

Int. Cl.<sup>2</sup>: C07C/A01N



SECCION TECNICA  
CLASIFICACION I. P. C.  
CLASE \_\_\_\_\_  
CLASE \_\_\_\_\_

401987

# MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un a

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: ELI LILLY AND COMPANY

RESIDENCIA: 307 East McCarty Street, INDIANAPOLIS,  
Indiana, Estados Unidos.

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION  
DE UN COMPUESTO DE N-ALCOXIALQUILIDEN-  
SULEONAMIDA"

Prioridad: Patente \_\_\_\_\_ n.º \_\_\_\_\_ del \_\_\_\_\_

FB.



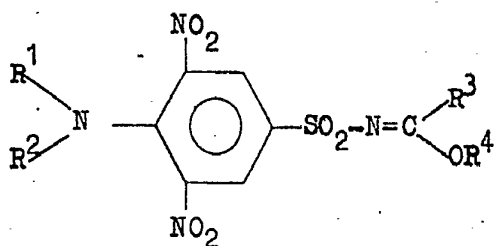
401987

1

Esta invención se refiere a compuestos de N-alco-  
xialquilidensulfonamida que son útiles como herbicidas y a  
la preparación de estos compuestos.

5

Específicamente, la invención proporciona un com-  
puesto de N-alcoxialquilidensulfonamida de fórmula:



Fórmula I

10

donde R<sup>1</sup> representa hidrógeno o R<sup>2</sup>, y cada uno de los radi-  
cales R<sup>2</sup> representan independientemente alquilo inferior  
C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, alqueno inferior C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>, alquínilo inferior C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>  
o un radical de fórmula -CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-Y donde n represen-  
ta 0 o 1, e Y representa metoxi, ciano, bromo o cloro, so-  
metido a la limitación de que los grupos representados por  
R<sup>1</sup> y R<sup>2</sup> contienen en conjunto de 2 a 8 átomos de carbono,  
ambos inclusive; R<sup>3</sup> representa hidrógeno, alquilo inferior  
C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub> o fenilo; y R<sup>4</sup> representa alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, alilo o 2-  
cloroetilo.

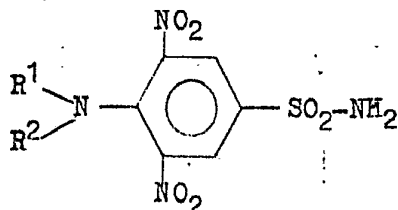
15

20

La invención proporciona además composiciones her-  
bicidas que contienen como ingrediente activo uno cualquie-  
ra o más de los compuestos de la invención.

25

La invención también proporciona un procedimiento  
para la preparación de los compuestos de N-alcoxialquiden-  
sulfonamida, por reacción de una 3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-R<sup>1</sup>,R<sup>2</sup>-  
sulfanilamida, de fórmula



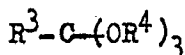
Fórmula II

30



401987

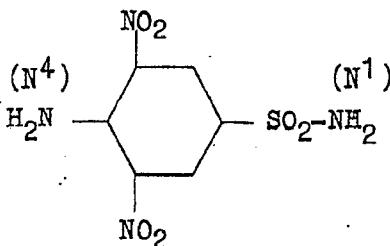
1 con un ortoéster de fórmula



Fórmula III

5 La reacción transcurre dentro de una amplia gama de temperaturas, pero para obtener buenos rendimientos debe llevarse a cabo en un intervalo de temperatura comprendido entre 100° y 200°C. La reacción consume las sustancias reaccionantes en cantidades que representan cantidades equimoleculares, pero un exceso del ortoéster sirve además como medio de reacción y garantiza mayores rendimientos; de aquí que se prefiera el uso de ortoéster en exceso. La reacción da el producto deseado de esta invención así como un subproducto de fórmula R<sup>4</sup>-OH. La separación y, si se desea, la purificación se realizan por procedimientos convencionales.

10 Los compuestos proporcionados por esta invención son nombrados aquí como sulfanilamidas sustituidas, con la estructura y la identificación de posiciones siguientes:



20 Los grupos alifáticos, salvo indicación en contrario, son de cadena lineal.

25 La síntesis de los compuestos de esta invención es ilustrada mediante los siguientes ejemplos.

EJEMPLO 1

N<sup>1</sup>-(1-etoxietiliden)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfanilamida

30 Se mezclan 35,0 g (0,1 moles) de 3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfanilamida en 75 ml de ortoacetato de trietil



401987

1 (alrededor de 0,4 moles) y la mezcla se calienta a 100°C  
y se mantiene a esta temperatura durante 2½ horas. Durante  
la última media hora se hace pasar nitrógeno por la mezcla.  
Después la mezcla de reacción se enfría a la temperatura  
5 ambiente, se añaden alrededor de 150 ml de éter y se filtra  
la mezcla. El filtrado se concentra en un baño de vapor,  
con lo que cristaliza el producto deseado N<sup>1</sup>-(1-etoxietilid  
den)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfanilamida. El producto  
así obtenido funde a 73,4°C.

10

Análisis:

Calculado : C, 46,15; H, 5,81; N, 13,46

Encontrado: C, 46,37; H, 5,75; N, 13,68.

