

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

10 ES

11

21

22

NUMERO
466.960
FECHA DE PRESENTACION
14-2-78

10 AI

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07C ; A01N	

54 TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UNA COMPOSICION HERBICIDA A BASE DE ACETANILIDAS.

71 SOLICITANTE (S)
BASF AKTIENGESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
6700 Ludwigshafen, República Federal Alemana.

72 INVENTOR (ES)
Dr. KARL EICKEN., Dr. WOLFGANG ROHR., Dr. BERND ZEEH., Dr. BRUNO WUERZER

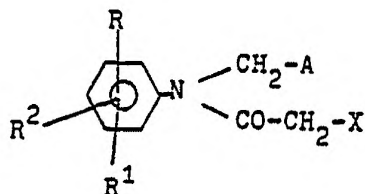
73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
D. JOSE MIGUEL GOMEZ-ACEBO Y POMBO.

La presente invención se refiere a nuevas y valiosas acetanilidas, un procedimiento para la obtención de las mismas, herbicidas conteniendo estos compuestos, así como un procedimiento para combatir el crecimiento de plantas indeseadas con estos compuestos.

En la literatura se describen acetanilidas halogenadas con propiedades herbicidas y reguladores de crecimiento, siendo especialmente importantes las sustancias activas, tales como la 2-cloro-N-isopropil-acetanilida (memoria de patente alemana 10 14 380) y la 2-cloro-2',6'-diethyl-N-metoximetilacetanilida (memoria de patente estadounidense 3 547 620). Además, se describen acetanilidas halogenadas con sustituyentes heterocíclicos, p. ej. compuestos que llevan un grupo 1,3-dioxolan-2-il-metilo en el átomo de nitrógeno (publicación de solicitud de patente alemana DOS 24 05 510). De los ejemplos de eficiencia descritos en las publicaciones citadas se desprende que el efecto de los compuestos mencionados en ellas está limitado a pocas especies de gramíneas que generalmente son fáciles de combatir con acetanilidas halogenadas. Además, las dosis relativamente elevadas que se recomiendan para algunas de estas sustancias activas indican una actividad reducida.

Se ha encontrado que tienen un efecto herbicida sorprendentemente fuerte y al mismo tiempo selectivo, las acetanilidas de la fórmula I



I,

en la cual

R significa hidrógeno, alquilo con hasta 5 átomos de carbono o alcoxi con hasta 5 átomos de carbono,

R¹ es hidrógeno, halógeno, alquilo con hasta 5 átomos de carbono, alcoxi con hasta 5 átomos de carbono, perhalógenoalquilo con hasta 4 átomos de carbono ó 1-alcoxialquilo con hasta 5 átomos de carbono,

R² significa hidrógeno, halógeno, alquilo con hasta 5 átomos de carbono, alcoxi con hasta 5 átomos de carbono, perhalógenoalquilo con hasta 4 átomos de carbono o alcoxialquilo con hasta 5 átomos de carbono o forma junto con R una cadena de alquileo con hasta 6 átomos de carbono unida en la posición orto que en caso dado está sustituida por grupos alquilo con hasta 4 átomos de carbono,

X es cloro, bromo o yodo y

A representa un azol unido por via de un átomo de nitrógeno anular que puede estar mono o polisustituido por halogeno, radicales fenilo, alquilo, alcoxi, alquiltio o perfluoroalquilo con hasta 4 átomos de carbono respectivamente, ciano, carboxi, radicales carbalcoxi con hasta 4 átomos de carbono en el grupo alcoxi o radicales alcanolio con hasta 4 átomos de carbono, pudiendo A

también significar sales de los azoles conteniendo 2 ó 3 átomos de nitrógeno.

5 En vista del estado de la técnica resultó sorprendente que las acetanilidas heterocíclicamente sustituidas de la invención tuviesen un efecto tan intensivo frente a un amplio espectro de plantas indeseadas. Las nuevas sustancias activas son apropiadas, según el uso proyectado, para combatir totalmente el crecimiento de plantas indeseadas, eliminar selectivamente las plantas indeseadas de las especies herbáceas y leñosas en determinados cultivos de plantas
10 útiles, o para regular el crecimiento por inhibición de cultivos.

Los compuestos de la invención que corresponden a la fórmula I en las cuales R y R¹ son sustituyentes en la posición 2 ó 6 en el núcleo
15 de fenilo y significan en cada caso alquilo con hasta 5 átomos de carbono, poseen una selectividad particularmente marcada entre plantas indeseadas y plantas útiles aun cuando se aplican en pequeñas cantidades.

