



400878

PATENTE DE INVENCION

Case 130-3479.

3700/RA/HW.

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE O- \sqrt S-TRIAZINIL-6/-
2,6-DICLORO-BENZALDOXIMA.

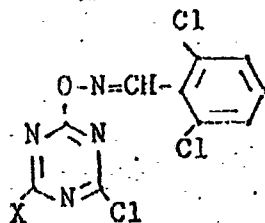
Solicitante SANDOZ, A.G., entidad suiza, residente en Basilea,
Suiza.

La presente invención se relaciona con
O- \sqrt s-triazinil-6/-2,6-dicloro-benzaldoxima.

La presente invención proporciona compues
tos de fórmula I,

400878

- 2 -



I

en la que X significa cloro, $-NR_1R_2$,

en donde R_1 y R_2 , que pueden ser iguales o diferentes, significan, cada una, hidrógeno, alquilo de 1 a 8 átomos de carbono, fenilo o fenilo sustituido por cloro, bromo, alquilo de 1 a 8 átomos de carbono, cloroalquilo de 1 a 4 átomos de carbono o bromoalquilo de 1 a 4 átomos de carbono,

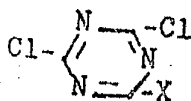
$-SR_3$,

en donde R_3 significa alquilo de 1 a 4 átomos de carbono o fenilo, u

$-OR_4$,

en donde R_4 significa alquilo de 1 a 4 átomos de carbono o fenilo.

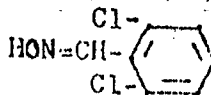
La presente invención proporciona asimismo un procedimiento para la producción de un compuesto de fórmula I que comprende el hacer reaccionar un compuesto de fórmula II,



II



en donde X es tal como definida más arriba,
con un compuesto de fórmula III



III.

El procedimiento puede llevarse a cabo, por ejemplo,
tal como sigue:

- 5 Se puede emplear un disolvente tal como acetona, acetonitrilo o dioxano y la reacción puede efectuarse en presencia de un aceptor de ácidos tal como un carbonato o bicarbonato de sodio acuoso. El valor pH de la mezcla de la reacción se ajusta, preferentemente, hasta de 6 a 7 mediante la adición de una solución acuosa al 5 % de bicarbonato de sodio o una solución cáustica de sodio al 5 % y con agitación.
- 10 La precipitación del producto puede completarse mediante la adición de agua y con subsiguiente agitación. Cuando X de fórmula II significa cloro, la reacción puede efectuarse a temperatura reducida, por ejemplo a 0° C. La elaboración puede llevarse a cabo de manera usual. Los compuestos así obtenidos son, por lo general, sustancias cristalinas que
- 15 pueden caracterizarse por el punto de fusión.

Los compuestos de las fórmulas II y III están descritos en la literatura.

- 20 Los compuestos de fórmula I tienen actividad herbicida tal como la muestran los resultados obtenidos por los ensayos que incluyen

400878

- 4 -



130-3479

el tratamiento de cultivos de algodón, maíz, fréjoles, así como las malas hierbas siguientes después de su emergencia, con los compuestos de fórmula I, por ejemplo:

- 5 *Plantago lanceolata*
 Amaranthus retroflexus
 Capsella bursa pastoris
 Chenopodium album
 Stellaria media
 Senecio vulgaris
10 *Alopecurus pratensis*
 Echinochloa crus-galli
 Avena fatua
 Agrostis alba
 Apera spica venti

15 El tratamiento consiste en aplicar un compuesto de fórmula I en una cantidad de 4 kg/hectárea. La evaluación se efectúa 28 días después del tratamiento.

20 Los compuestos de fórmula I están, por lo tanto, indicados para combatir selectivamente las malas hierbas en lugares de plantas cultivadas.

25 Para el uso arriba mencionado la cantidad que se aplique al lugar de plantas que deben tratarse, variará naturalmente dependiendo del compuesto empleado, el modo de aplicación, las condiciones de ambiente, las plantas cultivadas que han de ser tratadas y las malas hierbas que se han de combatir. Por lo general, se obtienen, sin embargo,



resultados satisfactorios cuando se aplican los compuestos en una cantidad entre 1 y 6 kg/hectárea. Los compuestos pueden aplicarse de manera usual, por ejemplo mediante pulverización, espolvoreo y esparcimiento.

