



406885



1972

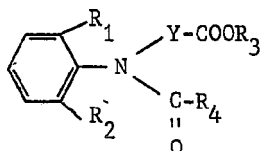
F.C. 26-5-75

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

MEMORIA DESCRIPTIVA

Esta invención se refiere a la producción de un nuevo ácido N-halogenoacilanilino graso o de su derivado éster. - - - - -

Más particularmente, según un primer aspecto, la presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de un nuevo ácido N-halogenoacilanilino graso o sus derivados éster representados por la fórmula general (I): - - - - -

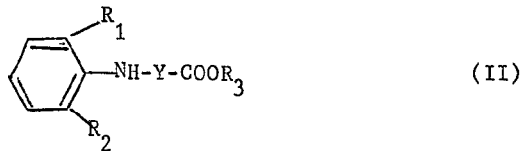


10. en la cual R<sub>1</sub> y R<sub>2</sub> representan cada una un grupo alquilo inferior con C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>, R<sub>3</sub> representa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo, un grupo alqueno inferior con C<sub>3</sub>-C<sub>5</sub> o un grupo alquinilo inferior con C<sub>3</sub>-C<sub>4</sub>, R<sub>4</sub> representa un grupo alquilo inferior substituído por de 1 a 4 átomos de halógeno e Y representa un grupo alqueno inferior con C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>, el cual procedimiento comprende hacer reaccionar un ácido anilino graso o su

406885



derivado éster representado por la fórmula general (II):



en la cual  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$  e  $Y$  son como se ha definido anteriormente, con un haluro de ácido halógeno graso representado por la fórmula general (III):



5. en la cual  $R_4$  es como se ha definido anteriormente y  $X$  es un átomo de halógeno, en presencia de un agente apropiado de deshidrohalogenación para obtener ácido N-halogenoacilanilino graso o su derivado éster representados por la fórmula general (I). La invención se refiere también, según un segundo aspecto, a un procedimiento para la preparación del compuesto de la fórmula (I) que comprende hacer reaccionar una sal de metal alcalino de derivado aniluro de ácido halógeno graso representado por la fórmula general (IV):
- 10.



en la cual  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_4$  son como se ha definido anteriormente, con ácido halógeno graso representado por la fórmula general (V):



406885

Z - Y - COOR<sub>3</sub>

(V)

en la cual Y y R<sub>3</sub> son como se ha definido anteriormente y Z representa un átomo de halógeno, o con su derivado éster, para obtener ácido N-halogenoacilanilino graso representado por la fórmula general (I) o su derivado éster. La invención se refiere también, según un tercer aspecto, a

5. la preparación y uso de una composición herbicida que contiene el compuesto de la fórmula (I) como ingrediente activo. - - - - -

El ácido N-halogenoacilanilino graso y su derivado éster obtenidos por la presente invención son nuevos y los inventores han hallado que poseen una fuerte actividad herbicida que no podría esperarse de otros compuestos análogos conocidos, así como una selectividad altamente ventajosa. - - - - -

10.

Esto es, los compuestos obtenidos según la presente invención tienen un fuerte efecto herbicida con respecto a una amplia gama de malezas y, por ejemplo, tienen un excelente efecto herbicida tanto con malezas de hoja estrecha, tales como Echinochloa crusgalli, Digitaria saguinalis, Alopecurus aequalis, Poa annua, etc., como con malezas de hoja ancha, tales como Stellaria media, Portulaca oleracea, Amaranthus retroflexus, Monochoria vaginalis, Linderna pyxidaria, etc. Además, los compuestos

15.

preparados según la presente invención están caracterizados porque tienen selectividad con respecto a varios cultivos y por lo tanto son capaces de controlar las malezas sin provocar ninguna fitotoxicidad, por ejemplo, con

20.

406885



respecto al rábano, las berzas, los guisantes, la remolacha azucarera, la badana, el tomate, el algodón, el trigo, el maíz, etc. - - - - -

Además, su uso en un arrozal es muy eficaz debido a su muy fuerte efecto herbicida y los compuestos son capaces de controlar las

5. principales malezas que crecen en los arrozales, tales como Echinochloa crusgalli, Monochoria vaginalis, Rotala indica, Cyperus difformis, etc., sin provocar ninguna fitotoxicidad con respecto al arroz trasplantado y, además, los compuestos tienen un excelente efecto para controlar incluso una planta perenne, la maleza de espiga delgada ("slender spiderush"), que

10. es difícil de controlar. - - - - -

Los compuestos obtenidos según la presente invención se útiles como herbicida para varios cereales tales como el arroz, el maíz, etc., hortalizas, árboles frutales, prados, praderas, bosques, tierras baldías, etc. - - - - -

15. La presente invención se ha logrado basándose en el descubrimiento anteriormente mencionado y permite la obtención de un nuevo ácido N-halogenoacetilnilino graso o de su derivado éster representados por la fórmula general (I) y de una composición herbicida que los contiene. - - -

20. Según los aspectos primero y segundo, la invención se refiere a un procedimiento para producir dichos compuestos y, según el primer aspecto, puede obtenerse ácido N-halogenoacilnilino graso o su derivado éster, en general, por disolución de ácido anilino graso o su derivado éster representados por la fórmula general (II) y una cantidad equimolar de haluro