EJEMPLOS 2-15

15

De acuerdo con las enseñanzas anteriores y con  
los procedimientos del Ejemplo 1, pero empleando otros ma-  
teriales de partida apropiados, se preparan los siguientes  
compuestos de esta invención:

N<sup>1</sup>-(1-butoxietiliden)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfanil-  
amida, p.f. 41-44°C

20

N<sup>1</sup>-isobutoximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfanilami-  
da, p.f. 85,6°C

N<sup>1</sup>-(α-etoxibenciliden)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfanil-  
amida, p.f. 106-107°C

25

N<sup>1</sup>-(1-metoxietiliden)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfanil-  
amida, p.f. 96-97°C

N<sup>1</sup>-(1-etoxipropiliden)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfanil-  
amida, p.f. 49-50°C

N<sup>1</sup>-(2-cloroetoximetilen)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfanil  
amida, p.f. 105-106°C

30

N<sup>1</sup>-butoximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfanilamida,  
p.f. 71-72°C



21 APR 1972

401987

- 1 N<sup>1</sup>-propoximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfanilamida,  
p.f. 94,5°C
- N<sup>1</sup>-(α-metoxibenciliden)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfanil-  
amida, p.f. 121-123°C
- 5 N<sup>1</sup>-(1-metoxipropiliden)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfanil-  
amida, p.f. 64,5°C
- N<sup>1</sup>-aliloximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfanilamida,  
p.f. 77-78°C
- 10 N<sup>1</sup>-(2-etilhexiloximetilen)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfa-  
nilamida, aceite
- N<sup>1</sup>-etoximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfanilamida,  
p.f. 114-115°C
- N<sup>1</sup>-metoximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropilsulfanilamida,  
p.f. 77-78°C.

EJEMPLOS 16-25

15

Todavía otros compuestos representativos que ilus-  
tran esta invención son los siguientes:

- N<sup>1</sup>-metoximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dimetilsulfanilamida
- N<sup>1</sup>-etoximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>-etil-N<sup>4</sup>-butilsulfanilamida
- 20 N<sup>1</sup>-(1-metoxipropiliden)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dialilsulfanil-  
amida
- N<sup>1</sup>-(1-etoxietiliden)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropinilsulfanil-  
amida
- 25 N<sup>1</sup>-pentiloximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-bis(2-metoxietil)sul-  
fanilamida
- 25 N<sup>1</sup>-(1-metoxipropiliden)-3,5-(dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-bis(2-bromoetil)-  
sulfanilamida
- N<sup>1</sup>-metoximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>-isopropilsulfanilamida
- 30 N<sup>1</sup>-metoximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-bis(3-metoxipropil)sulfa-  
nilamida

401987

21 ABR 1972



1 N<sup>1</sup>-metoximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-bis(3-cloropropil)sulfa-  
nilamida

N<sup>1</sup>-(1-metoxietiliden)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-bis(2-cianoetil)sul-  
fanilamida

5 Los compuestos de esta invención son adecuados pa-  
ra su empleo como herbicidas. Los compuestos pueden ser uti-  
lizados para conseguir una amplia acción herbicida; por lo  
tanto, en su sentido más extenso, esta invención implica la  
aplicación a una parte de la planta, que puede ser el tallo,  
10 las hojas, las flores, los frutos, la raíz o la semilla u  
otra unidad reproductora similar de la planta, de una canti-  
dad inhibitoria del crecimiento de uno de los compuestos de  
esta invención. Sin embargo, los compuestos también pueden  
ser utilizados para aprovechar diagramas selectivos de acti-  
15 vidad herbicida.

No es crítica la obtención de una destrucción com-  
pleta de la vegetación indeseable, siendo adecuada una sim-  
ple inhibición del crecimiento de la misma. Especialmente  
cuando se busca una acción selectiva, es adecuada una inhi-  
20 bición próxima a la muerte real, especialmente cuando se  
combina con las condiciones naturales tales como humedad li-  
mitada y similares que afectan más adversamente a la vegeta-  
ción selectivamente inhibida que a la planta cultivada.

Los compuestos proporcionados por esta invención  
25 son adecuados para una amplia variedad de aplicaciones her-  
bicidas. Así, por ejemplo, a proporciones que implican la  
acción selectiva de los compuestos, cuyas proporciones son  
definidas con más detalle más adelante, los compuestos pue-  
den ser utilizados como herbicidas selectivos en plantas  
30 cultivadas como, por ejemplo, algodón, maíz, sorgo, soja y



1 similares. En este caso, la aplicación puede ser de preemer-  
gencia tanto para los cultivos como para la maleza o, me-  
diante una técnica de aplicación por pulverización dirigi-  
da, puede ser de post-emergencia para la planta cultivada, pero de  
5 pre-emergencia y post-emergencia para las malas hierbas.  
En otra aplicación, los compuestos pueden ser utilizados pa-  
ra obtener una amplia acción herbicida sobre tierras no cul-  
tivadas, comprendidas las tiras no cultivadas intermitente-  
mente de tierras rodeadas de granjas. Para este uso sobre  
10 los llamados barbechos, la aplicación puede realizarse en  
primavera para suprimir el crecimiento vegetativo hasta el  
otoño o hasta la siembra en la primavera siguiente o en el  
otoño para suprimir el crecimiento vegetativo hasta la pri-  
mavera o hasta la siguiente plantación otoñal. Además, en  
15 otra aplicación, estos compuestos pueden ser utilizados pa-  
ra controlar las malas hierbas en las plantaciones de árbo-  
les frutales, como plantaciones de los diversos árboles cí-  
tricos. Asimismo, los compuestos pueden ser utilizados en  
los céspedes. En todas estas aplicaciones diversas y toda-  
20 vía en otras para las que son adecuados estos compuestos,  
otra ventaja es que no es necesario introducir los compues-  
tos en el terreno en tratamiento mediante labrado a disco,  
siendo adecuado si uno de los compuestos, o un preparado  
que contiene uno de los compuestos, se extiende simplemente  
25 sobre la superficie superior. Sin embargo, cuando se desea  
o cuando es conveniente, los compuestos pueden ser introdu-  
cidos a disco o mezclados de otra forma mecánicamente con  
el terreno. Además de las realizaciones terrestres citadas,  
30 estos compuestos también pueden ser utilizados como herbici-  
das acuáticos.



