



406233

406233

CAS 5-7715/=

F. C. 5-5-75

Int. Cl.: A01N

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

por "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE HALOGENACETANILIDAS", a favor de la firma suiza CIBA-GEIGY AG., residente en BASILEA (Suiza)

= . =

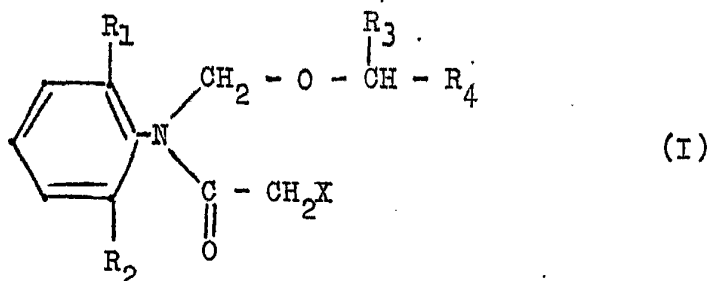
MEMORIA DESCRIPTIVA

5. Este invento se refiere a nuevas halogenacetanilidas substituidas, al procedimiento para su preparaci3n, a agentes herbicidas que contienen estos nuevos compuestos como materias activas y al procedimiento para la lucha selectiva contra las malas hierbas en las plantaciones de cultivo con empleo de las nuevas materias activas o de agentes que las contengan.

Las nuevas halogenacetanidas substituidas corresponden a la f3rmula I:

406233

31



5. en la que

R_1 y R_2 , independientemente uno de otro, significan cada uno hidrógeno o alquilo inferior con 1 a 4 átomos de carbono;

R_3 significa hidrógeno o el grupo de metilo;

10.

R_4 significa cicloalquilo con 3 a 5 átomos de carbono;

y

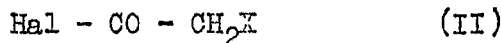
X significa cloro o bromo.

15.

Por radicales de alquilo inferior R_1 y R_2 con 1 a 4 átomos de carbono se entienden los radicales de metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, n-butilo, isobutilo, butilo secundario o butilo terciario. En calidad de radicales cicloalquílicos entran en cuenta el radical de ciclopropilo, de ciclobutilo o de ciclopentilo; se prefiere el radical de ciclopropilo.

20.

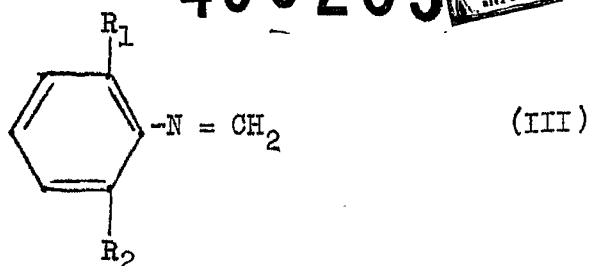
Las nuevas halogenacetanilidas substituídas de la fórmula I se obtienen, según el invento aquí expuesto, transformando un haluro de halogenacetilo de la fórmula II



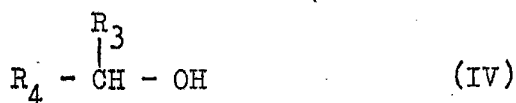
25.

con una fenilazometina de la fórmula III

406233



5. en una halogenacetanilida y haciendo reaccionar ésta con un alcohol de la fórmula IV



en presencia de un agente aceptor de ácido.

10. R_1, R_2, R_3, R_4 y X en las fórmulas II a IV tienen el mismo significado que se les ha atribuido en la fórmula I. En la fórmula II, Hal designa halógeno (de preferencia, cloro o bromo).

15. Las reacciones se efectúan en presencia de disolventes o diluentes inertes respecto a los participantes de la reacción. Pueden emplearse, por ejemplo, los siguientes: hidrocarburos alifáticos, aromáticos o halogenados (como benceno, tolueno, xilenos, hexano, heptano, éter de petróleo, clorobenceno, cloruro de metileno, cloruro de etileno o cloroformo); éteres y compuestos etéreos (como acetona, metiletilcetona, etc.); nitrilos (como el acetonitrilo); amidas, N,N-dialquiladas (como la dimetilformamida); y el sulfóxido de dimetilo, lo mismo que mezclas de estos disolventes entre sí.

25. El procedimiento conforme a este invento se realiza con exclusión del agua. En calidad de producto intermedio se obtiene una halogenacetanilida, la cual, después de la destilación del disolvente, puede hacerse reaccionar

406233

31 1960



directamente con el alcohol de la fórmula IV. Este paso del proceso se efectúa en presencia de un agente aceptor de haluro de hidrógeno, es decir, de una base inorgánica u orgánica, como, por ejemplo, hidróxidos y carbonatos de metal alcalino o alcalinotérreo; trialquilaminas, como la trimetilamina y la trietilamina; dialquilanilinas, piridina y bases piridínicas; alcanolatos alcalinos de alcoholes inferiores, como el metilato sódico, el etilato sódico, el etilato potásico, etc. Las temperaturas para la reacción se hallan entre -20° y $+110^{\circ}$ C, y preferentemente entre $+10^{\circ}$ y 80° C.