20 Los símbolos R, R¹, R², X y A en la fórmula I pueden significar:

R: hidrógeno, alquilo con hasta 5 átomos de carbono, tales como metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, sec-butilo, i-butilo, terc.-butilo, radicales perilo normales o ramificados, alcoxi con hasta 5 átomos de carbono, tales como metoxi, etoxi,
25 propoxi, butoxi, pentiloxi;

5 R^1 : hidrógeno, halógeno, como flúor, cloro, bromo o yodo, alquilo con hasta 5 átomos de carbono, tales como metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, sec.-butilo, i-butilo, terc.-butilo, radicales pentilo normales y ramificados, alcoxi con hasta 5 átomos de carbono, tales como metoxi, etoxi, propoxi, butoxi, pentiloxi, perhalógenoalquilo con hasta 4 átomos de carbono, tales como trifluorometilo, triclorometilo, pentafluoroetilo, heptafluoroisopropilo, alcoxialquilo con hasta 5 átomos de carbono, tales como metoximetilo, etoximetilo;

10

15 R^2 : hidrógeno, halógeno, tal como flúor, cloro, bromo o yodo, alquilo con 5 átomos de carbono, tales como metilo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, sec.-butilo, i-butilo, terc.-butilo, radicales pentilo normales y ramificados, alcoxi con hasta 5 átomos de carbono, tales como metoxi, etoxi, propoxi, butoxi, pentiloxi, perhalógenoalquílino con hasta 4 átomos de carbono, tales como trifluorometilo, triclorometilo, pentafluoroetilo, heptafluoroisopropilo, alcoxialquilo con hasta 5 átomos de carbono, tales como metoximetilo, etoximetilo;

20

25 R^2 junto con R^1 : una cadena de alquílino con hasta 6 átomos de de carbono enlazada en la posición orto, en caso dado sustituida por alquilo con hasta 4 átomos de carbono, como por ejemplo etileno, tri-metileno, tetrametileno, 1-metil-trimetileno, 1,1-dimetil-trimetileno, 1,1-dimetil-tetrametileno;

X: cloro, bromo o yodo, preferiblemente cloro;

A: un azol unido por vía de un átomo de nitrógeno anular, como pirrol, pirazol, 1,2,4-triazol, 1,2,3-triazol, tetrazol que puede estar mono o polisustituido por halógeno, radicales

5 fenilo, radicales alquilo, alcoxi, alquiltio o perfluoroalquilo con cada vez hasta 4 átomos de carbono, radicales ciano, carboxi, carbalcoxi con hasta 4 átomos de carbono en el grupo alcoxi o alcanilo con hasta 4 átomos de carbono; tales como 2,6-dimetilpirrol, tetrametilpirrol, 3(5)-metilpiperazol, 10 4-metilpirazol, 3(5)-etilpirazol, 4-etilpirazol, 3(5)-isopropilpirazol, 4-isopropilpirazol, 3,5-dimetilpirazol, 3,5-dimetil-4-acetilpirazol, 3,5-dimetil-4-propionilpirazol, 3,4,5-trimetilpirazol, 3(5)-fenilpirazol, 4-fenilpirazol, 3,5-difenilpirazol, 3(5)-fenil-5(3)-metilpirazol, 3(5)-cloropirazol, 4- 15 cloropirazol, 4-bromopirazol, 4-yodopirazol, 3,4,5-tricloropirazol, 3,4,5-tribromopirazol, 3,5-dimetil-4-cloropirazol, 3,5-dimetil-4-bromopirazol, 4-cloro-3(5)-metilpirazol, 4-bromo-3(5)-metilpirazol, 4-metil-3,5-dicloropirazol, 3(5)-metil-4,5(3)-dicloropirazol, 3(5)-cloro-5(3)-metilpirazol, 4-metoxipirazol, 20 3(5)-metil-5(3)-metoxipirazol, 3(5)-etoxi-4,5(3)-dimetilpirazol, 3(5)-metil-5(3)-trifluorometilpirazol, 3,5-bistrifluorometilpirazol, 3(5)-metil-5(3)-carbetoxipirazol, 3,5-biscarbetoxipirazol, 3,4,5-triscarbetoxipirazol, 3(5)-metil-5(3)-metiltio-4-carbetoxipirazol, 4-metil-3,5-bis-carbetoxipirazol, 4-ciano- 25 pirazol, 4-metoxi-3,5-dicloropirazol, 3(5)-metil-1,2,4-triazol,