406885



de ácido halógeno graso representado por la fórmula general (III) en un solvente inerte tal como benceno, tolueno, xileno, éter etílico, éter isopropílico, ligroína, hexano, acetona, metilisobutilcetona, cloroformo o tetracloruro de carbono, preferentemente en benceno, añadiendo gota a gota una cantidad equivalente de un agente deshidrohalogenante, tal como 5. piridina, trietilamina, N,N-dietilanilina, N-metilmorfolina, carbonato sódico o carbonato potásico, preferentemente trietilamina, agitando la mezcla durante un tiempo, lavando entonces la solución resultante con ácido clorhídrico diluido, una solución acuosa diluida alcalina y agua, 10. sucesivamente y, después del secado, eliminando el solvente para obtener el producto final puro con un buen rendimiento. - - - - -

Según el segundo aspecto de la invención, puede obtenerse ácido N-halogenoacilanilino graso o su derivado éster por disolución de derivado aniluro de ácido halógeno graso en un solvente apropiado tal como 15. éter dietílico, éter isopropílico, tetrahidrofurano, dioxano, benceno, tolueno o xileno, preferentemente en tetrahidrofurano, añadiendo una cantidad equivalente de metal alcalino tal como sodio, potasio, litio, etc., o derivado alquilalcalino o fenilalcalino para formar una sal de metal alcalino de un derivado aniluro de ácido halógeno graso, añadiendo al 20 mismo una cantidad equimolar de ácido halógeno graso representado por la fórmula general (V) o su derivado éster, agitando la mezcla, si es necesario, bajo calentamiento y, después de acabada la reacción, eliminando el solvente y las sales inorgánicas para obtener el producto final puro con buen rendimiento. - - - - -

406885



Se ilustran a continuación ejemplos de cada uno de los materiales de partida empleados en la presente invención pero, desde luego, la presente invención no está limitada a ellos. - - - - -

Acido anilo graso y sus derivados éster:

- 5. ácido 2,6-dimetilanilino-acético;  
metil 2,6-dimetilanilino-acetato;  
etil 2,6-dimetilanilino-acetato;  
n-propil 2,6-dimetilanilino-acetato;  
iso-propil 2,6-dimetilanilino-acetato;
- 10. n-butil 2,6-dimetilanilino-acetato;  
iso-butil 2,6-dimetilanilino-acetato;  
ácido 2-metil-6-etilanilino-acético;  
metil 2-metil-6-etilanilino-acetato;  
etil 2-metil-6-etilanilino-acetato;
- 15. n-propil 2-metil-6-etilanilino-acetato;  
ácido 2,6-dietilanilino-acético;  
metil 2,6-dietilanilino-acetato;  
etil 2,6-dietilanilino-acetato;  
n-propil 2,6-dietilanilino-acetato;
- 20. ácido 2,6-di-n-propilanilino-acético;  
metil 2,6-di-n-propilanilino-acetato;  
etil 2,6-di-n-propilanilino-acetato;  
n-propil 2,6-di-n-propilanilino-acetato;  
n-butil 2,6-di-n-propilanilino-acetato;

406885



- metil $\alpha$ -(2,6-dietilanilino)propionato;
- etil $\alpha$ -(2,6-dietilanilino)propionato;
- n-propil $\alpha$ -(2,6-dietilanilino)propionato;
- metil $\beta$ -(2,6-dietilanilino)propionato;
- 5. etil $\beta$ -(2,6-dietilanilino)propionato;
- n-propil $\beta$ -(2,6-dietilanilino)propionato;
- metil $\alpha$ -(2,6-dimetilanilino)propionato;
- etil $\alpha$ -(2,6-dimetilanilino)propionato;
- n-propil $\alpha$ -(2,6-dimetilanilino)propionato;
- 10. ácid $\alpha$ -(2-metil-6-etilanilino)propiónico;
- metil $\alpha$ -(2-metil-6-etilanilino)propionato;
- etil $\alpha$ -(2-metil-6-etilanilino)propionato;
- n-propil $\alpha$ -(2-metil-6-etilanilino)propionato;
- n-amil 2,6-dimetilanilino-acetato;
- 15. n-hexil 2,6-dimetilanilino-acetato;
- ciclohexil 2,6-dimetilanilino-acetato;
- n-decil 2,6-dimetilanilino-acetato;
- iso-amil 2,6-dimetilanilino-acetato;
- alil 2,6-dimetilanilino-acetato;
- 20. crotonil 2,6-dimetilanilino-acetato;
- $\beta$ -metilalil 2,6-dimetilanilino-acetato;
- n-amil-2-metil-6-etilanilino-acetato;
- ciclohexil 2-metil-6-etilanilino-acetato;
- alil 2-metil-6-etilanilino-acetato;
- 25. crotonil 2-metil-6-etilanilino-acetato;