5 Los compuestos pueden aplicarse en forma de una composición en mezcla con soportes y diluyentes herbicidas.

Ejemplos de soportes y diluyentes para composiciones sólidas, por ejemplo polvos para pulverización y esparcimiento, son caolín, tierra de diatomeas, talco, creta preparada, cal y polvo
10 de celulosa. Tales composiciones pueden incluir también adyuvantes tales como agentes de adhesión para mejorar las propiedades de adhesión de la composición en plantas, agentes de dispersión y humectantes.

Ejemplos de soportes y diluyentes para las formas de aplicación líquidas son agua, cetonas tal como acetona, alcoholes,
15 hidrocarburos, hidrocarburos clorados y alquil-naftalenos.

Las composiciones pueden, además, incluir los herbicidas conocidos, por ejemplo de la clase de las ureas, benzonitrilos halogenados, carbamatos y triacinas.

Las formulaciones (preparaciones concentradas) pueden
20 contener entre el 0,1 y el 90%, preferentemente entre el 2 y el 80% en peso de un compuesto de fórmula I.

Las formas de aplicación (caldos listos para empleo) pueden incluir entre el 0,01 y el 10 % en peso de un compuesto de fórmula I.

25 Ejemplo de un polvo para pulverización (listo para empleo)

400878

- 6 -



130-3479

es como sigue:

EJEMPLO DE UNA FORMA DE APLICACION:

25 partes de la substancia activa de fórmula general I,
5 partes de un producto de condensación de formaldehído y de nafta-
5 lino-sulfonato, 2 partes de benceno-sulfonato de alquilo, 5 partes de
dextrina, 1 parte de caseinato de amonio, y 62 partes de tierra de dia-
tomeas se mezclan hasta obtener una mezcla homogénea y luego se muele
la mezcla hasta que las partículas tengan un tamaño considerablemente
inferior a 45 micras.

10 La producción de los compuestos de la invención se descri-
be en los siguientes Ejemplos. Las temperaturas están indicadas en
grados centígrados.

400878

- 7 -



30-3479

EJEMPLO 1: O-[2,4-dicloro-s-triazinil-6]-2,6-dicloro-benzaldoxima

18,9 g (0,1 molécula-gramo) de 2,6-dicloro-benzaldoxima y 18,4 g (0,1 molécula-gramo) de cloruro de cianurilo se disuelven en 300 cc de acetona fría como el hielo y el valor pH de la solución se ajusta hasta 6 con una solución de bicarbonato de sodio al 5 % mientras se enfría con hielo. Los cristales precipitados se separan por succión, se lavan con acetona acuosa al 20 % y se secan sobre pentóxido de fósforo. Se obtienen cristales incoloros con un P.F. de 132-133°.

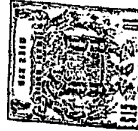
10	Análisis:	$C_{10}H_4Cl_4N_4O$		Peso molecular:	337,9
	<u>Calculado:</u>	C 35,1 %	H 1,2 %	N 16,6 %	O 4,7 %
	Hallado:	36,1 %	1,1 %	15,9 %	5,1 %

EJEMPLO 2: O-[2-cloro-4-etilamino-s-triazinil-6]-2,6-dicloro-benzaldoxima

15 19,3 g (0,1 molécula-gramo) de 2,4-dicloro-6-etilamino-s-triacina y 18,9 g (0,1 molécula-gramo) de 2,6-dicloro-benzaldoxima se disuelven en 300 cc de acetona y el valor pH de la solución se ajusta lentamente hasta 6 a 7 con una solución cáustica de sodio al 5 %. Después de una hora se añaden 200 cc de agua y la mezcla se agita durante 10 horas con lo cual solidifica el aceite precipitado. El material sólido se separa por succión, se lava con alcohol al 50 % y se seca sobre pentóxido de fósforo. Se obtienen cristales incoloros con un P.F. de 168-170°.

400878

- 8 -



130-3479

Análisis: $C_{12}H_{10}Cl_3N_5O$ Peso molecular: 346,6

Calculado: C 41,6 % H 2,9 % N 20,2 %

Hallado: 41,8 % 3,2 % 20,8 %

5 En forma análoga a la descrita en el Ejemplo 2,
se producen los siguientes compuestos de fórmula general I:

EJEMPLO 3: O-[2-cloro-4-metil-tio-s-triazinil-6]-2,6-dicloro-
benzaldoxima

Cristales amarillos con un punto de descomposición
de 131°.