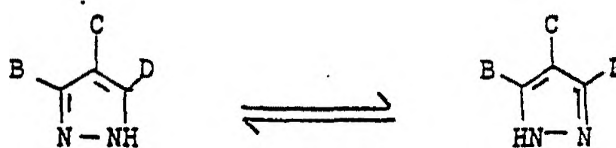
3,5-dimetil-1,2,4-triazol, 3(5)-cloro-1,2,4-triazol, 3(5)-
bromo-1,2,4-triazol, 3(5)-cloro-5(3)-metil-1,2,4-triazol,
3,5-dicloro-1,2,4-triazol, 3,5-dibromo-1,2,4-triazol, 3(5)-
cloro-5(3)-ciano-1,2,4-triazol, 3(5)-cloro-5(3)-fenil-1,2,4-
5 triazol, 3(5)-cloro-5(3)-carbometoxi-1,2,4-triazol, 3(5)-metil-
tio-1,2,4-triazol, 4(5)-metil-1,2,3-triazol, 4,5-dimetil-1,2,3-
triazol, 4(5)-fenil-1,2,3-triazol, 4(5)-cloro-1,2,3-triazol, etil-
éster 1,2,3-triazol-4(5)-il-carboxílico, dimetiléster 1,2,3-
triazol-4,5-il-dicarboxílico, 5-metiltetrazol, 5-clorotetrazol, et-
10 iléster tetrazolil-5-carboxílico.

Cuando el azol sustituido o insustituido contiene 2 ó 3 átomos
de nitrógeno, el radical A también puede estar unido en forma de
sal a uno de los ácidos orgánicos o inorgánicos, fuertes, con-
15 vencionales, tales como el ácido clorhídrico, ácido bromhídrico,
ácido nítrico, ácido sulfúrico, ácido tetrafluorobórico, ácido
fluorosulfónico, ácido fórmico, un ácido carboxílico halogenado,
p. ej. ácido tricloroacético, un ácido alcanosulfónico, p. ej. ácido
metanosulfónico, un ácido alcanosulfónico, p. ej. ácido trifluoro-
20 metanosulfónico, ácido perfluorohexanosulfónico, un ácido aril-
sulfónico, p. ej. ácido dodecibencenosulfónico.

En determinados azoles que están sustituidos asimétricamente,
tales como pirazol, 1,2,3-triazol, 1,2,4-triazol, se presentan dos
25 isómeros debido a la estructura tautomérica de las sustancias de

partida como puede ilustrarse a base del pirazol:

5



10

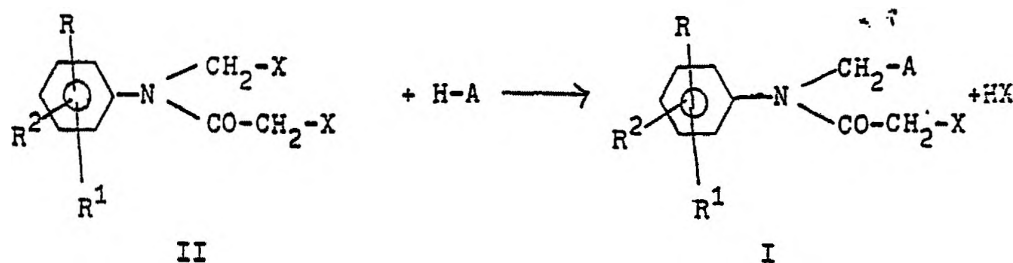
Por lo tanto, en tales casos se presentan dos isómeros en la fórmula I, cuya relación isómera viene determinada esencialmente por la clase de los radicales B, C y D y que puede tener importancia para las cualidades herbicidas.

Las nuevas acetanilidas de la fórmula I se pueden preparar según los siguientes procedimientos:

15

Las acetanilidas de la fórmula I se obtienen haciendo reaccionar 2-halógeno-N-halógenometil-acetanilidas de la fórmula II con un H-azol de la fórmula H-A según la siguiente ecuación:

20



25

Los sustituyentes R, R¹, R² y X tienen el significado arriba indicado y A representa un azol unido por un átomo de nitrógeno

anular que puede estar mono o polisustituido por halógeno, radicales fenilo, radicales alquilo, alcoxi, alquiltio o perfluoroalquilo con en cada caso hasta 4 átomos de carbono, ciano, carboxi, radicales carbalcoxi con hasta 4 átomos de carbono en el grupo alcoxi, o radicales alcanilo con hasta 4 átomos de carbono.