1  
5  
10  
15  
20  
25  
30

Aunque en algunos casos pueden aplicarse con buenos resultados los compuestos no modificados, generalmente es necesario emplear el compuesto en forma modificada, es decir, como un componente de una composición formulada para presentar los efectos inhibidores del crecimiento de las plantas. Así, por ejemplo, el agente activo puede ser mezclado con agua y otro líquido o líquidos, preferiblemente favorecido por el uso de un agente tensoactivo. El agente tensoactivo también puede ser incorporado a un sólido finamente dividido, que puede ser una sustancia tensoactiva, para dar un polvo mojable que posteriormente puede ser dispersado en agua o en otro líquido o incorporado como parte de un polvo fino que puede ser aplicado directamente. Otros métodos de preparación son conocidos en la técnica y pueden ser empleados en la puesta en práctica de esta invención.

La cantidad exacta del agente activo empleada no es crítica y variará según el tipo de efecto inhibidor del crecimiento deseado, la identidad de las plantas afectadas, el agente activo particular utilizado, las condiciones atmosféricas y similares. En general, se obtiene un amplio efecto inhibidor del crecimiento con proporciones comprendidas entre 8 y 20 libras o más de agente activo por acre (8,96 y 22,4 kg/Ha) y estas proporciones son adecuadas y eficaces para controlar el crecimiento vegetativo en los barbechos. Cuando se desea obtener un efecto selectivo inhibidor del crecimiento sobre malas hierbas en zonas que contienen plantas de cultivo, como maiz, soja y algodón, generalmente se obtienen buenos resultados con una proporción de 0,125 a 8,0 libras (0,140 a 8,96 kg/Ha). Cuando en la forma típica de operación, se emplea el agente activo co



401987

1 me composición que comprende dicho agente, la concentración  
exacta de agente activo en la composición no es crítica,  
siempre que la concentración y la cantidad total de prepa-  
5 rado empleados sean adecuados para proporcionar la canti-  
dad apropiada de agente activo, calculada por acre. En ge-  
neral, se obtienen buenos resultados cuando se emplean for-  
mulaciones que contienen el agente activo a una concentra-  
ción de 0,5 a 10 % o más, en el caso de un preparado líqui-  
do; y a una concentración de 1,0 a 5,0 % o más, en el ca-  
10 so de un polvo fine, polvo, granulado o similar. Pueden ob-  
tenerse preparados más concentrados y con frecuencia se pre-  
fieren porque pueden servir, según la aplicación particular  
considerada y la concentración particular, tanto como pre-  
parado concentrado con fines de transporte, almacenamiento  
15 y similares como como composición de tratamiento final. Así, por  
ejemplo, los preparados con frecuencia contienen preferible-  
mente un agente tensoactivo y el agente activo de esta in-  
vención, encontrándose este último en una proporción de  
0,5 a 99,5 % en peso; o bien un sólido inerte finamente divi-  
20 dido y este agente activo, encontrándose éste último a una  
concentración de 1,0 a 99,0 % en peso. Como se ha indicado, estos  
preparados pueden ser empleados directamente en ciertas apli-  
caciones pero también pueden ser diluidos y posteriormente  
empleados en otras muchas aplicaciones.

25 Las composiciones líquidas que contienen la canti-  
dad deseada de agente activo se preparan disolviendo la sus-  
tancia en un líquido, con o sin ayuda de un agente disper-  
sante tensoactivo, tal como un agente emulgente iónico o no  
iónico. Los líquidos adecuados son los aceites para pulveri-  
30 zaciones agrícolas y los destilados de petróleo como xileno,

POOR  
QUALITY

401987



1 combustible diesel, queroseno, fuel-oil, naftas y disolven  
te Stoddard. La elección del agente dispersante y emulgen-  
te y la cantidad del mismo empleada está dictada por la na-  
5 turaleza de la composición y por la capacidad del agente  
para facilitar la dispersión del agente activo en el vehí-  
culo y producir la composición deseada. Los agentes disper-  
santes y emulgentes que pueden ser empleados en las compo-  
siciones son los productos de condensación de óxidos de al-  
10 quileno con fenoles y ácidos orgánicos, alquilarilsulfona-  
tos, derivados de polioxialquileno o ésteres de sorbitano,  
éteres-alcoholes complejos y similares. Los agentes tenso-  
activos representativos que son adecuadamente empleados en  
la puesta en práctica de esta invención están identificados  
15 en las patentes estadounidenses 3.095.299, 2ª columna, lí-  
neas 25-36, 2.655.447, columna 5 y 2.412.510, columnas 4y5.