10 Análisis: $C_{11}H_7Cl_3N_4OS$ Peso molecular: 349,6

Calculado: C 37,8 % H 2,0 % N 16,0 % S 9,2 %

Hallado: 38,7 % 2,1 % 16,0 % 8,5 %

EJEMPLO 4: O-[2-cloro-4-metoxi-s-triazinil-6]-2,6-dicloro-
benzaldoxima

Cristales incoloros con un P.F. de 127° - 129°.

15 Análisis: $C_{11}H_7Cl_3N_4O_2$ Peso molecular: 333,6

Calculado: C 39,6 % H 2,1 % Cl 31,9 % N 16,8 %

Hallado: 39,8 % 2,2 % 31,5 % 16,8 %

EJEMPLO 5: O-[2-cloro-4-fenoxi-s-triazinil-6]-2,6-dicloro-
benzaldoxima

20 Cristales incoloros con un P.F. de 120° - 121°.

400878



130-3479

- 9 -

Análisis: $C_{16}H_9Cl_3N_4O_2$ Peso molecular: 395,6

Calculado: C 48,6 % H 2,3 % Cl 26,9 % N 14,2 % O 8,1 %

Hallado: C 48,7 % H 2,4 % Cl 26,8 % N 14,2 % O 7,9 %

EJEMPLO 6: O-(2-cloro-4-anilino-s-triazinil-6)-2,6-dicloro-
benzaldoxima

5

Cristales incoloros con un P.F. de 153° - 156° .

Análisis: $C_{16}H_{10}Cl_3N_5O$ Peso molecular: 394,6

Calculado: C 48,7 % H 2,6 % Cl 27,0 % N 17,7 % O 4,1 %

Hallado: C 48,6 % H 2,7 % Cl 27,1 % N 17,3 % O 3,9 %

10 EJEMPLO 7: O-(2-cloro-4-amino-s-triazinil-6)-2,6-dicloro-
benzaldoxima

Cristales incoloros con un P.F. de 163° (descomp.)

Análisis: $C_{10}H_6Cl_3N_5O$ Peso molecular: 318,5

Calculado: C 37,7 % H 1,9 % Cl 33,4 % N 22,0 % O 5,0 %

15 Hallado: C 37,9 % H 2,1 % Cl 33,8 % N 22,1 % O 4,9 %

EJEMPLO 8: O-(2-cloro-4-n-octilamino-s-triazinil-6)-2,6-dicloro-
benzaldoxima

Cristales incoloros con un P.F. de 140° - 141° .

Análisis: $C_{18}H_{22}Cl_3N_5O$ Peso molecular: 430,7

20 Calculado: C 50,2 % H 5,1 % Cl 24,7 % N 16,3 % O 3,7 %

Hallado: C 50,5 % H 4,9 % Cl 24,7 % N 16,1 % O 4,1 %

400878



130-3479

- 10 -

EJEMPLO 9: O-(2-cloro-4-dietil-amino-s-triazinil-6)-2,5-dicloro-
benzaldoxima

Cristales incoloros con un p.F. de 127° - 128°.

Análisis: $C_{14}H_{14}Cl_3N_5O$

Peso molecular: 374,6

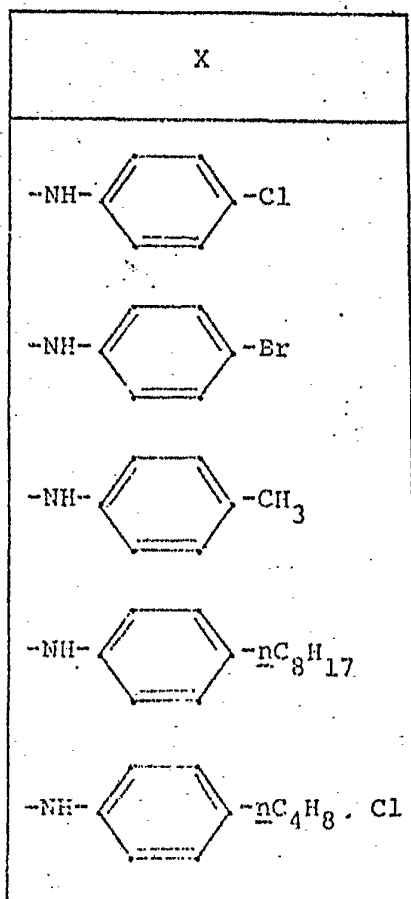
5 Calculado: C 44,9 % H 3,8 % Cl 28,4 % N 18,7 % O 4,3 %