Las fenilazometinas de la fórmula III descritas como materias de partida son conocidas o pueden obtenerse por procedimientos conocidos (véase la patente francesa nº 1.458.932), mediante reacción de anilinas, correspondientemente alquiladas, con formaldehído.

El ejemplo que sigue ilustra el procedimiento de este invento. En la tabla que aparece a continuación, figuran otras halogenacetanidas substituidas de la fórmula I que se han preparado por el procedimiento aquí descrito. Las temperaturas están expresadas en grados centígrados.

Ejemplo

A 19,8 g de cloruro de cloroacetilo en 20 cc de éter dietílico absoluto se añaden agitando, a 10° y en el curso de una hora. 27,8 g de 2,6-dietil-fenil-azometina en 30 cc de éter dietílico absoluto. La temperatura sube así hasta 30° . Se agita por una hora todavía, a la temperatura del ambiente, se elimina el disolvente y se añaden 34 g de 1-ciclopropiletanol. Se calienta la mezcla reaccional has-



406233

- ta 60° y, a esta temperatura, se instilan 19,4 g de trietilamina en 20 cc de benceno absoluto. Se origina una suspensión, que se agita durante 1/4 de hora todavía. Después del enfriamiento, se trata la mezcla con 200 cc de agua y 200 cc de éter dietílico. Se lava la fase orgánica una vez más con agua, se la seca sobre sulfato sódico y se la concentra. Queda 2,6-dietil-N-(1-ciclopropil-etoxi-metil)-cloroacetamida, en forma de aceite amarillento, que se purifica sobre óxido de aluminio neutro, de grado de actividad I, con benceno como eluente. Índice de refracción: $n_D^{20} = 1,5520$. (Compuesto nº 1).

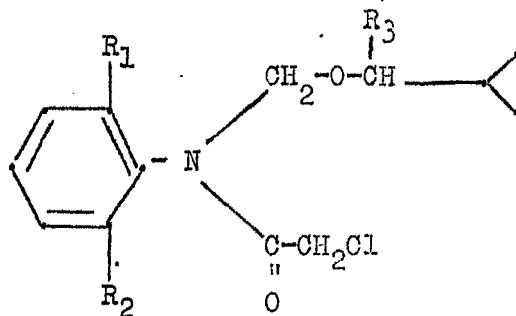
Datos analíticos:

Calculado: C 66,75 H 8,09 Cl 10,94 N 4,32

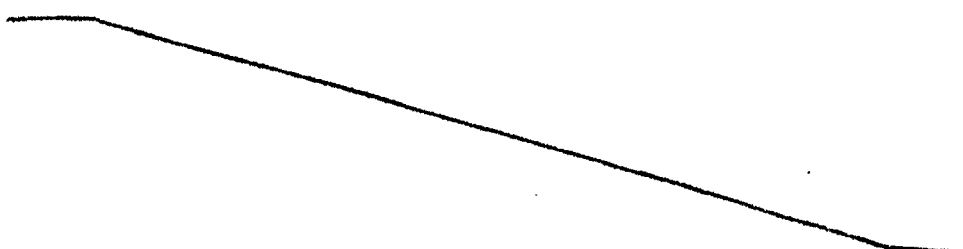
Hallado : C 66,92 H 8,16 Cl 10,34 N 4,29

15. Por el procedimiento que se ha descrito en este ejemplo se han preparado todavía otros compuestos de la fórmula V

20.



a saber:



406233

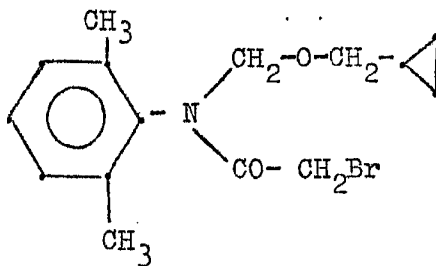
AGO. 1972



Compues- to Nº	R ₁	R ₂	R ₃	Datos físicos
2	CH ₃	C ₂ H ₅	H	n _D ²⁰ = 1,5264
3	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	H	n _D ²⁰ = 1,5324
4	CH ₃	C ₂ H ₅	CH ₃	n _D ²⁰ = 1,5258
5.	CH ₃	i-C ₃ H ₇	H	n _D ²⁰ = 1,5210
6	CH ₃	CH ₃	H	n _D ²³ = 1,5113
7	CH ₃	i-C ₃ H ₇	CH ₃	n _D ²⁰ = 1,5285
8	CH ₃	CH ₃	CH ₃	n _D ²³ = 1,5155

10.