En la preparación de composiciones en polvo fino,  
el ingrediente activo se dispersa íntimamente en el seno de  
un sólido finamente dividido como arcilla, talco, carbonato  
20 cálcico, yeso, piedra caliza, vermiculita fina, perlita y  
similares. En un método para conseguir esta dispersión, el  
vehículo finamente dividido es mezclado o molido mecánica-  
mente con el agente activo.

Análogamente, pueden prepararse composiciones en  
25 polvo fino que contienen los compuestos tóxicos con varios  
de los agentes dispersantes tensoactivos sólidos como ben-  
tonita, tierra de Fuller, atapulgita y otras arcillas. Se-  
gún las proporciones de los ingredientes, estas composicio-  
nes en polvo fino pueden ser empleadas como concentrados y  
30 posteriormente diluidas con otros agentes dispersantes ten-

401987<sup>2</sup>



1 soactivos sólidos o con carbonato cálcico, talco, yeso y si-  
milares, para obtener la cantidad deseada de ingrediente  
activo en una composición adecuada para ser empleada en la  
supresión del crecimiento de las plantas. Asimismo, estas  
5 composiciones en polvo fino pueden ser dispersadas en agua,  
con o sin ayuda de un agente dispersante, para formar mez-  
clas para pulverizaciones.

Las formulaciones que contienen este agente activo  
son con frecuencia ventajosamente modificadas por incorpo-  
10 ración a las mismas de una cantidad efectiva de un agente  
tensoactivo que facilite la dispersión y la extensión del  
preparado sobre las superficies de las hojas de plantas y  
la incorporación del preparado por la planta.

De acuerdo con esta invención, el agente activo  
15 puede ser dispersado en el terreno o en otro medio de culti-  
vo en cualquier forma conveniente. Las aplicaciones pueden  
realizarse simplemente mezclando con el medio, por aplica-  
ción a la superficie del terreno y después introduciéndolo  
en el mismo hasta la profundidad deseada mediante rastrillo  
20 o disco, empleando un vehículo líquido para conseguir la pe-  
netración e impregnación. La aplicación de composiciones en  
pulverización y polvos finos a la superficie del terreno o  
a las partes de la planta o sobre las superficies de las  
plantas situadas sobre el terreno, puede realizarse por mé-  
25 todos convencionales, v.g. mediante espolvoreadores, pulve-  
rizadores mecánicos y manuales y espolvoreadores por rocia-  
da, ya sean superficiales o aéreos. Sin embargo, aunque pue-  
den utilizarse estas formas convencionales de aplicación,  
no son imprescindibles. Como ya se ha observado, una venta-  
30 ja de esta invención es que los compuestos que sirven como



21

1 agente activo son activos y eficaces como herbicidas cuando  
se colocan simplemente sobre la superficie del terreno, sin  
ninguna operación adicional para favorecer la incorporación.  
Por lo tanto, los compuestos tienen prácticamente la misma  
5 eficacia independientemente de que sean aplicados solo a  
la superficie o de que sean aplicados a la superficie y pos-  
teriormente introducidos en el terreno mediante arado a  
disco.

10 En otro método, la distribución del agente activo  
en el terreno puede realizarse introduciendo el agente en  
el agua empleada para irrigar el suelo. En estos procedi-  
mientos, la cantidad de agua varía con la porosidad y con  
la capacidad de retención de agua del terreno para obtener  
la profundidad deseada de distribución del agente.

15 Además, esta invención también comprende el empleo  
de una composición aerosol que contiene uno o más de estos  
agentes activos como compuesto activo. Esta composición se  
prepara por métodos convencionales en los que el agente se  
dispersa en un disolvente y la dispersión resultante se mez-  
20 cla con un propelente en estado líquido. Variables como el  
agente particular que ha de ser utilizado y la naturaleza  
de la vegetación que ha de ser tratada son las que determi-  
nan la conveniencia del disolvente y la concentración del  
agente en el mismo.

25 La formulación de los compuestos de esta invención  
para obtener la evaluación herbicida cuyos resultados se en-  
cuentran más adelante, fué realizada por procedimientos con-  
vencionales. El compuesto que había de ser evaluado fué sus-  
pendido inicialmente en una solución de una mezcla de agen-  
30 tes emulgentes sulfónicos no iónicos en acetona/etanol 1:1.

POOR  
QUALITY



401987

1 La suspensión fué diluída después con una solución acuosa  
de la misma mezcla de agentes para obtener la composición  
de tratamiento final; esta composición contenía 4,15 % de  
5 acetona y de etanol, 1000 ppm de la mezcla de agentes emul-  
gentes y los compuestos respectivos en cantidad suficiente  
para proporcionar las libras por acre deseadas. En el caso  
de algunas de las proporciones más bajas, la formulación  
así obtenida se diluía de nuevo con agua conteniendo 1000 ppm  
10 de la mezcla de agentes emulgentes solamente, reduciendo así  
todavía más la concentración de etanol y acetona.