406885



- n-amil 2,6-dietilanilino-acetato;
- sec-amil 2,6-dietilanilino-acetato;
- crotonil 2,6-dietilanilino-acetato;
- ( $\beta$ )-metalil 2,6-dietilanilino-acetato;
- 5. n-decil 2,6-dietilanilino-acetato;
- ciclohexil 2,6-dietilanilino-acetato;
- n-amil $\alpha$ -2,6-dimetilanilino-propionato;
- ciclohexil $\alpha$ -2,6-dimetilanilino-propionato;
- alil $\alpha$ -2,6-dimetilanilino-propionato;
- 10. n-amil $\alpha$ -2,6-dietilanilino-propionato;
- n-hexil $\alpha$ -2,6-dietilanilino-propionato;
- n-heptil $\alpha$ -2,6-dietilanilino-propionato;
- alil $\alpha$ -2,6-dietilanilino-propionato;
- crotonil $\alpha$ -2,6-dietilanilino-propionato;
- 15. propargil $\alpha$ -2,6-dietilanilino-acetato;

Haluro de ácido halógeno graso:

- cloruro de ácido monocloraacético;
- cloruro de ácido monobromoacético;
- cloruro de ácido monoyodoacético;
- 20. cloruro de ácido monofluoroacético;
- bromuro de ácido monocloraacético;
- bromuro de ácido monobromoacético;
- bromuro de ácido monoyodoacético;
- bromuro de ácido monofluoroacético;



406885

- cloruro de ácido dicloroacético;
- cloruro de ácido dibromoacético;
- cloruro de ácido tricloroacético;
- cloruro de ácido trifluoroacético;
- 5. cloruro de ácido  $\alpha, \alpha$ -dicloropropiónico;
- cloruro de ácido  $\alpha, \alpha, \beta, \beta$ -tetrafluoropropiónico;
- Aniluro de ácido halógeno graso:
  - aniluro de ácido 2,6-dimetil-monocloroacético;
  - aniluro de ácido 2,6-dimetil-monobromoacético;
  - 10. aniluro de ácido 2,6-dimetil-monoyodoacético;
  - aniluro de ácido 2,6-dimetil-monofluoroacético;
  - aniluro de ácido 2,6-dimetil-dicloroacético;
  - aniluro de ácido 2,6-dimetil-tricloroacético;
  - aniluro de ácido 2,6-dimetil-trifluoroacético;
  - 15. aniluro de ácido 2,6-dimetil- $\alpha, \alpha$ -dicloropropiónico;
  - aniluro de ácido 2-metil-6-etil-monocloroacético;
  - aniluro de ácido 2-metil-6-etil-monobromoacético;
  - aniluro de ácido 2-metil-6-etil-monoyodoacético;
  - aniluro de ácido 2-metil-6-etil-monofluoroacético;
  - 20. aniluro de ácido 2-metil-6-etil-tricloroacético;
  - aniluro de ácido 2-metil-6-etil- $\alpha, \alpha, \beta, \beta$ -tetrafluoropropiónico;
  - aniluro de ácido 2,6-dietil-monocloroacético;
  - aniluro de ácido 2,6-dietil-monobromoacético;
  - aniluro de ácido 2,6-dietil-monoyodoacético;

406885



- aniluro de ácido 2,6-dietil-monofluoroacético;
- aniluro de ácido 2,6-dietil-tricloroacético;
- aniluro de ácido 2,6-dietil-trifluoroacético;
- aniluro de ácido 2,6-dietil- $\alpha,\alpha$ -dicloropropiónico;
- 5. aniluro de ácido 2,6-dietil- $\alpha,\alpha,\beta,\beta$ -tetrafluoropropiónico;
- aniluro de ácido 2,6-di-n-propil-monocloroacético;
- aniluro de ácido 2,6-di-n-propil-monobromoacético;
- aniluro de ácido 2,6-di-n-propil-monoyodoacético;
- aniluro de ácido 2,6-di-n-propil-monofluoroacético;
- 10. aniluro de ácido 2,6-di-n-propil-tricloroacético;
- aniluro de ácido 2,6-di-n-propil- $\alpha,\alpha$ -dicloropropiónico;
- aniluro de ácido 2,6-di-n-propil-dicloroacético;
- aniluro de ácido 2,6-di-n-propil-trifluoroacético;

Acido halógeno graso y sus derivados éster:

- 15. ácido monocloroacético;
- metil monocloroacetato;
- etil monocloroacetato;
- n-propil monocloroacetato;
- iso-propil monocloroacetato;
- 20. n-butil monocloroacetato;
- iso-butil monocloroacetato;
- ácido monobromoacético;
- metil monobromoacetato;
- etil monobromoacetato;



406885

- n-propil monobromoacetato;
- n-butil monobromoacetato;
- propargil monobromoacetato;
- ácido monoyodoacético;
- 5. metil monoyodoacetato;
- etil monoyodoacetato;
- n-propil monoyodoacetato;
- n-butil monoyodoacetato;
- ácido dicloroacético;
- 10. metil dicloroacetato;
- etil dicloroacetato;
- n-propil dicloroacetato;
- ácido tricloroacético;
- metil tricloroacetato;
- 15. etil tricloroacetato;
- n-butil tricloroacetato;
- ácido  $\alpha, \alpha$ -dicloropropiónico;
- metil  $\alpha, \alpha$ -dicloropropionato;
- etil  $\alpha, \alpha$ -dicloropropionato;
- 20. ácido  $\alpha, \alpha, \beta, \beta$ -tetrafluoropropiónico;
- metil  $\alpha, \alpha, \beta, \beta$ -tetrafluoropropionato;
- etil  $\alpha, \alpha, \beta, \beta$ -tetrafluoropropionato;
- n-propil  $\alpha, \alpha, \beta, \beta$ -tetrafluoropropionato;