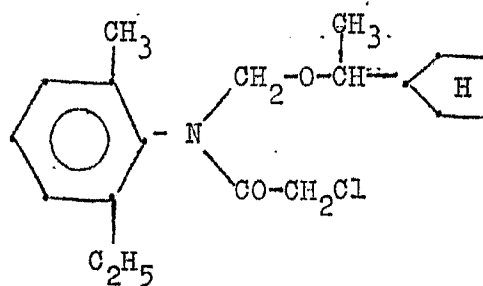
9



n_D²⁴ = 1,5295

15.

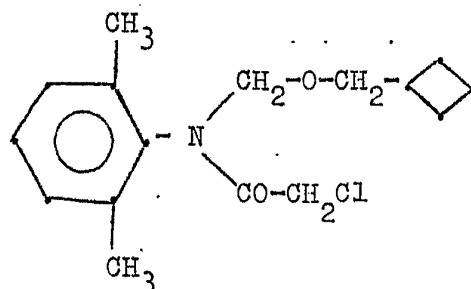
10



n_D²⁰ = 1,5140

20.

11

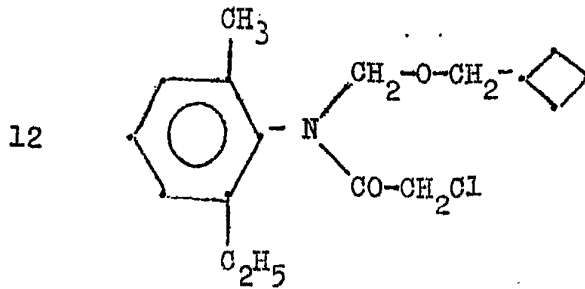


n_D²⁰ = 1,5283



406233

31



n_D^{20} 1,5220

5.

Las materias activas de este invento muestran muy buenas propiedades herbicidas contra el mijo y las malas hierbas miliares, como Setaria sp. y Digitaria sp., contra los céspedes, como Lolium sp. y contra ciertas especies de malas hierbas dicotiledóneas, como Amaranthus sp., sin afectar a las plantas de cultivo sensibles, como, por ejemplo, los nabos, ni a las plantas de cultivo resistentes, como maíz, cereales, soja, algodón, sorgo, etc.

10.

15.

Estas materias activas atacan además especies adventicias muy difíciles de combatir en los cultivos de arroz (arroz de secano y arroz acuático), como Echinochloa sp. Dado que estas materias activas en las concentraciones de empleo usuales no son tóxicas y no perjudican el equilibrio biológico, resultan de muy buena aptitud para el uso en los cultivos de arroz acuáticos. Se las puede utilizar también para la importante lucha contra las malas hierbas en las zonas limitantes, como zanjas, lechos de canales, diques, etc.

20.

25.

La aplicación de las materias activas se realiza preferentemente antes de la brotación de las plantas (preemergencia), y en algunos casos también después de la brotación (postemergencia). Las cantidades de aplicación se

406233

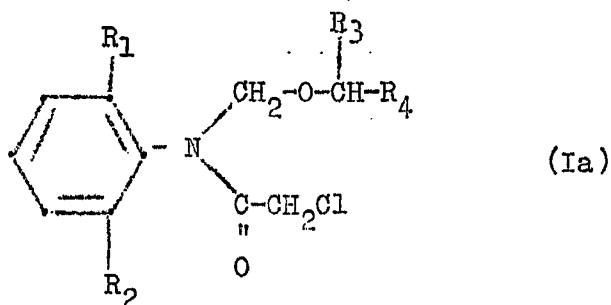


hallan entre 0,1 y 10 kg por hectárea, pero ya con cantidades de aplicación de 0,5 kg por hectárea se logra un control o exterminio muy bueno de las malas hierbas.

5. Para evitar la invasión de malas hierbas, por ejemplo en los terraplenes de ferrocarril, instalaciones fabriles, carreteras, etc., se utiliza de ordinario hasta 10 kg de materia activa por hectárea, o más.

10. Por otra parte, las materias activas de la fórmula I muestran también propiedades para regular el crecimiento, por cuanto, por ejemplo, en los cultivos de céspedes existentes retardan el crecimiento longitudinal de las hierbas y aumentan la macolladura. Las malas hierbas de germinación intensa y rápida quedan muy fuertemente inhibidas por ellas en la germinación y la brotación y de este modo son excluidas de los cultivos de céspedes existentes.

15. En virtud de su actividad especial, se prefieren las halogenacetanilidas de la fórmula Ia



20.

en la que

R₁ significa metilo o etilo;

R₂ significa metilo, etilo, isopropilo o butilo secundario

25.