EJEMPLOS 27-41

15 Se evaluaron varios de los compuestos de esta inven-  
ción en una aplicación de pre-emergencia a varias especies  
de plantas. En esta evaluación, se preparó un terreno cons-  
tituido por una parte de arena de albañilería y una parte de  
tierra superior desmenuzada, mezcladas entre sí en una mez-  
cladora de cemento. Un galón (3,78 litros) de este terreno  
fué introducido en un semillero galvanizado y aplastado con  
un cepillo de banco hasta nivelarlo. Se utilizó un marcador  
20 de tres hileras para hacer surcos de 2,5 cm de profundidad  
en 2/5 aproximadamente del semillero. En estos surcos se co-  
locaron unas semillas cultivables de 4 granos de maiz, 5 se-  
millas de algodón y 5 semillas de soja. Sobre el terreno res-  
tante se colocó después una plantilla de cuatro hileras y se  
25 sembraron los números aproximados indicados de cada una de  
las siguientes semillas, a razón de una especie en cada sec-  
ción: almorejo (mijo), 80-100 semillas; abutilón (40-50 semi-  
llas); blede áspero (150-250 semillas) y anserina grande  
30 (100-150 semillas).

POOR  
QUALITY

401987 2



1 Se añade tierra suficiente para cubrir todo el semillero. Después las semillas de malas hierbas se cubren hasta una profundidad de unos 6 mm y las semillas cultivables se cubren hasta una profundidad de unos 3 cm.

5 Para determinar el efecto de un compuesto como herbicida de pre-emergencia, un semillero preparado como en el caso anterior, el mismo día de la siembra o al siguiente día, se introduce en una cámara provista de una mesa giratoria y un respiradero de aire. Se aplica al semillero, 10 utilizando un atomizador DeVilbiss modificado, conectado a una fuente de aire, una composición herbicida que contiene el compuesto preparado en la forma descrita en el ejemplo anterior. A cada semillero se aplican 12,5 ml de la composición bajo ensayo, ya sea el mismo día de la siembra o al 15 día siguiente. La clasificación de los daños y las observaciones en cuanto al tipo de daño producido, se realizaron de 11 a 12 días después del tratamiento. La escala de clasificación de daños utilizada fué la siguiente:

- 20 0 - ningún daño
- 1 - ligero daño
- 2 - daño moderado
- 3 - daño intenso
- 4 - muerte

25 Cuando se realizó más de una determinación a una proporción dada, se calculó un valor medio para la clasificación de los daños.

30 En la siguiente tabla que indica los resultados de la evaluación, la columna 1 da el nombre de los compuestos bajo ensayo; la columna 2, la proporción en libras/acre (kg/ha) a la que es aplicado el compuesto al semillero de en

POOR QUALITY



401987

1      sayo; y las restantes columnas, los daños causados a las  
semillas de las plantas particulares o a las plántulas, me  
didos mediante la escala anterior.

5

10

15

20

25

30

401987

401987

## TABLA I

## Clasificación de daños en un tratamiento de pre-emergencia

Compuesto	Libras/acre (kg/ha)	Maíz	Algodón	Soja	Anserina	Eledo	Almonejo	Abutilón
N <sup>1</sup> -(1-butoxietiliden)-3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -di-propilsulfanilamida	8 (8,96)	2	1	1	4	-	3	-
	4 (4,48)	1	0	0	4	4	3	-
	2 (2,24)	1	0	0	4	2,5	3	-
	1 (1,12)	0,5	0	0	3,5	2	2	-
N <sup>1</sup> -isobutoximetiliden-3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropil-sulfanilamida	8 (8,96)	2	2	2	4	4	3	-
	4 (4,48)	1	0	1	4	3	3	-
N <sup>1</sup> -(α-etoxibenciliden)-3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipro-pilsulfanilamida	8 (8,96)	1	1	1	3	4	2	-
	4 (4,48)	1	0	0	4	-	3	-
2 (2,24)	2 (2,24)	0,5	0	0	4	3	3	-
	8 (8,96)	1	1	1	4	4	3	2
N <sup>1</sup> -(1-metoxietiliden)-3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropil-sulfanilamida	4 (4,48)	0	2	1	4	4	3	3
	2 (2,24)	0	0,5	1	3,5	4	2,5	2
N <sup>1</sup> -(1-etoxipropiliden)-3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropil-sulfanilamida	8 (8,96)	2	2	2	4	4	3	3
	4 (4,48)	0	0	0	3	4	3	2
2 (2,24)	2 (2,24)	0	0,5	1	3,5	4	3	2
	1 (1,12)	0	0,5	0,5	3,5	3	3	1
N <sup>1</sup> -(2-clorotoximetiliden)-3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipro-pilsulfanilamida	8 (8,96)	0	1	1	4	4	3	2
	4 (4,48)	0	0	1	4	4	3	-
2 (2,24)	2 (2,24)	1,5	0	1,5	4	4	3	2
	1 (1,12)	0,5	0	0,5	3	4	3	2
N <sup>1</sup> -butoximetiliden-3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropil-sulfanilamida	8 (8,96)	1	2	2	4	4	4	3
	4 (4,48)	0	0	1	4	4	3	2
2 (2,24)	2 (2,24)	0,5	3	1	4	4	3	2
	1 (1,12)	0,5	3	1	4	4	2,5	0