Algunas de las 2-halógeno-N-halógenometilacetanilidas de la fórmula II se conocen de la publicación de solicitud de patente alemana DAS 15 42 950; otras pueden prepararse análogamente, haciendo reaccionar las azometinas correspondientes con un halógenoacetilhaluro.

El 1 H-azol se empleará, convenientemente, en una cantidad al menos molar, referido a la 2-halógeno-N-halógenometil-acetanilida.

El hidrácido halogenado liberado durante la reacción, convenientemente, se fijará mediante un vehículo apropiado, como p. ej. bases orgánicas, tales como aminas terciarias o bases inorgánicas, tales como carbonatos o bicarbonatos alcalinos o alcalinotérreos. El vehículo del hidrácido halogenado se adicionará en una cantidad al menos molar, referido al 1 H-azol empleado.

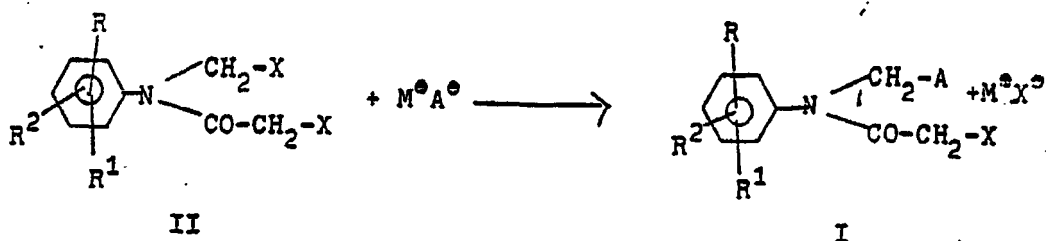
Es conveniente realizar la reacción en un disolvente inerte frente a las 2-halógeno-N-halógenometil-acetanilidas. Son apropiados: los hidrocarburos, como p. ej. petroléter, ligroína, ciclohexano, tolueno, xileno; los éteres, como p. ej. éter dietílico, diisopro-

pílico, dimetoxietano, tetrahidrofurano, dioxano, anisol; los
hidrocarburos halogenados como p. ej. diclorometano, cloroformo,
1,2-dicloroetano, tetracloruro de carbono, clorobenceno; las cetonas
como p. ej. acetona, metiletilcetona; los ésteres como p. ej. acetato,
5 butilacetato; las sulfonas como p. ej. sulfóxido de dimetilo, 1,1-
dióxido de tetrahidrotiofeno. También se pueden emplear mezclas de
estos disolventes.

La reacción se puede llevar a cabo a temperaturas a partir de
10 0°C y superiores. Para acelerar la reacción es conveniente trabajar
al punto de ebullición del disolvente o de la mezcla de disolvente,
pero no por encima de 200°C. Preferiblemente se trabajará a una
temperatura de entre 50 y 150°C. Terminada la reacción se filtra
por succión y el producto se aísla del filtrado, en caso dado des-
15 pués de lavarlo, según uno de los métodos convencionales. Empleando
un disolvente miscible con agua, es ventajoso en la mayoría de los
casos eliminarlo después de la filtración por evaporación y de re-
emplazarlo por uno que no es miscible con agua.

20 Además, las nuevas acetanilidas de la fórmula I se pueden preparar
haciendo reaccionar las 2-halógeno-N-halógenometil-acetanilidas
de la fórmula II con una sal del azol de la fórmula M⁺A⁻ según
la siguiente ecuación:

25



5

Los sustituyentes R, R¹, R² y X tienen el significado arriba indicado, M⁺ es un ión de plata, un ión de metal alcalino o un equivalente de metal alcalinotérreo y A representa un azol¹ unido por vía de un átomo de nitrógeno anular que puede estar mono o polisustituido por halógeno, radicales fenilo, radicales alquilo, alcoxi, alquiltio o perfluoroalquilo con cada vez hasta 4 átomos de carbono, ciano, carboxi, radicales carbalcoxi con hasta 4 átomos de carbono en el grupo alcoxi, o radicales alcanilo con hasta 4 átomos de carbono.