R₃ representa hidrógeno o metilo;

y



406233

R₄ significa el grupo ciclopropílico o ciclo-
butílico.

Tienen acción selectiva particularmente marcada
los compuestos Ia en los que R₄ representa el grupo ciclo-
propílico.

5.

La acción herbicida de los compuestos de este in-
vento se ha determinado a base de los ensayos siguientes:

1. Acción herbicida en la aplicación de las materias
activas antes de la brotación de las plantas

10.

Inmediatamente antes de la siembra de las plantas
de ensayo en el invernadero se aplican las materias activas
en forma de dispersión acuosa (obtenida a partir de un polvo
para aspersiones al 25 %) a la superficie de la tierra. Lue-
go se mantienen las macetas a 22°-25° C y 50 a 70 % de hume-
dad relativa del aire. Al cabo de 28 días se realiza la eva-
luación de la prueba. Como compuesto de comparación sirvió
la 2,6-dietil-N-(metoximetil)-cloroacetanilida (= Compuesto
A), conocida por la patente norteamericana 3.442.945.

15.

Para plantas de ensayo se emplearon:

20.

Plantas de cultivo: Trigo (Triticum)
Maíz (Zea mais)
Soja (Glycine hyspida)
Remolacha azucarera (Beta vulgaris)
Arroz acuático (Oryza)
Algodón (Gossypium)

25.

Malas hierbas:

Digitaria sanguinalis
Setaria italica
Echinochloa crus galli
Sinapis alba

406233



Amaranthus docendens

Las cantidades de aplicación respectivas, en esta prueba, se indican en la tabla que sigue. La calificación se efectúa según el índice siguiente:

5. 9 = plantas indemnes (controles)
 1 = plantas extintas
 2-8 = grados intermedios de afectación.

Com- pues- to Nº	Canti- dad de aplica- ción en kg/ha	Digi- taria san- guina- lis	Seta- ria ita- lica	Echino- chloa crus- galli	Sina- pis	Ama- ran- thus	Ory- za	Zea Mays	Gly- cine- hys- pida	Beta- vul- ga- ris	Gös- sy- plum	Tri- ti- cum
2	4	1	1	1	2	1	1	8	8	9	-	6
	2	1	1	1	2	1	3	8	8	9	-	8
	1	1	1	1	3	1	7	9	9	9	8	9
	0,5	1	2	2	5	1	7	9	9	9	8	9
3	4	1	1	1	-	1	3	8	8	9	8	8
	2	2	1	2	-	1	6	8	8	9	8	9
	1	2	2	2	-	1	8	9	8	9	8	9
	0,5	2	3	2	-	1	8	9	8	9	9	9
4	4	1	1	1	-	1	-	9	9	9	7	9
	2	1	1	1	-	1	7	9	9	9	7	9
	1	1	1	1	-	1	7	9	9	9	8	9
	0,5	1	1	1	-	1	9	9	9	9	8	9
5	4	1	1	1	-	1	-	8	9	9	8	-
	2	1	1	1	-	1	-	9	9	9	8	8
	1	1	2	1	-	2	-	9	9	9	9	9
	0,5	1	2	1	-	2	-	9	9	9	9	9

406233³¹



(Continuación Tabla)

Com- pues- to Nº	Canti- dad de aplica- ción en kg/ha	Digi- taria san- guina- lis	Seta- ria- ita- lica	Echino- chloa crus- galli	Sina- pis	Ama- ran- thus	Ory- za	Zea Mays	Gly- cine- hys- pida	Beta- vul- ga- ris	Gos- sy- pium	Tri- ti- cum
7	4	1	1	1	-	1	7	9	8	8	8	8
	2	1	1	1	-	2	7	9	8	8	9	8
	1	1	1	1	-	3	8	9	9	9	9	9
	0,5	1	1	1	-	3	9	9	9	9	9	9
A	4	1	1	1	4	1	1	8	8	2	7	7
	2	1	1	1	6	1	1	9	8	2	8	7
	1	1	1	1	6	1	1	9	9	2	9	8
	0,5	1	1	1	8	1	2	9	9	4	9	9

2. Ensayo de preemergencia en el arroz con malas hierbas sembradas

15. a) Ensayo en seco

Se siembran en macetas con tierra de jardín arroz (Oryza oryzoides), como planta de ensayo, y Echinochloa crus galli, como mala hierba. La materia activa está elaborada en forma de un polvo para aspersiones al 25 % y se aplica en forma de dispersión acuosa a la superficie de la tierra, inmediatamente después de la siembra (cantidad de caldo: 100 cc/m²).

b) Ensayo en húmedo

25. La dispersión acuosa de la materia activa se aplica a la superficie de la tierra de los recipientes de ensayo y se introduce hasta 1 cm aproximadamente de profundidad.