1

5

10

15

20

25

30

401987

TABLA I

Clasificación de daños en un tratamiento d

	Compuesto	Libras/acre (kg/Ha)	Maiz	Algodón	Soja	
5	N <sup>1</sup> -(1-butoxi-etiliden)- 3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -di- propilsulfanilamida	8 (8,96)	2	1	1	
		4 (4,48)	1	0	0	
		2 (2,24)	1	0	0	
		1 (1,12)	0,5	0	0	
10	N <sup>1</sup> -isobutoximetilen-3,5- dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropil sulfanilamida	8 (8,96)	2	2	2	
		4 (4,48)	1	0	1	
		N <sup>1</sup> -(α-etoxibenciliden)- 3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipro pilsulfanilamida	8 (8,96)	1	1	1
			4 (4,48)	1	0	0
15	N <sup>1</sup> -(1-metoxietiliden)-3,5- dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropil- sulfanilamida	2 (2,24)	0,5	0	0	
		8 (8,96)	1	1	1	
		4 (4,48)	0	2	1	
20	N <sup>1</sup> -(1-etoxipropiliden)-3,5- dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropil- sulfanilamida	2 (2,24)	0	0,5	1	
		8 (8,96)	2	2	2	
		4 (4,48)	0	0	0	
		1 (1,12)	0	0,5	0,5	
25	N <sup>1</sup> -(2-cloroetoximetilen)- 3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipro pilsulfanilamida	2 (2,24)	1,5	0	1,5	
		8 (8,96)	0	1	1	
		4 (4,48)	0	0	1	
		1 (1,12)	0,5	0	0,5	
30	N <sup>1</sup> -butoximetilen-3,5-di- nitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropil- sulfanilamida	8 (8,96)	1	2	2	
		4 (4,48)	0	0	1	
		2 (2,24)	0,5	3	1	

1987

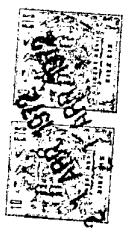
401987



TABLA I

ación de daños en un tratamiento de pre-emergencia

Maiz	Algodón	Soja	Anserina	Bledo	Almorejo	Abutilón
2	1	1	4	-	3	-
1	0	0	4	4	3	-
1	0	0	4	2,5	3	-
0,5	0	0	3,5	2	2	-
2	2	2	4	4	3	-
1	0	1	4	3	3	-
1	1	1	3	4	2	-
1	0	0	4	-	3	-
0,5	0	0	4	3	3	-
1	1	1	4	4	3	2
0	2	1	4	4	3	3
0	0,5	1	3,5	4	2,5	2
2	2	2	4	4	3	3
0	0	0	3	4	3	2
0	0,5	1	3,5	4	3	2
0	0,5	0,5	3,5	3	3	1
0	1	1	4	4	3	2
0	0	1	4	4	3	-
1,5	0	1,5	4	4	3	2
0,5	0	0,5	3	4	3	2
1	2	2	4	4	4	3
0	0	1	4	4	3	2
0,5	3	1	4	4	2,5	0



401987

401987

Tabla I (continuación)

Compuesto	Hbras/año (kg/Ha)	Maíz	Algodón	Soja	Anserina	Pleco	Alacreo	Abutilón
N <sup>1</sup> -propiometilen-3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropilsulfanilamida	8(8,96) 4(4,48) 2(2,24)	2 1 0	0 0 0	2 1 0,5	4 4 3,5	4 4 3,5	3 3 2,5	2 - -
N <sup>1</sup> -(α-metoxibenciliden)-3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropilsulfanilamida	8(8,96) 4(4,48) 2(2,24)	1 0 0	0 0 0	1 0 0	4 3 3,5	4 3 2,5	3 3 1,5	2 - -
N <sup>1</sup> -(1-metoxipropiliden)-3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropilsulfanilamida	8(8,96) 4(4,48) 2(2,24)	1 1 0	1 0 0	1 0 0,5	4 3 3,5	4 4 3	3 2 3	2 - -
N <sup>1</sup> -aliloximetilen-3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropilsulfanilamida	8(8,96) 4(4,48) 2(2,24)	2 1 0	1 0 0	2 1 0	4 4 4	4 4 4	3 3 3	2 - -
N <sup>1</sup> -(2-etilhexiloximetilen)-3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropilsulfanilamida	8(8,96) 4(4,48) 2(2,24) 1(1,12)	1 1 1 0	1 0 0 1	0 1 0,5 0,5	4 4 3,5 3,5	4 4 4 2	3 3 3 3	- - - -
N <sup>1</sup> -etoximetilen-3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropilsulfanilamida	8(8,96) 4(4,48) 2(2,24) 1(1,12)	2 1 0,5 0,3	1 1 0,5 0	2 2 2 0,6	4 4 3,5 4	4 4 4 4	4 3 3 3	3 3 2 2
N <sup>1</sup> -(1-cetoxibenciliden)-3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropilsulfanilamida	8(8,96) 4(4,48) 2(2,24)	1 2 0,5	1 2 0	1 2 0,5	3 3 3	4 4 3,5	3 3 3	3 2 2,5
N <sup>1</sup> -metoxibenciliden-3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropilsulfanilamida	8(8,96) 4(4,48) 2(2,24)	2 0 0	3 0 0	2 0 1	4 4 3,5	3 4 4	4 3 3	3 2 2