15

Los azoles M⁺A⁻ alcalinos, alcalinotérreos o de plata se obtienen en forma conocida por reacción del 1 H-azol H-A con metales alcalinos o bases fuertes, tales como hidróxido alcalino, alcoholato, amida o hidruro alcalino, o hidróxido de plata, librándose hidrógeno, alcohol o amoníaco.

20

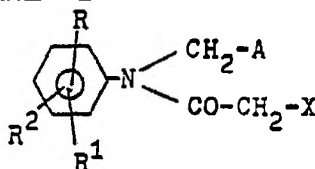
Preferentemente se hacen reaccionar las sales M⁺A⁻ con las 2-halógeno-N-halógenometil-acetanilid² de la fórmula II en presencia de disolventes polares, apróticos, tales como nitrilos, p. ej. acetonitrilo, amidas, p. ej. dimetilformamida, poliéteres p. ej.

25

dietilenglicol-dimetiléter, trietilenglicol-dimetiléter, sulfonas p. ej. 1,1-dióxido de tetrahidrotiofeno, sulfóxidos p. ej. sulfóxido de dimetilo, cetonas p. ej. acetona, metiletilcetona, diisopropilcetona, a temperaturas de entre -30 y 50°C, preferiblemente a temperatura ambiente. Las sustancias de partida se emplearán, convenientemente en una relación equimolar. Los productos de reacción se aislan en forma convencional, pudiéndose separar anteriormente las sales $M^{\oplus}X^{\ominus}$ inorgánicas formadas y sustituir el disolvente inorgánico, aprótico por uno que no es miscible con agua.

10

Las acetanilidas de la fórmula I

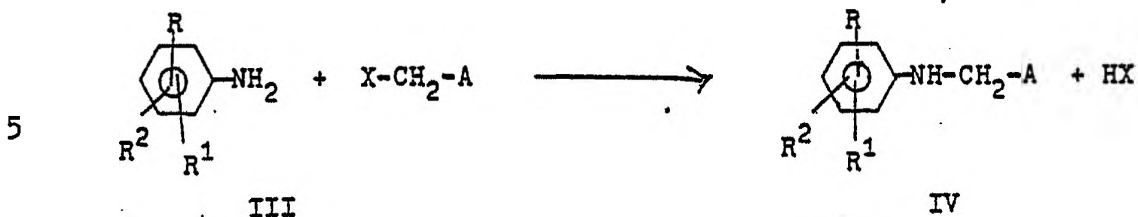


15 en la cual R , R^1 , R^2 y X tienen los significados arriba indicados y A representa un azol unido por vía de un átomo de nitrógeno anular que puede estar mono o polisustituido por halógeno, radicales fenilo, radicales alquilo, alcoxi, alquiltio o perfluoroalquilo con cada vez hasta 4 átomos de carbono, ciano, carboxi, radicales carbalcoxi con hasta 4 átomos de carbono en el grupo alcoxi,

20 o radicales alcanilo con hasta 4 átomos de carbono se pueden obtener haciendo reaccionar anilinas sustituidas de la fórmula III con un hidrohaluro, preferiblemente hidrocioruro, de un halógeno-

25 metilazol de la fórmula $X-CH_2-A$ dando una anilina secundaria de la fórmula IV, y transformando esta anilina secundaria en un

haluro de halógenoacetilo de la fórmula $X-CO-CH_2-X$ según la siguiente ecuación:



10 Como halógenometilazoles se prefieren los clorometilazoles. El hidrocioruro de clorometilpirazol y su obtención se conoce de J. Chem. Soc. 1960, 5272-3. Otros clorometilazoles se pueden preparar análogamente.

15 Cuando los clorometilazoles están sustituidos asimétricamente y el azol es un pirazol, 1,2,3-triazol ó 1,2,4-triazol se presentan dos isómeros debido a las estructuras tautoméricas:

20 Ambas etapas procesuales requieren la presencia de un vehículo para el hidrácido halogenado, pudiéndose emplear en la primera etapa una amina orgánica terciaria, tal como trietilamina, ^{di}etilisopropilamina, diazobiciclo-[2,2,2]-octano, dietilciclohexilamina, piridina, alquilpiridina, o una base orgánica, tales como carbonatos o bicarbonatos de metal alcalino o alcalinotérreo

25 o una anilina sustituida de la fórmula III, y en la segunda etapa

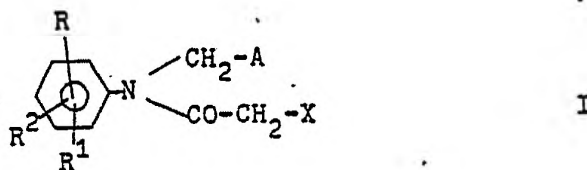
solamente las bases antes mencionadas y no la anilina sustituida.