406233



Luego se siembran las plantas de ensayo arroz y Echinochloa crus galli y se satura el terreno completamente con agua. Después de la brotación de la siembra, se completa el nivel de agua en los recipientes hasta 2 a 3 cm aproximadamente por encima de la superficie de la tierra.

5.

Ambos ensayos se realizan en el invernadero, a 24-27° y con 70 % de humedad relativa del aire. La evaluación se efectúa al cabo de 28 días, según el índice indicado en el Ensayo 1.

10.

En calidad de compuestos de comparación se utilizaron el Compuesto A (del Ensayo 1) y la 2,6-dietil-N-(n-butoximetil)-cloroacetanilida (= Compuesto B), conocida por la patente norteamericana 3.547.620. El compuesto B se ensayó en formulación de granulado al 5 %.

Compuesto	Cantidad, de aplicación, en kg/ha	Ensayo en húmedo		Ensayo en seco	
		Echinochloa crus galli	Arroz	Echinochloa crus galli	Arroz
1	4	2	6	1	6
	2	2	6	1	8
	1	3	9	2	9
	0,5	3	9	2	9
10	4	2	9	2	9
	2	3	9	2	9
	1	5	9	2	9
	0,5	9	9	2	9

406233



(Continuación Tabla)

Compuesto	Cantidad, de aplicación, en kg/ha	Ensayo en húmedo		Ensayo en seco	
		Echinochloa crus galli	Arroz	Echinochloa crus galli	Arroz
A (conocido)	4	1	1	1	1
	2	1	1	1	1
	1	1	1	1	3
	0,5	2	2	1	4
B (conocido)	4	1	2	1	2
	2	1	4	1	2
	1	2	5	1	3
	0,5	3	9	1	8

3. Acción herbicida en la aplicación de preemergencia del compuesto 2-metil-6-etil-N-(ciclopropilmetoximetil)-cloroacetanilida (= Compuesto nº 2) en

15. cultivos de maíz

En ensayo en el campo, se sembró en el mes de Abril maíz, en terreno ligero y en hileras de 60 cm de distancia. Luego se dividió el campo en parcelas de 4 m², en las que cabía esperar unas 60 a 80 plantas de maíz por parcela.

20.

Un día después de la siembra se trataron las parcelas con la concentración de materia activa prevista para ellas, obtenida por dilución a partir de un concentrado de emulsión.

25.

En calidad de compuesto de comparación se uti-

406233³¹



lizó la materia activa A del Ensayo 1.

La evaluación al cabo de 42 días se refirió al estado de las plantas de cultivo y a las malas hierbas brotadas de modo natural, con inclusión de los céspedes indeseados. La afectación de las plantas se indica porcentualmente en la tabla que sigue, en la que la zona de mayor afectación se señala más diferenciada que la zona de afectación mediana o escasa. Con la 2,6-dimetil-N-(ciclopropilmetoximetil)-cloroacetanilida se logra una acción muy semejante a la del compuesto nº 2.

- 5.
- 10.

Materia activa	Cantidad de aplicación, kg de mat. ac./ha	Maiz	Echinochlóa crus galli	Chenopodium album	Galinsoga parviflora	Galium aparine	Stellaria media	Mercurialis annua	Artiplex patulum
Comp. 2	4	0%	100%	95%	100%	95%	100%	100%	100%
	2	0	90	90	100	95	100	75	98
	1	0	90	75	100	40-50	98	75	90
	0,5	0	90	75	90	0-30	60	60	60
Comp. A	4	2%	90%	40-50%	100%	0-30%	100%	40-50%	100%
	2	2	90	40-50	90	0-30	85	40-50	100
	1	0	40-50	40-50	75	0-30	60	40-50	85
	0,5	0	0-30	0-30	40-50	0-30	40-50	0-30	0-30

Para la preparación de agentes herbicidas, las materias activas se mezclan con materias de vehículo apropiadas y/o agentes de distribución apropiados. Para ensanchar el espectro de acción, pueden mezclarse a estos agentes todavía otros herbicidas; por ejemplo, de la serie de las

406233



5. triacinas, como las halogen-diamino-s-triacinas o las alcoxi- y alquiltio-diamino-s-triacinas, los triazoles, las diacinas (como, por ejemplo, los uracilos), los ácidos carboxílicos y halocarboxílicos alifáticos, los ácidos benzoicos y fenilacéticos halogenados, los ácidos ariloxialcancarboxílicos, las hidracidas, las amidas, los nitrilos y los teres de dichos ácidos carboxílicos, los ésteres de ácido carbámico y de ácido tiocarbámico, las ureas, etcétera.

10. La preparación de los agentes de este invento se efectúa de manera conocida, por mezcla y molturación íntimas de materias activas de la fórmula general I con las materias de vehículo apropiadas, eventualmente con adición de dispersantes o disolventes inertes para las materias activas. Las materias activas pueden presentarse y emplearse en las formas de elaboración siguientes:
- 15.