1

5

10

15

20

25

30

POOR QUALITY

401987

TABLA I (continuaci

	Compuesto	Libras/acro (kg/Ha)	Maiz	Algodón	So;
5	N <sup>1</sup> -propoximetilen-3,5-di- nitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropil- sulfanilamida	8(8,96)	2	0	2
		4(4,48)	1	0	1
		2(2,24)	0	0	0,
10	N <sup>1</sup> -(α-metoxibenciliden)- 3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipro pilsulfanilamida	8(8,96)	1	0	1
		4(4,48)	0	0	0
		2(2,24)	0	0	0
15	N <sup>1</sup> -(1-metoxipropiliden)- 3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipro pilsulfanilamida	8(8,96)	1	1	1
		4(4,48)	1	0	0
		2(2,24)	0	0	0,
20	N <sup>1</sup> -aliloximetilen-3,5-dini- tro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropilsulfa- nilamida	8(8,96)	2	1	2
		4(4,48)	1	0	1
		2(2,24)	0	0	0
25	N <sup>1</sup> -(2-etilhexiloximetilen)- 3,5-dinitro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropil sulfanilamida	8(8,96)	1	1	0
		4(4,48)	1	0	1
		2(2,24)	1	0	0
30	N <sup>1</sup> -etoximetilen-3,5-dinitro- N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropilsulfanilamida	8(8,96)	2	1	2
		4(4,48)	1	1	2
		2(2,24)	0,5	0,5	2
30	N <sup>1</sup> -(1-etoxietiliden)-3,5-dini- tro-N <sup>4</sup> ,N <sup>4</sup> -dipropilsulfanilamida	8(8,96)	2	1	1
		4(4,48)	2	2	2
		2(2,24)	0,5	0	(
30	N <sup>1</sup> -metoximetilen-3,5-dinitro-N <sup>4</sup> , N <sup>4</sup> -dipropilsulfanilamida	8(8,96)	2	3	2
		4(4,48)	0	0	(
		2(2,24)	0	2	

401987



87

TABLA I (continuación)

/acros (a)	Maiz	Algodón	Soja	Anserina	Bledo	Almorejo	Abutilón
(8,96)	2	0	2	4	4	3	2
(4,48)	1	0	1	4	4	3	-
(2,24)	0	0	0,5	3,5	3,5	2,5	-
(8,96)	1	0	1	4	4	3	2
(4,48)	0	0	0	3	3	3	-
(2,24)	0	0	0	3,5	2,5	1,5	-
(8,96)	1	1	1	4	4	3	2
(4,48)	1	0	0	3	4	2	-
(2,24)	0	0	0,5	3,5	3	3	-
(8,96)	2	1	2	4	4	3	2
(4,48)	1	0	1	4	4	3	-
(2,24)	0	0	0	4	4	3	-
(8,96)	1	1	0	4	4	3	-
(4,48)	1	0	1	4	4	3	-
(2,24)	1	0	0,5	3,5	4	3	-
(1,12)	0	1	0,5	3,5	2	3	-
(8,96)	2	1	2	4	4	4	3
(4,48)	1	1	2	4	4	3	3
(2,24)	0,5	0,5	2	3,5	4	3	2
(1,12)	0,3	0	0,6	4	4	3	2
(8,96)	1	1	1	3	4	3	3
(4,48)	2	2	2	3	4	3	2
(2,24)	0,5	0	0,5	3	3,5	3	2,5
(8,96)	2	3	2	4	3	4	3
(4,48)	0	0	0	4	4	3	2
(2,24)	0	2	1	3,5	3,5	3	2

POOR QUALITY



EJEMPLOS 42-51

Se obtienen prácticamente iguales resultados que en los Ejemplos 27-41 anteriores cuando se evalúan los siguientes compuestos también representativos de esta invención:

N<sup>1</sup>-metoximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dimetilsulfanilamida

N<sup>1</sup>-etoximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>-etil-N<sup>4</sup>-butilsulfanilamida

N<sup>1</sup>-(1-metoxipropiliden)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dialilsulfanilamida

N<sup>1</sup>-(1-etoxietiliden)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-dipropinilsulfanilamida

N<sup>1</sup>-pentiloximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-bis(2-metoxietil)sulfanilamida

N<sup>1</sup>-(1-metoxipropiliden)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-bis(2-bromoetil)sulfanilamida

N<sup>1</sup>-metoximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>-isopropilsulfanilamida

N<sup>1</sup>-metoximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-bis(3-metoxipropil)sulfanilamida

N<sup>1</sup>-metoximetilen-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-bis(3-cloropropil)sulfanilamida

N<sup>1</sup>-(1-metoxietiliden)-3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-bis(2-cianoetil)sulfanilamida

Se obtienen resultados satisfactorios cuando el agente activo de esta invención, o una composición que contiene dicho agente activo, se combina con otros materiales agrícolas destinados a su aplicación a las plantas, partes de las plantas o sus habitats. Estos materiales pueden ser fertilizantes, fungicidas, nematocidas, insecticidas, otros herbicidas, agentes de acondicionamiento y similares.

