

386775

17 SEP



P.-46.537

Case 4/201

Memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
SUBCLASE _____

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de C.H. BOEHRINGER SOHN

entidad / ~~denominacion~~ nacionalidad alemana

con domicilio en Ingelheim am Rhein, República Federal Ale-
mana.

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE AGENTES HERBICI-
DAS", (Clase Internacional CO7c A01n)

386775



Es sabido que la N-(3-metil-4-bromofenil)-N'-
dimetilurea se puede obtener por bromación de la N-(3-me-
tilfenil)-N'-dimetilurea (DAS 1.227.445). En este pro-
cedimiento, se somete a bromación en ácido acético gla-
5 cial. El tratamiento tiene lugar con adición de grandes
cantidades de agua. Por lo tanto se dificulta al menos
mucho la recuperación del ácido acético glacial.

La urea que sirve como material de partida se
obtiene por reacción con dimetilamina de 3-metilfeniliso-
10 cianato o de cloruro de ácido 3-metilfenil-carbámico.

Se ha encontrado ahora que se puede obtener de
modo sorprendentemente más favorable N-(3-metil-4-bromo-
fenil)-N'-dimetilurea, haciendo reaccionar cloruro de ácido
3-metilfenilcarbámico en hidrocarburos clorados con bro-
15 mo y a continuación el producto de reacción con dimetila-
mina.

Como disolventes para la bromación sirven espe-
cialmente hidrocarburos alifáticos clorados tales como
1,2-dicloroetano, 1,1,2,2-tetracloroetano y tetracloruro
20 de carbono, eventualmente con adición de hierro o cloru-
ro de hierro en calidad de catalizador. La reacción se
lleva a cabo aproximadamente a 50 hasta aproximadamente
100°C y proporciona de modo practicamente exclusivo, con
muy buen rendimiento, cloruro de ácido (3-metil-4-bromo-
25 fenil)-carbámico. Este, después de separar por destila-
ción el disolvente, sin previa purificación con dimetila-
mina, puede ser hecho reaccionar de manera de por sí con
cida para formar la N-(3-metil-4-bromofenil)-N'-dimetil-
urea. El rendimiento global asciende hasta 98%. Para
30 la purificación se puede recrystalizar la urea en etanol.

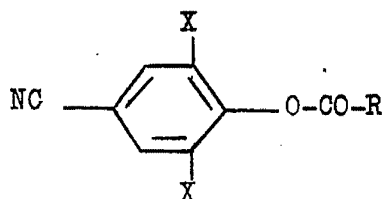
386775

23 DIC. 1970



La urea que se puede preparar de acuerdo con el invento es eficaz como herbicida y es apropiada especialmente para la combinación con otros herbicidas, sobre todo los siguientes:

- 5 a) Acidos 2,4-diclorofenoxiacéticos y sus ésteres.
b) Acidos 2-metil-4-clorofenoxiacéticos y sus ésteres.
c) Acidos 2,4-diclorofenoxipropiónicos y sus ésteres.
d) Acidos 2-metil-4-clorofenoxipropiónicos y sus ésteres.
10 e) 4-hidroxi-3,5-dibromobenzonitrilo y 4-hidroxi-3,5-diyo
dobenzonitrilo y sus derivados de la siguiente fórmula



15 en la que X significa bromo o yodo, R significa un radical alcohilo o alcoxi eventualmente sustituido o un radical alquenilo o alquenilo con al menos 3 átomos de carbono, por ejemplo el radical $-O-CH_2-CH=CH_2$.

Entre los compuestos citados en el apartado e) es apropiado como componente de la combinación especialmente el 3,5-diiodo-4-aliloxicarbonilo-benzonitrilo.

Las dos sustancias activas utilizadas en cada caso son tratadas o elaboradas en las combinaciones de acuerdo con el invento usualmente en proporciones de mezcla entre aproximadamente 1:5 y 5:1 partes en peso para dar formulaciones usuales, por ejemplo emulsiones, suspensiones, polvos para espolvorear, lápices herbicidas, etc. La aplicación tiene lugar con concentraciones de sustancia activa de aproximadamente 0,05 hasta 3% en peso. Sin embargo, la concentración de sustancia activa,

30

386775 233



según el modo de aplicación, puede ser también considerablemente más elevada, y en preparados de volumen ultrabajo (ULV) puede ascender hasta aproximadamente 80% en peso.

5

Ejemplos para la formulación:

10

1). 20 partes en peso de mezcla de sustancia activa de acuerdo con el invento son disueltas en 70 partes en peso de una mezcla líquida usual en el comercio de hidrocarburos aromáticos y se añaden 10 partes en peso de emulgentes. Para la aplicación, esta solución es emulsionada en agua y la emulsión es pulverizada. El contenido de sustancia activa de la emulsión es escogido entre 0,05 y 3%.