- preparaciones sólidas: agentes de espolvoreo,
agentes de esparcimiento,
granulados, granulados de
envoltura, granulados de
20. impregnación y granulados
homogéneos;

- concentrados de materia activa
dispersables en agua: polvos para aspersiones (povos humectables), pastas y
25. emulsiones;

- preparaciones líquidas: soluciones.

Para preparar las formas de elaboración sólidas (agentes de espolvoreo, agentes de esparcimiento y granulados), se mezclan las materias activas con materias de ve-



406233

- hículo sólidas. En calidad de materias de vehículo entran en cuenta, por ejemplo, caolín, talco, bol, loes, creta, piedra caliza, arenisca calcárea, ataclay, dolomita, tierra de diatomeas, ácido silícico precipitado, silicatos alcali-notérreos, silicatos sódicos y potásicos (feldespato y mica), sulfatos de calcio y de magnesio, óxido de magnesio, plásticos molidos, abonos (como sulfato amónico, fosfato amónico, nitrato amónico y urea), productos vegetales molidos (como harina de cereales, harina de corteza de árbol, harina de madera y harina de cáscaras de nuez), polvo de celulosa, residuos de extracciones vegetales, carbón activo, etcétera, cada uno por sí solo o en forma de mezclas entre sí.
- 5.
- 10.

- El tamaño granular de las materias de vehículo es de conveniencia para los agentes de espolvoreo de 0,1 mm aproximadamente a lo sumo; para los agentes de esparcimiento, de 0,075 mm a 0,2 mm aproximadamente; y para los granulados, de 0,2 mm o más.
- 15.

- Las concentraciones de materia activa en las formas de elaboración sólidas importan por lo general de 0,5 a 80%.
- 20.

- A estas mezclas puede agregarse además aditivos que estabilicen la materia activa y/o materias no iónicas, anionactivas y cationactivas que, por ejemplo, mejoren la capacidad de adhesión de las materias activas a las plantas y a las partes vegetales (fijadores y adhesivos) y/o aseguren mejor humectabilidad (humectantes) y dispersabilidad (dispersantes). En calidad de adhesivos están indicados, por ejemplo, los siguientes: la mezcla de oleína y cal y los
- 25.

406233



31

- derivados de celulosa (metilcelulosa y carboximetilcelulosa); los éteres hidroxietilenglicólicos de monoalquilfenoles y dialquilfenoles con 5 a 15 radicales de óxido de etileno por molécula y 8-9 átomos de carbono en el radical alquílico, el ácido ligninsulfónico, sus sales alcalinas y alcalinotérreas, los éteres polietilenglicólicos (carbowaxes), los éteres poliglicólicos de alcohol graso con 5 a 20 radicales de óxido de etileno por molécula y 8 a 18 átomos de carbono en la porción de alcohol graso, los productos de condensación de óxido de etileno, el óxido de propileno, las polivinilpirrolidonas, los alcoholes polivinílicos, los productos de condensación de urea-formaldehído y los productos de látex.
- 5.
- 10.

- Los concentrados de materia activa dispersables en agua, o sea los polvos para aspersiones (polvos humectables), las pastas y los concentrados de emulsión, constituyen agentes que pueden diluirse con agua hasta cualquier concentración que se desee. Constan de materia activa, material de vehículo, eventualmente aditivos que estabilicen la materia activa, sustancias tensioactivas y antiespumantes y eventualmente disolventes. La concentración de materia activa en estos agentes es de 5 a 80%.
- 15.
- 20.

- Los polvos para aspersiones (polvos humectables) y las pastas se obtienen mezclando y moliendo hasta homogeneidad las materias activas con agentes dispersantes y materias de vehículo pulverulentas, en dispositivos oportunos. En calidad de materias de vehículo entran en cuenta, por ejemplo, las que se han mencionado antes para las formas de elaboración sólidas. En muchos casos es ventajoso
- 25.

406233



- emplear mezclas de diversas materias de vehículo. En calidad de dispersantes pueden emplearse, por ejemplo: productos de condensación de naftalina sulfonada y derivados de naftalina sulfonada con formaldehído, productos de condensación de la naftalina o de los ácidos naftalinsulfónicos con fenol y formaldehído, sales alcalinas, amónicas y alcalinotérreas del ácido ligninsulfónico, sulfonatos de alquilarilo, sales alcalinas y alcalinotérreas del ácido dibutilnaftalinsulfónico, sulfatos de alcohol graso, como las sales de hexadecanoles, heptadecanoles y octadecanoles sulfatados y las sales de éter poliglicólico sulfatado de alcohol graso, la sal sódica de la oleilmetiltaurida, los acetilenglicoles terciarios, el cloruro de dialquildilaurilamonio y las sales alcalinas y alcalinotérreas de ácido graso.