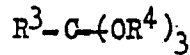
Los ortoésteres empleados como materiales de parti

401987



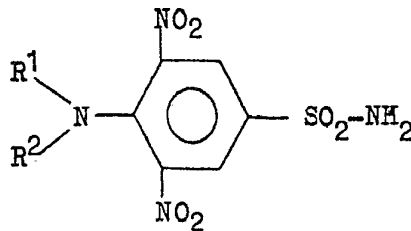
1972

1 da de acuerdo con esta invención:



son en muchos casos productos comerciales. Sin embargo, to  
dos los compuestos pueden ser sintetizados por procedimien-  
5 tos conocidos: véase, por ejemplo, Wagner y Zook, Synthetic  
Organic Chemistry (John Wiley & Sons, New York, 1965), capí-  
tulo 16 y referencias allí citadas. Los compuestos de 3,5-  
dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-R<sup>1</sup>,R<sup>2</sup>-sulfanilamida que han de ser utilizados  
en la preparación de los compuestos de esta invención:

10



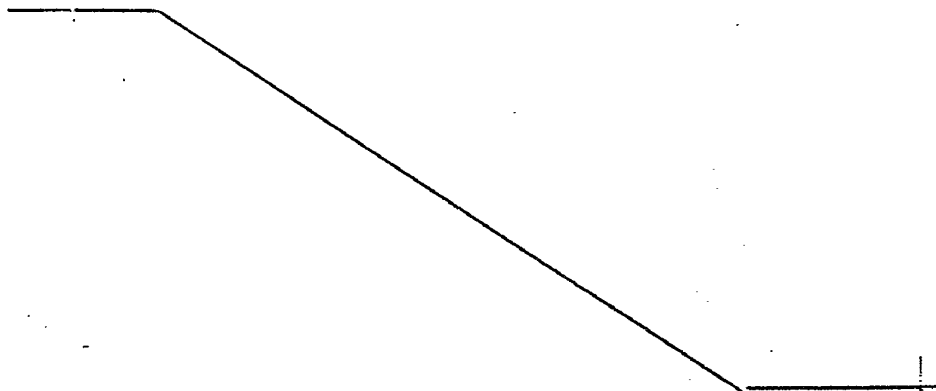
15

son en muchos casos compuestos conocidos: véase la paten-  
te estadounidense nº 3.367.949. Los compuestos no descritos  
expresamente en dicha patente estadounidense nº 3.367.949  
se preparan de forma similar, por reacción de un haluro de  
4-amino-3,5-dinitrobenzoesulfonilo apropiadamente sustituido  
20 con hidróxido amónico.

20

En resumen, la Patente de Invención que se solici-  
ta deberá recaer sobre las siguientes:

25



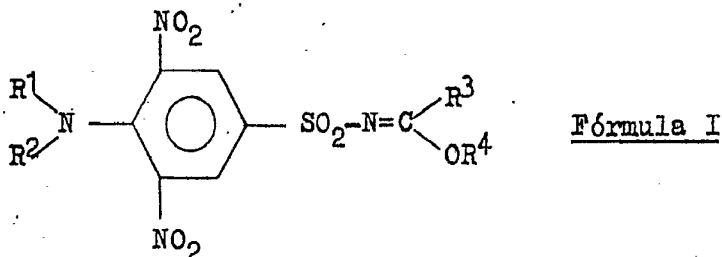
POOR<sup>30</sup>  
QUALITY

401987 2

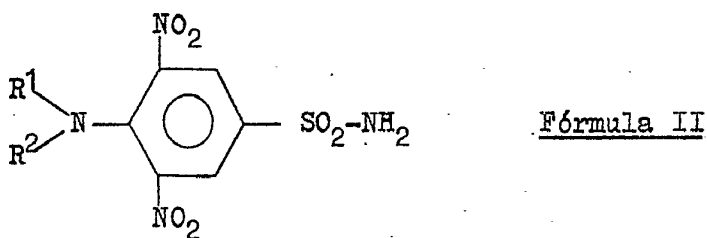


REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la preparación de un compuesto de N-alcoxilalquilidensulfonamida de fórmula:



10 donde R<sup>1</sup> representa hidrógeno o R<sup>2</sup> y cada grupo R<sup>2</sup> representa independientemente alquilo inferior C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub> o un radical de fórmula -CH<sub>2</sub>-CH<sub>2</sub>-(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-Y, donde n representa 0 o 1 e Y representa metoxi, ciano, bromo o cloro, sometidos a la limitación de que los grupos representados por R<sup>1</sup> y R<sup>2</sup> juntos contienen de 2 a 8 átomos de carbono ambos inclusive; R<sup>3</sup> representa hidrógeno, alquilo inferior C<sub>1</sub>-C<sub>2</sub> o fenilo y R<sup>4</sup> representa alquilo C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>, alilo o 2-cloroestilo; cuyo procedimiento está caracterizado por hacer reaccionar una 3,5-dinitro-N<sup>4</sup>,N<sup>4</sup>-R<sup>1</sup>,R<sup>2</sup>-sulfanilamida de fórmula



con un ortoéster de fórmula



donde en dichas fórmulas II y III, R<sup>1</sup>, R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup> y R<sup>4</sup> son los definidos anteriormente.

2. Un procedimiento según la Reivindicación 1, caracterizado porque la reacción se lleva a cabo a una tempe-

401987



2

1

ratura comprendida entre 100° y 200°C.

3. Un procedimiento según las Reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque se emplea en la reacción un exceso del ortoéster.

5

4. Se reivindica por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UN COMPUESTO DE N-ALCOXIALQUILIDENSULFONAMIDA".

10

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva, que consta de veintiuna páginas mecanografiadas.

Madrid, 21 de Abril de 1.972

BERNARDO UNGRIA

P. P.

15

20

25

30