406885<sup>h</sup>



En una aplicación práctica, los compuestos obtenidos según la presente invención pueden esparcirse en la forma en que se hallan o pueden utilizarse en cualquier forma de gránulo, polvo humectable, emulsión y polvo. - - - - -

- 5. Como vehículos sólidos utilizados en la formulación de estas preparaciones se indican, por ejemplo, el talco, la bentonita, la arcilla, el caolín, la tierra de diatomeas, la vermiculita, la cal apagada, etc., y como vehículos líquidos se indican, a título de ejemplo, el benceno, el tolueno, el xileno, los alcoholes, la acetona, el metilnaftaleno, el dioxano, la ciclohexanona, etc. Como agentes emulsionantes se indican, a título de ejemplo, los ésteres alquilsulfúricos, alquilsulfonato, arilsulfonato, ésteres de polietilenglicol, ésteres de alcohol polihídrico, etc. - -

- 15. En una aplicación práctica, un esparcidor, tal como un agente superficialmente activo, utilizado en agricultura puede mezclarse desde luego para mejorar y garantizar el efecto herbicida y es también posible utilizar los compuestos en combinación con otros productos químicos agrícolas, tales como fungicidas, insecticidas, herbicidas, etc. o con fertilizantes. - - - - -

20 Se ilustrarán a continuación ejemplos de combinación de la composición preparada según la presente invención. - - - - -

Ejemplo 1

25 partes en peso de ácido N-cloroacetil-2,6-dietilanilinoacético, 5 partes en peso de agente superficialmente activo de éster de polioxi-  
xietilenacetilarilo y 70 partes en peso de talco se trituran perfectamente

406885



y se mezclan para obtener un polvo humectable. - - - - -

Ejemplo 2

25 partes en peso de éster de n-amilo de ácido N-cloroacetil-2,6-dimetilanilinoacético, 5 partes en peso de agente superficialmente activo de éster de polioxietilenacetilarilo y 70 partes en peso de talco se trituran perfectamente y se mezclan para obtener un polvo humectable. - - -

Ejemplo 3

30 partes en peso de acetato de etil N-cloroacetil-2,6-dietilanilino, 20 partes en peso de agente superficialmente activo de éter de polietilenglicol y 50 partes en peso de ciclohexanona se mezclan perfectamente para obtener una emulsión. - - - - -

Ejemplo 4

30 partes en peso de acetato de n-decil N-cloroacetil-2,6-dietilanilino, 20 partes en peso de agente superficialmente activo de éter de polietilenglicol y 50 partes en peso de ciclohexanona se mezclan perfectamente para obtener una emulsión. - - - - -

Ejemplo 5

8 partes en peso de acetato de etil N-cloroacetil-2,6-dietilanilino, 38 partes en peso de bentonita, 50 partes en peso de arcilla y 4 partes en peso de ligninsulfonato sódico se trituran y se mezclan perfectamente y, después de amasado perfectamente con la adición de agua, se granulan y se secan para obtener un granulado. - - - - -

Ejemplo 6

8 partes en peso de acetato de alil N-dicloroacetil-2,6-dietila-

406885



nilino, 38 partes en peso de bentonita, 50 partes en peso de arcilla y 4 partes en peso de ligninsulfonato sódico se trituran y mezclan perfectamente y, después de amasado con la adición de agua, se granulan y secan para obtener un granulado. - - - - -

5. La presente invención se explicará con mayor detalle mediante los siguientes Ejemplos pero, desde luego, no está limitada sólo a ellos.

Ejemplo 7

10. Se disolvieron 23,5 g (0,1 mol) de acetato de etil 2,6-dietilanilino y 11,3 g (0,1 mol) de cloruro de ácido monocloroacético en 100 ml de benceno, se añadieron entonces gota a gota 11,0 g de trietilamina, con agitación, manteniendo la temperatura de reacción a 10-20°C y, después, la agitación se prosiguió durante otras 2 horas a temperatura ambiente. La solución de reacción se lavó sucesivamente con solución  
15. acuosa de hidróxido sódico al 5%, solución acuosa de ácido clorhídrico al 5% y agua. Entonces se secó la capa de benceno sobre sulfato sódico anhidro. Después se eliminó el benceno a presión reducida para obtener el producto final, acetato de etil N-cloroacetil-2,6-dietilanilino.

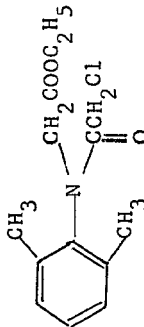
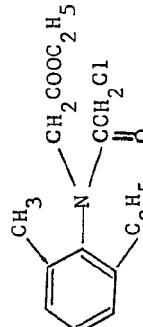
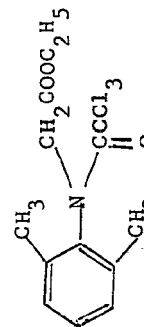
$n_D^{26}$ : 1,5225. - - - - -

20. Análisis elemental:

	C (%)	H (%)	N (%)	Cl (%)
Calculado para $C_{16}H_{22}NClO_3$ :	61,63	7,11	4,49	11,37
Hallado:	61,81	7,08	4,42	11,48

Los resultados obtenidos de una manera similar a la indicada anteriormente se muestran en la siguiente Tabla 1. - - - - -