En calidad de agentes antiespumantes entran en consideración las siliconas, por ejemplo.

- Las materias activas se mezclan, muelen, criban y homogeneizan con los aditivos reseñados antes de manera que en los polvos para aspersiones la porción sólida no rebase de un tamaño granular de 0,02 a 0,04 mm y, en las pastas, de 0,03 mm. Para preparar concentrados de emulsión y pastas se emplean agentes dispersantes como los que se han reseñado en los párrafos anteriores, disolventes orgánicos y agua. En calidad de disolventes están indicados, por ejemplo, los siguientes: alcoholes, benceno, xilenos, tolueno, sulfóxido de dimetilo, amidas N.N-dialquiladas, N-óxidos de aminas (en particular, de trialquilaminas) y las fracciones de aceite mineral que hierven en el intervalo de 120



406233

a 350°C. Los disolventes deben ser prácticamente inodoros no fitotóxicos, inertes respecto a las materias activas y difícilmente inflamables.

5. Los agentes de este invento pueden aplicarse además en forma de soluciones. Para ello se disuelven la materia activa, o varias de las materias activas, de la fórmula general I en disolventes orgánicos apropiados, mezclas de disolventes, agua o mezclas de disolventes orgánicos con agua. En concepto de disolventes orgánicos pueden emplearse, solos o en mezcla entre sí, hidrocarburos alifáticos y aromáticos, sus derivados clorados, alquilnaftalinas o aceites minerales. Las soluciones deben contener las materias activas en una escala de concentración de 1 a 20%.
- 10.

15. Estas soluciones pueden aplicarse con ayuda de un gas propulsor (como spray) o con pulverizadores especiales (como aerosol).

20. A los agentes de este invento que se han descrito pueden agregarse otras materias activas o agentes biocidas. Así, además de los compuestos citados de la fórmula I, los nuevos agentes pueden contener, por ejemplo, insecticidas, fungicidas, bactericidas, fungistáticos, bacteriostáticos o nematocidas, para ensanchar el espectro de acción. Los agentes de este invento pueden además contener todavía abonos para los vegetales, oligoelementos, etcétera.

25. A continuación se describen formas de elaboración de las nuevas materias activas de la fórmula general I. Las partes significan aquí partes en peso.

Granulado

Para preparar un granulado al 5% se emplean las

406233



materias siguientes:

- 5 partes de 2-metil-6-etil-N-(ciclopropilmetoxi-
metil)-cloroacetanilida,
0,25 partes de epiclorohidrina,
5. 0,25 partes de éter cetilpoliglicólico,
3,50 partes de polietilenglicol y
91 partes de caolín (de tamaño granular 0,3-0,8 mm).

Se mezcla la substancia activa con la epicloro-
hidrina y se disuelve la mezcla en 6 partes de acetona;
10. luego se añaden el polietilenglicol y el éter cetilpoli-
glicólico. La solución así obtenida se rocía sobre el
caolín y a continuación se evapora en vacío.

Polvos para aspersiones

Para preparar

15. a) un polvo para aspersiones al 70%,
b) un polvo para aspersiones al 25% y
c) un polvo para aspersiones al 10%,
se emplean los ingredientes siguientes:
20. a) 70 partes de 2-metil-6-etil-N-(ciclopropilmeto-
ximetil)-cloroacetanilida,
5 partes de dibutilnaftilsulfonato sódico,
3 partes de condensado de ácidos naftalinsul-
fónicos/ácidos fenolsulfónicos/formaldehido
3:2:1,
25. 20 partes de caolín y
22 partes de creta de Champagne;
b) 25 partes de 2,6-dietyl-N-(ciclopropilmetoxi-
metil)-cloroacetanilida,
5 partes de sal sódica de oleilmetiltaurida,

406233



- 2,5 partes de condensado de ácido naftalinsulfónico/formaldehído,
- 0,5 partes de carboximetilcelulosa,
- 5 partes de silicato potásico de aluminio, neutro, y
- 5. 62 partes de caolín;
- c) 10 partes de 2-metil-6-etil-N-(1-ciclopropiletoximetil)-cloroacetanilida,
- 3 partes de mezcla de las sales sódicas de sulfonatos de alcohol graso saturados,
- 10. 5 partes de condensado de ácido naftalinsulfónico/formaldehído y
- 82 partes de caolín.

Se aplica a las materias de soporte respectivas (caolín y creta) la materia activa indicada y a continuación se mezcla y muele. Se obtienen polvos para aspersiones de excelente humectabilidad y capacidad de cernido. Con estos polvos pueden obtenerse, por dilución con agua, suspensiones de cualquier concentración de materia activa que se desee. Estas suspensiones se emplean para combatir las malas hierbas en las plantaciones de cultivo.