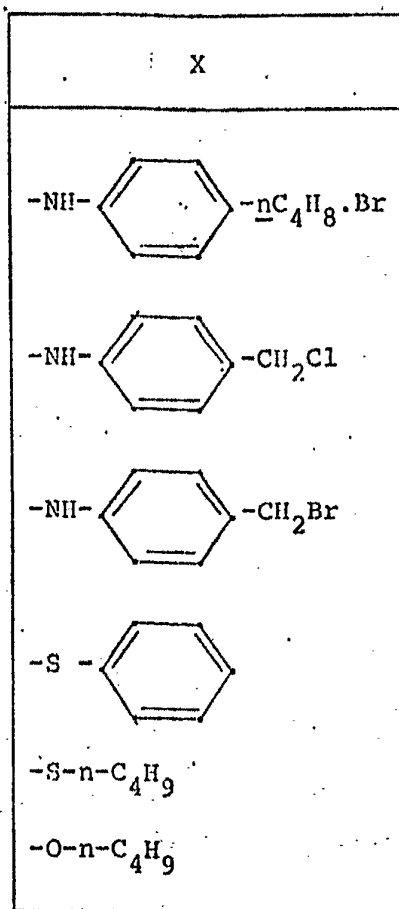
Hallado: 45,0 % 3,7 % 28,9 % 18,3 % 4,5 %

EJEMPLO 10: 2,6-dicloro-benzaldoxima-O-2-cloro-4-n-propil-
amino-s-triazinil-(6) 7-éter. P.F. 172°

Los siguientes compuestos de fórmula I pueden produ-
cirse en forma análoga a la descrita en el Ejemplo 2, en donde

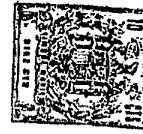
X es como sigue, p. ej.:





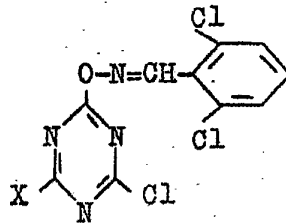
N O T A

5 Descrita suficientemente la naturaleza
 del invento, así como la manera de realizarlo en la
 práctica, debe hacerse constar que las disposiciones
 anteriormente indicadas son susceptibles de modifica-
 ciones de detalle en cuanto no alteren su principio
 fundamental. También se hace constar que el invento
 corresponde a una solicitud de Patente presentada en
 10 Suiza, No. 4122/71 de 19 de marzo de 1971, acogiendo-



se por lo tanto a los beneficios que conceden los Con
venios Internacionales en vigor, siendo lo que consti
 tuye la esencia del referido invento y por lo que se
 solicita una Patente de Invención, por 20 años en Es
 5 paña, sobre: PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE O-S
-TRIAZINIL-6/-2,6-DICLORO-BENZALDOXIMA, caracterizán
 dose por lo siguiente:

1ª.- Procedimiento para la obtención de O-s-
 triazinil-6/-2,6-dicloro-benzaloxima de fórmula I,



I

en la que X significa cloro, $-NR_1R_2$,

en donde R_1 y R_2 , que pueden ser iguales o
 diferentes, significan, cada una, hidróge
 no, alquilo de 1 a 8 átomos de carbono,
 15 fenilo o fenilo substituído por cloro, bro
 mo, alquilo de 1 a 8 átomos de carbono,
 cloroalquilo de 1 a 4 átomos de carbono o
 bromoalquilo de 1 a 4 átomos de carbono,

$-SR_3$,

en donde R_3 significa alquilo de 1 a 4 áto
 20 mos de carbono o fenilo, u

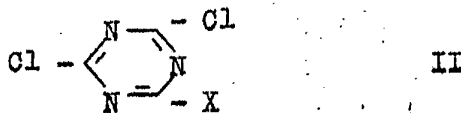
$-OR_4$,

en donde R_4 significa alquilo de 1 a 4 áto

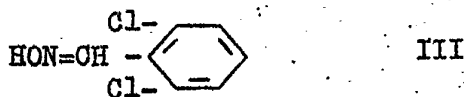
400878

- 13 -

mos de carbono o fenilo,
caracterizado porque se hace reaccionar un compuesto
de fórmula II,



5 en la que X es tal como definida más arriba, con un
compuesto de fórmula III



10 2ª.- Procedimiento para la obtención de O-(s-
triazinil-6)-2,6-dicloro-benzaldoxima, tal y como que
da sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 13 hojas escritas a
máquina por una sola cara.

Madrid,
SANDOZ, A.G.

28 JUN 1975

L. GOMEZ ACEBO Y MUDET
Firmado: L. Gasia Fernández