Tabla 1

Ej. No	Acido anilino graso o su éster	Haluro de ácido halógenoacético	Estructura química	Constante física	Rendimiento (%)	C(%)	H(%)	N(%)	Cl(%)
8	Etil 2,6-dimetil-anilinoacetato	$\text{ClCH}_2\text{COCl}$		$n_D^{23}$ 1,3647 pe 0,4 136-138°C	85	Calcd.: 59,26 Hallado: 59,37	6,39	4,94	12,50
9	Etil 2-metil-6-etilanilino-acetato	$\text{ClCH}_2\text{COCl}$		$n_D^{22}$ 1,5271 pe 0,7 161-163°C	88	Calcd.: 60,50 Hallado: 60,47	6,77	4,70	16,12
10	Etil 2,6-dimetil-anilinoacetato	$\text{Cl}_3\text{CCOCl}$		$n_D^{21,5}$ 1,4230 pe 0,6 162-163°C	75	Calcd.: 47,68 Hallado: 47,54	4,57	3,97	30,20

40-16,23  
68-30,16  
85



406885



Ejemplo 11

Se disolvieron 22,6 g (0,1 mol) de 2,6-dietilcloroacetaniluro en 100 ml de tetrahidrofurano y 45 g de solución de n-hexano que contenía 15% de n-butil-litio se añadieron gradualmente gota a gota a los mismos a temperatura ambiente con agitación. Además, se añadieron 12,3 g (0,1 mol) de etilmonocloroacetato y la mezcla se reflujo durante 4 horas. Después de enfriado, se añadieron 20 g de etanol a la mezcla de reacción y se eliminó el solvente bajo presión reducida. El residuo resultante se extrajo con 100ml de dietiléter. Después del lavado con agua, la capa de éter se secó sobre sulfato sódico anhidro y el solvente se eliminó para obtener 24,9 g del producto final, etil n-cloroacetil-2,6-dietilanilinoacetato.

5.  
10.

$n_D^{24}$ : 1,5228. - - - - -

Análisis elemental:

	C (%)	H (%)	N (%)	Cl (%)
Calculado para $C_{16}H_{22}NClO_3$ :	61,63	7,11	4,49	11,37
Hallado:	61,77	7,20	4,46	11,22

Los resultados obtenidos de una manera similar a la indicada anteriormente se muestran en la siguiente Tabla 2. - - - - -

15.

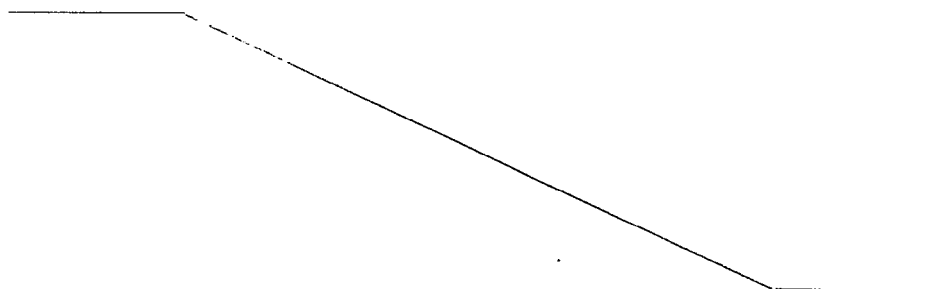
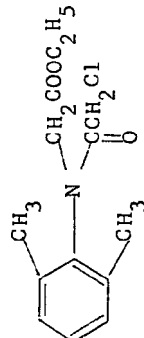
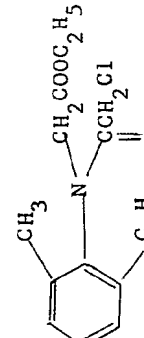
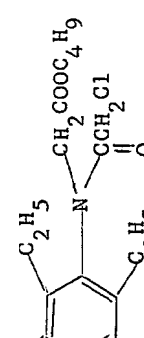


Tabla 2

Acido N-halogenoacilanilino graso o su derivado éster obtenido

Ej. No	Amida de ácido monohalógenoacético	Acido halógeno graso o su derivado ester	Estructura química	Constante física	Rendimiento (%)	C (%)	H (%)	N (%)	Cl (%)
11	N-(2,6-dimetilfenil)monocloroacetamida	Etil monocloroacetato		$n_D^{23}$ 1,3645 pe 0,35 134-137°C	78	Calcdo.: 59,26 Hallado: 59,41	6,39	4,94	12,50
12	N-(2-metil-6-etilfenil)monocloroacetamida	Etil monobromoacetato		$n_D^{22}$ 1,5274 pe 0,7 160-164°C	69	Calcdo.: 60,50 Hallado: 60,54	6,77	4,70	16,12
13	N-(2,6-dietilfenil)monocloroacetamida	Butil monocloroacetato		$n_D^{23,5}$ 1,5176	86	Calcdo.: 63,61 Hallado: 63,59	7,71	4,12	10,43



