados:
- la N- β -(1',1',2',2'-tetrafluoroetoxi)-fenil γ -N'-metil-urea
- la N- β -metil-4-(1',1',2',2'-tetrafluoroetoxi)-fenil γ -N'-metil-N'-metoxiurea
- 215 la N- β -(1',1',2',3',3',3',-hexafluoropropoxi)-fenil γ -N',N'-dimetil-urea
- la N- β -(1',1',2'-trifluoroetoxi)-fenil γ -N'etil-N'-metoxi-urea
- 220 c) de modo similar a la sustancia III del citado ensayo, los preparados:
- la N- β -(1',1',2',2'-tetrafluoroetoxi)-fenil γ -N'-metil-N'-metoxiurea
- la N- β -metil-4-(1',1',2',2'-tetrafluoroetoxi)-fenil γ -N',N'-dimetil-urea
- 225 la N- β -(1',1',2'-trifluoroetoxi)-fenil γ -N',N'-dimetil-urea.



Ejemplo 2

230 Simultáneamente con el ejemplo antes descrito, se realizó con las plantas útiles, habas, soja, (Glycine soja), judías (Phaseolus vulgaris) y maíz, así como con las malas hierbas ya mencionadas, un ensayo comparativo, en el cual, las sustancias

235 V = N-[3-(1',1',2',3',3',3'-hexafluoropropoxi)-fenil]-N'-metil-N'-metoxi-urea y

VI = N-[4-(1',1',2',3',3',3'-hexafluoropropoxi)-fenil]-N'-N'-dimetilurea

240 se compararon de nuevo con el producto de comparación N-(3-cloro-4-metoxifenil)-N'-metil-N'-metoxiurea (IV). La valoración al cabo de 6 semanas dió los resultados siguientes (dosis de 0,6 y 1,2 kg. de sustancia activa por Ha).

Grado de lesión en %

	V		VI		Producto de comparación IV	
	0,6	1,2	0,6	1,2	0,6	1,2
245						
Malas hierbas (promedio de 5 clases)	90	93	82	88	76	86
Maiz	0	0	0	0	30	50
250 Soja	0	0	0	0	40	95
Habas	0	10	0	0	30	65
Judías	0	10	0	0	20	50



255 Con una acción herbicida aproximadamente igual o algo mejor, los nuevos compuestos V y VI respetaron las citadas cuatro plantas útiles, que fueron fuertemente lesionadas por el producto de comparación IV.

Ejemplo 3

260 En otro ensayo, el compuesto VII = N-(3-(1',1',2',2'-tetrafluoroetoxi)-fenil)-N',N'-dimetilurea en suspensión acuosa fue rociado sobre la superficie del suelo después de sembrar en éste las malas hierbas, mostaza silvestre, manzanilla canina, hierba de granja, hierba de punta y chual (Amaranthus retroflexus), además de la planta útil algodón.

265 Como producto de comparación sirvió el conocido producto de urea Metobromuron = N-(4-bromofenil)-N'-metil-N'-metoxiurea (VIII).

270 El resultado resalta de la Tabla siguiente (dosis 0,3; 0,6 y 1,2 kg. de sustancia activa por Ha).

Grado de lesión en %

	VII			Producto de comparación VIII		
	0,3	0,6	1,2	0,3	0,6	1,2
275 Malas hierbas (promedio de 5 clases)	96	98	100	75	87	94
Algodón	0	0	0	35	40	75



5371

280 La sustancia VII de acuerdo con el invento tenía, frente al producto de comparación VIII, una acción herbicida notablemente mejorada y, además, dejó totalmente sin dañar el algodón. Por el contrario, el Metobromuron dañó considerablemente el algodón.

Ejemplo 4

285 Se obtiene un denominado polvo de pulverización fácilmente dispersable en agua mezclando:

80 partes en peso de N- $\sqrt{3}$ -(1',1',2',3',3',3'-hexafluoropropoxi)-fenil $\sqrt{7}$ -N',N'-dimetil-urea, en calidad de sustancia activa,

290 17 partes en peso de ácido silícico precipitado en húmedo, como material inerte, y

3 partes en peso de oleilmetiltaurato sódico, en calidad de humectantes y dispersantes, y moliendo en molino de espigas.

Ejemplo 5

295 Se obtiene un producto de espolvorear, muy apropiado para su empleo en calidad de herbicida, mezclando

20 partes en peso de N- $\sqrt{3}$ -metil-4-(1',1',2',2'-tetrafluoretoksi)-fenil $\sqrt{7}$ -N'-metil-N'-metoxi-urea, en calidad de sustancia activa, y

300 90 partes en peso de talco en calidad de material inerte, y moliendo en un molino de cruces de percusión.



Ejemplo 6

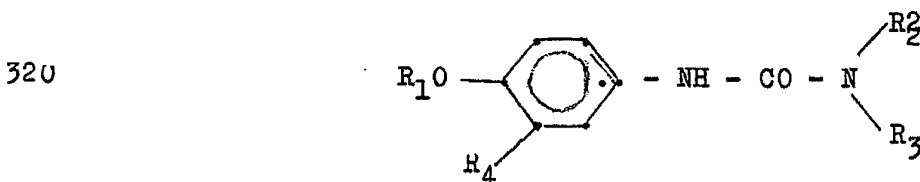
Un concentrado de emulsión consiste en
 15 partes en peso de N- β -(1',1',2'-trifluoro-2'-
 305 cloro-etoxi)-fenil- γ -N',N'-dimetil-urea,
 75 partes en peso de ciclohexanona, como disolvente
 y 10 partes en peso de nonilfenilo (10 OE) como emulgente.

Esta patente de invención se corresponde a la depo-
 sitada en Alemania (Republica Federal Alemana) con el número
 310 P 16 68 116.6 y tiene la prioridad de fecha 16 marzo 1968 por
 acogerse a los beneficios del artículo 21 del vigente Estatuto
 sobre la Propiedad Industrial y del artículo 4º del Convenio
 de la Unión de Paris. Es divisionaria de la patente de inven-
 ción núm 364.829 y le corresponden los beneficios del artículo
 315 4º letra G del citado Convenio de la Unión.

REIVINDICACIONES

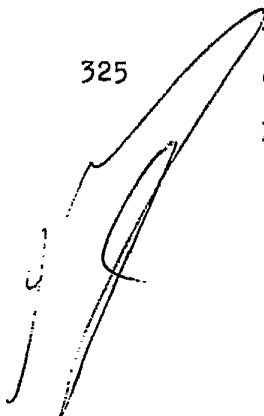
=====

1).- Procedimiento de obtención de formulaciones
 herbicidas, caracterizado porque a un compuesto de la fórmula



donde significan:

325 R₁ = un resto alcohilo con 2 - 3 átomos de carbono constituido
 con 3-6 átomos de fluor, pudiendo estar presente todavía otro
 halógeno.





$R_2 = H, CH_3-, C_2H_5-;$

$R_3 = CH_3-, C_2H_5-, CH_3O-, C_2H_5O-;$ y

$R_4 = H, CH_3-.$

330 se incorporan un agente de humectación, de adherencia, de dispersión, un material portador líquido o sólido, agentes auxiliares de molienda, agentes de granulación u otra sustancia activa biocida o un fertilizante.

2).- "PROCEDIMIENTO DE OBTENCION DE FORMULACIONES
335 HERBICIDAS"

Esta memoria consta de 15 hojas foliadas y mecanografiadas por un solo lado de sus caras.

Madrid, 30 de noviembre de 1970