20. Pasta

Para preparar una pasta al 45% se emplean las materias siguientes:

- 25. 45 partes de 2,6-diethyl-N-(1-ciclopropiletoximetil)-cloroacetanilida,
- 5 partes de silicato sódico de aluminio,
- 14 partes de éter cetilpoliglicólico con 8 moles de óxido de etileno.

406233³



5. 1 parte de éter oleilpoliglicólico con 5 moles
 de óxido de etileno,
 2 partes de aceite para husillos,
 10 partes de polietilenglicol y
 23 partes de agua.

En aparatos apropiados para ello, se mezcla íntimamente la materia activa con las materias suplementarias y se muele. Se obtiene una pasta de la que, por dilución con agua, pueden prepararse suspensiones de cualquier concentración que se desee.

10.

Concentrado de emulsión

Para preparar un concentrado de emulsión al 25%, se mezclan entre sí:

15. 25 partes de 2-metil-6-etil-N-(1-ciclopropiletoxi-
 metil)-cloroacetanilida,
 5 partes de una mezcla de nonilfenolpolioxietileno
 y dodecylbencensulfonato cálcico,
 35 partes de 3,5,5-trimetil-2-ciclohexen-1-ona y
 35 partes de dimetilformamida.

20.

Este concentrado puede diluirse con agua para formar emulsiones de concentración apropiadas. Estas emulsiones sirven para combatir las malas hierbas en las plantaciones de cultivo, como, por ejemplo, maíz, arroz, remolacha azucarera, etcétera.

= . =

N O T A

25.

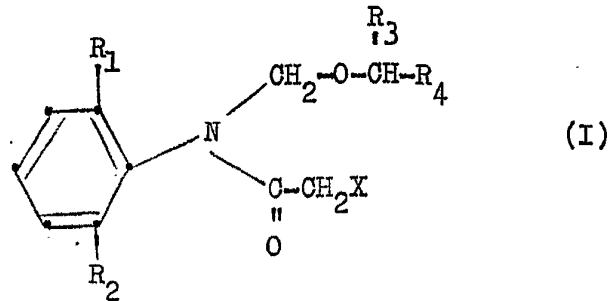
Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones con prioridad de la solicitud de patente suiza 12818/71 de 1.9.71.



406233

1.- Procedimiento para la preparación de halogenacetanilidas substituidas de la fórmula I

5.



10.

en la que

R₁ y R₂, independientemente uno de otro, significan cada uno hidrógeno o alquilo inferior con 1 a 4 átomos de carbono;

15.

R₃ significa hidrógeno o el grupo de metilo;

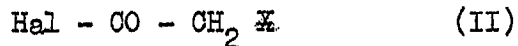
R₄ significa cicloalquilo con 3 a 5 átomos de carbono;

y

X significa cloro o bromo;

20.

que constituyen la materia activa en la formulación de agentes para la lucha selectiva contra la vegetación indeseada en los cultivos de plantas útiles, caracterizado por transformarse un haluro de halogenacetilo de la fórmula II



25.

en la que

X tiene el mismo significado que en la fórmula I y

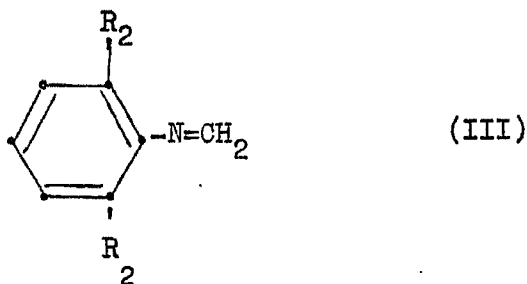
Hal representa halógeno (de preferencia, cloro o bromo),

Handwritten signature or initials.



actuando en un disolvente anhidro o una mezcla de disolventes anhidros a temperaturas entre -20° y $+110^{\circ}\text{C}$ (de preferencia, entre $+10^{\circ}$ y $+80^{\circ}\text{C}$), con una fenilazometina de la fórmula III

5.



10.

en la que

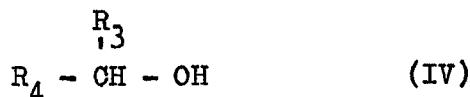
R_1 y R_2 tienen el mismo significado que se les ha atribuido en la fórmula I,

en una halogenoacetanilida y hacerse reaccionar ésta con exclusión del agua, en presencia o ausencia de disolventes,

15.

en presencia de una base inorgánica u orgánica como agente aceptor de haluro de hidrógeno y en el mismo intervalo de temperatura, con un alcohol de la fórmula IV

20.



en la que

R_3 y R_4 tienen el mismo significado que se les ha atribuido en la fórmula I.

25.

2.- Procedimiento para la preparación de halogenoacetanilidas.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 24 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, a 1 AGO. 1972
P.a.

JAIMÉ ISERN

Firmado: JCSE L. MORÁ

Key