406885



Ejemplo 14

Se disolvieron 24,7 g de alil 2,6-dietilanilinoacetato y 11,3 g de cloruro de ácido monocloroacético en 100 ml de benceno; entonces se añadieron gota a gota 11,0 g de tritilamina con agitación, manteniendo la temperatura de reacción a 10-20°C y, después, la agitación prosiguió durante otras 2 horas a temperatura ambiente. La solución de reacción se lavó sucesivamente con solución acuosa de hidróxido sódico al 5%, solución acuosa de ácido clorhídrico al 5% y agua. Entonces, se secó la capa de benceno sobre sulfato sódico anhidro. Después, se eliminó el benceno bajo presión reducida para obtener el producto final, alil N-cloroacetil-2,6-dietilanilinoacetato.  $n_D^{21,5}$ : 1,5288. - - - - -

Análisis elemental:

	C (%)	H (%)	N (%)	Cl (%)
Calculado para $C_{17}H_{22}NClO_3$ :	63,05	6,85	4,33	10,95
Hallado:	63,09	6,85	4,19	10,88

Los resultados obtenidos de manera similar a la indicada anteriormente se muestran en la siguiente Tabla 3. - - - - -

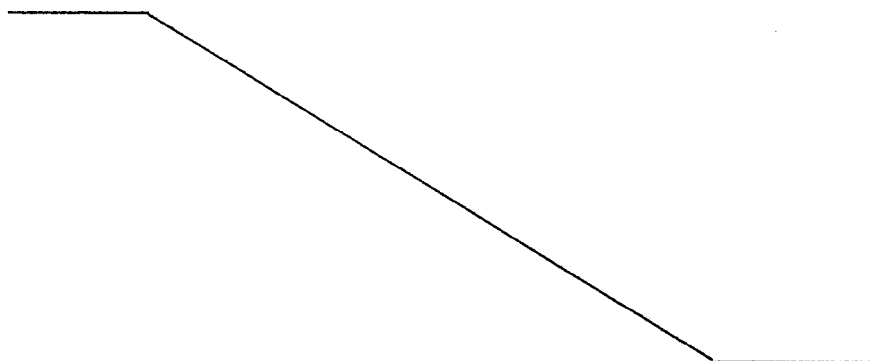


Tabla 3

Ester de ácido N-halogenoacilanilino graso obtenido

Haluro de ácido halógeno graso utilizado

Ej. Ester de ácido anilino No graso utilizado

Estructura química

Constante física

Rendimiento (%)

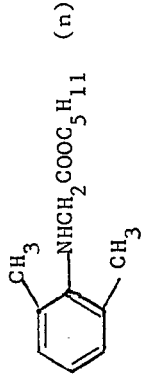
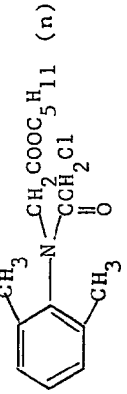
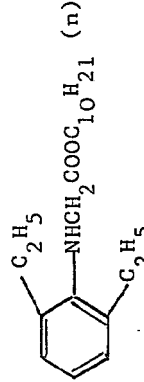
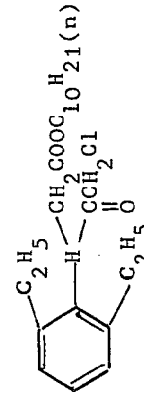
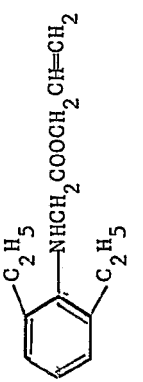
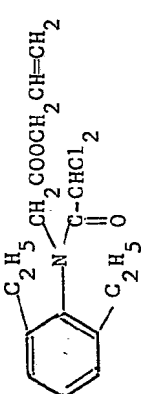
Análisis elemental

C (%)

H (%)

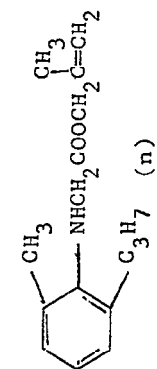
N (%)

Cl (%)

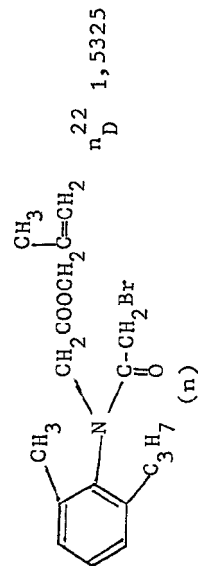
15		$\text{ClCH}_2\text{COCl}$		$n_D^{24} 1,5263$	86	Calcd.: 62,67 Hallado: 62,54	7,42	4,30	10,88				
16		$\text{ClCH}_2\text{COBr}$		$n_D^{23} 1,5297$	71	Calcd.: 67,98 Hallado: 68,05	9,03	3,30	8,36				
17		$\text{Cl}_2\text{CHCOCl}$		$n_D^{23} 1,5376$	82	Calcd.: 56,99 Hallado: 57,18	5,91	3,91	19,75				