5 Ambas reacciones se realizarán ventajosamente en un disolvente aprótico, polar, tal como nitrilos p. ej. acetonitrilo, amidas p. ej. dimetilformamida, poliéteres p. ej. dietilenglicoldimetiléter, trietilenglicoldimetiléter, sulfonas p. ej. 1,1-dióxido de tetrahidrotiofeno, sulfóxidos p. ej. sulfóxido de dimetilo, cetonas p. ej. acetona, metiletilcetona, diisopropilcetona.

10 La transformación en la anilina secundaria de la fórmula IV se realiza a temperaturas de entre 20 y 150°C, la reacción ulterior con el haluro de halógenoacetilo se efectúa a temperaturas de entre -20 y +100°C.

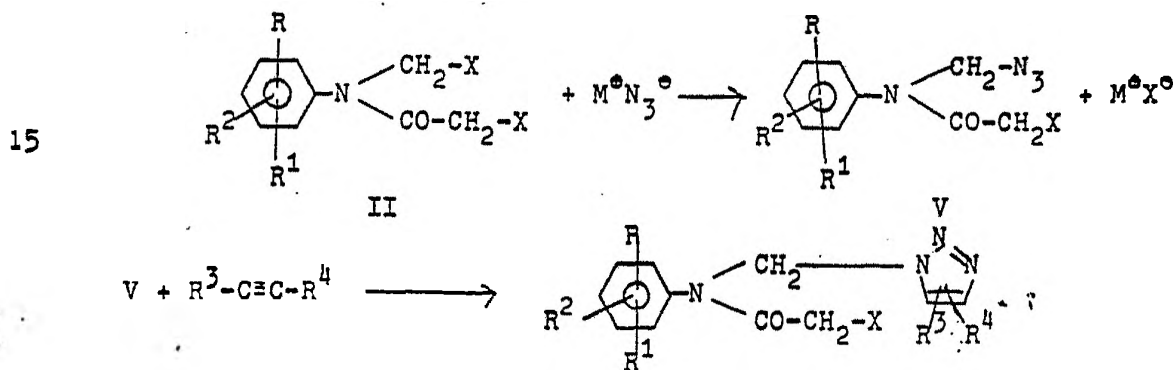
15 Las sustancias de partida se emplearán en cada caso en una relación equimolar. En caso dado, la anilina secundaria de la fórmula IV se puede hacer reaccionar con el haluro de halógenoacetilo sin aislamiento previo.

20 Además, las acetanilidas de la fórmula I



25 en la cual R, R¹, R² y X tienen los significados arriba indicados y

A representa un azol unido por via de un átomo de nitrógeno anular que puede estar mono o polisustituido por halógeno, radicales fenilo, radicales alquilo, alcoxi, alquiltio o perfluoroalquilo con cada vez hasta 4 átomos de carbono, ciano, carboxi, radicales carbalcoxi con hasta 4 átomos de carbono en el grupo alcoxi, o radicales alcanilo con hasta 4 átomos de carbono se pueden preparar haciendo reaccionar 2-halógeno-N-halógenometilacetanilidas de la fórmula II con una azida alcalina y haciendo reaccionar la 2-halógeno-N-azidometil-acetanilida de la fórmula V con acetileno cuyos átomos de hidrógeno pueden estar sustituidos por los grupos que arriba se mencionan como sustituyentes en el radical triazolilo, a base de la siguiente ecuación:



Los radicales R, R¹, R² y X tienen los significados arriba indicados, M[⊕] es un ión de metal alcalino, R³ y R⁴ son iguales o diferentes y significan hidrógeno, radicales fenilo, alquilo con hasta 4 átomos de carbono, carboxi, radicales carbalcoxi con hasta 4 átomos de carbono en el grupo alcoxi o radicales alcanilo con hasta 4 átomos de carbono.

Las 2-halógeno-N-halógenometil-acetanilidas de la fórmula II se hacen reaccionar con cantidades al menos molares de azida alcalina, preferentemente azida sódica, en un disolvente polar, aprótico, a temperaturas de entre -30 y +50°C, preferiblemente a temperatura ambiente.