15

Como mezcla de sustancias activas de acuerdo con el invento sirven mezclas a base de 3,5-diyodo-4-aliloxicarboxiloxibenzonitrilo (A) y N-(3-metil-4-bromofenil)-N'-dimetilurea (B) en las proporciones:

- a) A : B de 5 : 1
- b) A : B de 1 : 1
- c) A : B de 1 : 5

20

2) 15 partes en peso de la mezcla de sustancias activas indicada en el ejemplo 1b), 25 partes en peso de caolín, 40 partes en peso de greda siliciosa, 5 partes en peso de sulfato de sodio, 10 partes en peso de estabilizador y 5 partes en peso de agente humectante son bien molidos. El polvo en suspensión obtenido es suspendido, para la aplicación en una cantidad de agua tal que el contenido de sustancia activa asciende a aproximadamente 0,05 hasta 3%, y la suspensión es pulverizada.

25

30

3). 40 partes en peso de una mezcla de sustancia activa de acuerdo con el invento, 59 partes en peso de una

386775

23 DIC



mezcla de ceras y de parafinas sólidas usuales en el comercio y una parte en peso de emulgente son fundidas conjuntamente y son llevadas a la forma de lapiz.

5 Después de enfriar a la temperatura ambiente, solidifica el lapiz. Este sirve para dar toques a malas hierbas indeseables.

El procedimiento de acuerdo con el invento para la preparación de N-(3-metil-4-bromofenil)-N'-dimetilurea está explicado con más detalle en los siguientes ejemplos.

10 Ejemplo 1. A 103,0 g (0,5 moles) de cloruro de ácido 3-metil-fenilcarbámico en 300 ml de cloruro de etileno se añaden gota a gota en el espacio de 15 minutos 80 g (1,0 moles) de bromo a 40-60°C. Después de un tiempo de reacción de 15 minutos se separa por destilación el cloruro de etileno, y se mezcla el residuo con una solución acuosa de 45,0 g de dimetilamina, eventualmente en presencia de benceno, a la temperatura ambiente.

15 La urea formada, para efectuar la alimentación de disolvente, es purificada con vapor de agua; rendimiento: 125 g (97,5% de la teoría). Después de la recristalización en etanol o en acetonitrilo, el punto de fusión es de 156-157°C.

20 Ejemplo 2. La reacción tiene lugar análogamente al Ejemplo 1, pero en calidad de disolvente para la bromación se utiliza 1,1,2,2-tetracloroetano, y se mantiene una temperatura de reacción de aproximadamente 90 hasta 100°C a lo largo de 3 horas. Rendimiento: 116 g (90,5% de la teoría), p. de f.: 156°C.

25 Ejemplo 3. La reacción tiene lugar análogamente al ejemplo 1, pero como disolvente para la bromación se utiliza tetracloruro de carbono con adición de 0,2 g de

30

386775



cloruro de hierro trivalente, y la carga es mantenida a la temperatura de ebullición durante 2 horas. Rendimiento: 105 g (82% de la teoría); p. de f. : 156°C.

5 Esta solicitud, que corresponde a la presentada en la República Federal Alemana, el 24 de Diciembre de 1969, bajo el núm. P 19 64 920.8, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

REIVINDICACIONES

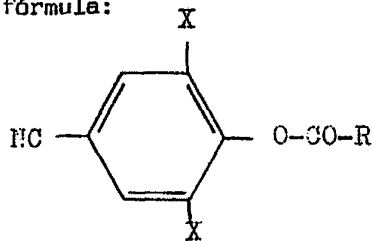
15

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:

20

1.- Procedimiento para la preparación de agentes herbicidas, caracterizado porque una combinación de sustancias activas integrada por N-(3-metil-4-bromofenil)-N'-dimetilurea y compuestos de la fórmula:

25



28.4.73

ME

386775



en la que R es alilo o tetrahidrofurfurilo y X es bromo o yodo,
es tratada, por disolución y mezcla, por molienda o por fusión
conjunta, con las sustancias auxiliares y/o de vehículo usuales
para obtener formulaciones con un contenido total de sustancia
5 activa de 0,05 a 80% en peso, manteniéndose las sustancias ac-
tivas en la proporción de 5:1 a 1:5.

2.- Procedimiento para la preparación de agen-
tes herbicidas.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que
10 antecede, y para los fines que se han especificado.

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

Madrid, 30 ABR. 1973
P.A.

Alberto de Lizasoain
Fol. 10/100

AME