18



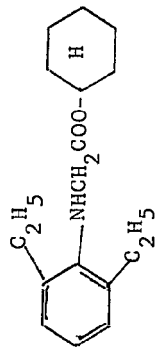
$\text{BrCH}_2\text{COCl}$



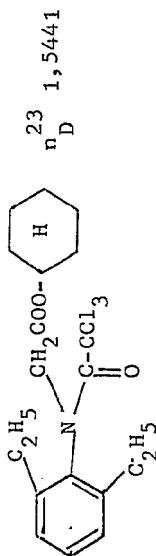
77

Calcd.: 6,33 3,66 (Br)  
 56,55 20,90  
 Hallado: 6,30 3,87  
 56,72 21,11

19



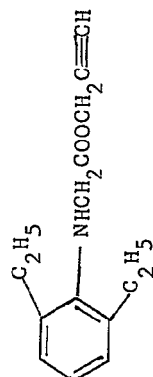
$\text{Cl}_3\text{CCOCl}$



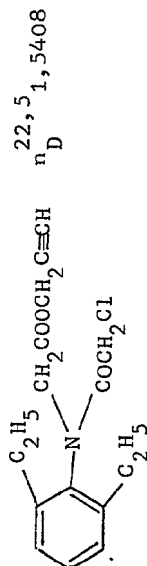
65

Calcd.: 6,03 3,22  
 55,25 24,46  
 Hallado: 55,34 3,24  
 6,16 24,53

20



$\text{ClCH}_2\text{COCl}$



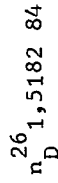
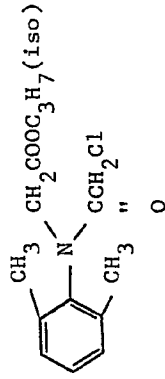
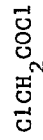
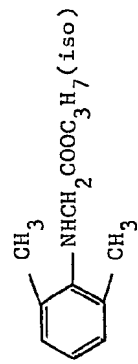
84

Calcd.: 6,26 4,35  
 63,45 11,02  
 Hallado: 6,48 4,17  
 63,52 10,94

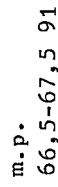
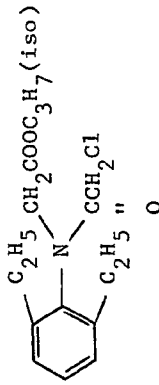
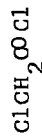
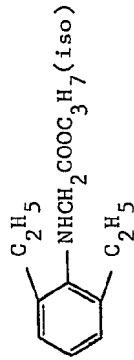
- 21 -

406885

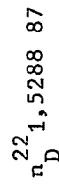
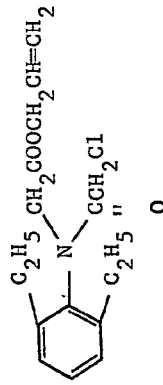
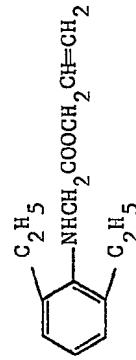




Calcd.  
60,50 6,77 4,70 11,91  
Found  
60,61 6,84 4,61 12,23



Calcd.  
62,67 7,42 4,30 10,88  
Found  
62,79 7,50 4,37 10,95



Calcd.  
63,05 6,85 4,33 10,95  
Found  
63,09 6,35 4,19 10,88



406885<sup>14</sup>



Ejemplo 1 de Ensayo

Se sembraron Echinochloa crusgalli y Digitaria sanguinalis, como representantes de malezas de hoja estrecha, y rábano y Amaranthus retroflexus, como representantes de plantas de hoja ancha, individualmente en una maceta no vitrificada de un diámetro de 12 cm y, después de cubrirlas con la tierra, se trataron con los productos químicos. Después de ello, estas plantas se dispusieron en un invernadero y se observó el efecto herbicida 20 días después del tratamiento. Los resultados se muestran en la Tabla 4. La estimación del efecto herbicida se expresa por medio de números que van desde el cero (no se observaron daños) a 5 (se observó la muerte de todas las plantas). Todo los compuestos se utilizaron en forma de polvo humectable disuelto en agua.

Tabla 4

Compuesto	Cantidad aplicada (g/10a)	Efecto herbicida			
		Echinochloa crusgalli	Digitaria sanguinalis	Amaranthus retroflexus	Rábano
Ester etílico de ácido	125	5	5	5	0
N-cloroacetil-2,6-dietil-anilinoacético	63	5	5	4	0
	32	5	5	2	0
	16	5	4	1	0
Etil N-cloroacetil-2-metil-6-n-propil-anilinoacetato	125	5	5	5	0
	63	5	5	3	0
	32	5	5	1	0
2-Cloro-2',6'-dietilacetaniluro <sup>x</sup>	125	5	4	2	0
	63	4	4	0	0
	32	1	1	0	0

406885



n-Amil N-cloro - acetil-2,6-dimetilani- lino-acetato	125 63 32	5 5 4	5 5 5	5 3 1	0 0 0
Alil N-dicloroacetil- 2,6-dietilanilino- acetato	125 63 32	5 5 5	5 5 5	5 4 2	0 0 0
2-Cloro-2',6'-dietil- acetaniluro <sup>x</sup>	125 63 32	5 4 1	4 4 1	2 0 0	0 0 0
Isopropil N-cloro- acetil-2,6-dimetil- anilinoacetato	125 63 32	5 5 5	5 5 5	5 4 3	0 0 0
Isopropil N-cloro- acetil-2,6-dietil- anilinoacetato	125 63 32	5 5 5	5 5 5	5 4 3	0 0 0
Alil-N-cloroacetil- 2,6-dietil-anilino- acetato	125 63 32	5 5 5	5 5 5	5 5 4	0 0 0

<sup>x</sup> Compuesto de control

Ejemplo 2 de Ensayo

Se dispusieron 1,5 kg de tierra de arrozal en varias macetas del tipo Wagner, de 14 cm de diámetro, y las macetas se dispusieron en las condiciones de un arrozal. Después, se trasplantaron a la maceta

5. planteles de arroz en el período de la tercera hoja, sembrando además semillas de Echinochloa crusgalli, y el suelo anegado se trató con la cantidad prescrita de los productos químicos. El día 25 después del tratamiento con los productos químicos, se investigaron el efecto her- bicida y el grado de fitotoxicidad sobre las plantas trasplantadas o

10. sembradas descritas anteriormente y las malezas de hoja ancha crecidas

406885



SET, 1972

espontáneamente tales como Monochoria viaginales, Linderna pyxidaria, Rotala indica Koehne, etc. y maleza de espiga delgada ("slinder spikerush"). Los productos químicos habian sido aplicados en forma de una emulsión preparada según las mismas prescripciones que en el Ejemplo 2 descrito anteriormente. Los resultados se muestran en la Tabla 5. Las estimaciones del efecto herbicida y de la fitotoxicidad se expresaron por medio de números de 0-5 como sigue: - - - - -

	0	Acción sobre las plantas	Ninguna
	1	"	Ligera
10.	2	"	Pequeña
	3	"	Media
	4	"	Grande
	5	"	Muerte

Tabla 5

Ensayo de tratamiento de suelos anegados

Compuesto	Cantidad aplicada (g/10a)	Efecto herbicida			
		Fitotoxicidad para con el arroz	Echinocloa crusgalli	Malezas de hoja ancha	Maleza de espiga delgada
Etil N-cloro-	63	0	5	5	3
acetil-2,6-die-	32	0	5	5	2
tilanilinoacetato	16	0	5	4	0
	8	0	5	2	0
Etil N-cloroacetil-2-	63	0	5	5	3
metil-6-n-propilanilino-	32	0	5	5	2
acetato	16	0	5	3	0



406885

Butil N-cloroacetil-2,6-	63	0	5	5	4
dietilanilino-	32	0	5	5	3
acetato	16	0	5	4	0
2-Cloro-2,6-dietil-	63	0	5	3	0
acetaniluro*	32	0	4	0	0
	16	0	2	0	0
n-Amil N-cloroacetil-2,6-	63	0	5	5	3
dimetilanilino-	32	0	5	5	2
acetato	16	0	5	3	0
Alil N-dicloroacetil-	63	0	5	5	3
2,6-dietil-anilino-	32	0	5	5	3
acetato	16	0	5	4	1
2-Cloro-2',6'-	63	0	5	3	0
dietilacetaniluro*	32	0	4	0	0
	16	0	2	0	0
Isopropil N-cloro-	63	1	5	5	3
acetil-2,6-dimetil-	32	0	5	5	2
anilinoacetato	16	0	5	5	2
Isopropil N-cloro-	63	1	5	5	4
acetil-2,6-dietil-	32	0	5	5	3
anilinoacetato	16	0	5	5	2
Alil-N-cloroacetil-	63	1	5	5	4
2,6-dietil-anilino-	32	0	5	5	3
acetato	16	0	5	5	2

\*Compuesto de control.

N O T A

Se declaran de novedad y propiedad para España, sus territorios y plazas de soberanía, las siguientes: - - - - -

R E I V I N D I C A C I O N E S

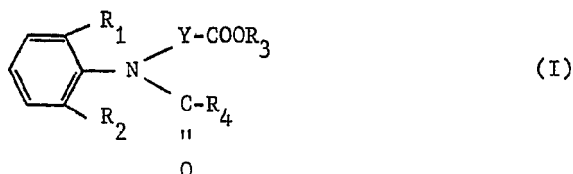
5.

1.- Procedimiento para producir ácidos N-halogenoacilanilino

406885

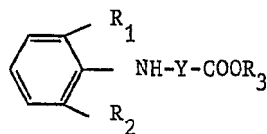


grasos y sus derivados éster, de la fórmula general: - - - - -



en la cual  $R_1$  y  $R_2$  representan cada una un grupo alquilo inferior,  $R_3$  representa un átomo de hidrógeno, un grupo alquilo, alqueno inferior o alquínulo inferior,  $R_4$  representa un grupo alquilo inferior sustituido por de 1 a 4 átomos de halógeno e Y representa un grupo alquileo inferior, caracterizado porque comprende hacer reaccionar un ácido anilino graso o su derivado éster representados por la fórmula general:

5.



en la cual  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$  e Y son como se ha definido anteriormente, con un haluro de ácido halógeno graso representado por la fórmula general: - -



10.

en la cual  $R_4$  es como se ha definido anteriormente y X representa halógeno, en presencia de un agente apropiado de deshidrohalogenación para obtener el ácido N-halogenoacilanilino graso o su derivado éster representados por la fórmula (I). - - - - -

2.- "PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR ACIDOS N-HALOGENOACILANILINO

406885 14 SET



GRASOS Y SUS DERIVADOS ESTER". -----

Todo ello conforme se describe y reivindica en la presente memoria que consta de veintiocho hojas foliadas y mecanografiadas por una sola de sus caras.

BARCELONA, 14 SET. 1972

P.A. M. CURELL SUÑOL

mcm.