Como disolventes apróticos, polares entran en consideración especialmente las amidas terciarias, tales como dimetilformamida, N,N-dimetilacetamida, los nitrilos, tales como acetonitrilo, las sulfonas, tales como 1,1-dióxido de tetrahidrotiofeno, sulfóxido de dimetilo.

Convenientemente se transformará la 2-halógeno-N-azidometil-acetanilida de la fórmula V como producto bruto con cantidades al menos molares de acetileno o un derivado de acetileno en un disolvente inerte frente a los componentes de reacción, en un 2-halógeno-N-(1,2,3-triazol-1-il-metil)-acetanilida. Resulta conveniente eliminar la azida alcalina aún presente antes de la reacción lavando con agua.

La reacción con acetileno o derivados de acetileno se puede efectuar dependiendo de la reactividad de los componentes de reacción a temperaturas de entre 0 y 150°C, en caso dado bajo presión. Como disolventes entran en consideración los disolventes no polares, apróticos que son inertes frente a los componentes de

reacción, tales como hidrocarburos alifáticos y aromáticos clorados, por ejemplo diclorometano, tetracloruro de carbono, 1,2-dicloroetano, clorobencenos, éteres, p. ej. dietiléter, dioxano, tetrahidrofurano, anisol.

5

Las sales de las acetanilidas de la fórmula I, siendo A un azol con 2 ó 3 átomos de nitrógeno, de preferencia pirazol, 1,2,3-triazol ó 1,2,4-triazol, se pueden preparar en forma conocida de las acetanilidas de la fórmula I obtenidas según el procedimiento antes descrito, adicionando cantidades al menos molares de ácidos orgánicos o inorgánicos fuertes, tales como ácido clorhídrico, ácido bromhídrico, ácido nítrico, ácido sulfúrico, ácido tetrafluorobórico, ácido fluorosulfónico, ácido fórmico, ácidos carboxílicos halogenados, p. ej. ácido tricloroacético, ácido alcanosulfónico, p. ej. ácido metanosulfónico, ácido alcanosulfónico halogenado, p.ej. ácido trifluorometanosulfónico, ácido perfluorohexanosulfónico, ácidos arilsulfónicos, p.ej. ácido dodecilbenzenosulfónico.

10

15

20

Los siguientes ejemplos ilustran la obtención de las nuevas acetanilidas y sus sales. En los ejemplos las partes en peso son a partes en volumen como kilogramo a litro.

Ejemplo 1

25

16,5 partes en peso de 2-cloro-2',6'-dimetil-N-clorometilacetanilida, 9,3 partes en peso de 1,2,4-triazol se hierven en

60 partes en volumen de tetrahidrofurano seco durante 8 horas a reflujo. Después de enfriar se filtra por succión, se concentra el filtrado al vacío, se disuelve el residuo en 60 partes en volumen de cloroformo, se lava tres veces con cada vez 40 partes en volumen de agua y se seca en presencia de sulfato sódico. Después de evaporar el disolvente al vacío, se aislan 21,0 partes en peso de 2-cloro-2',6'-dimetil-N-(1,2,4-triazol-1-il-metil)-acetanilida del punto de fusión de 115-118°C, que recristalizado a partir de etanol posee un punto de fusión de 120°C.

10 $C_{13}H_{15}ClN_4O$ (PM 279)
calc.: C 56,0 H 5,4 N 20,1
encontr.: C 56,2 H 5,6 N 19,7

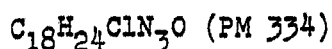
Ejemplo 2

15 43,9 partes en peso de 2-cloro-2',6'-dimetil-N-clorometil-acetanilida y 25,8 partes en peso de pirazol en 120 partes en volumen de tolueno se agitan 7 horas a 90°C. Después de enfriar se filtra por succión, se lava el filtrado tres veces con cada vez 50 partes en volumen de agua y se seca en presencia de sulfato sódico. Después de evaporar el disolvente se obtienen empastando el residuo con 50 partes en volumen de petroléter, unas 39,1 partes en peso de 2-cloro-2',6'-dimetil-N-(pirazol-1-il-metil)-acetanilida del p.f. 81°C.

25 $C_{14}H_{16}ClN_3O$ (PM 278)
calc.: C 60,5 H 5,8 N 15,1
encontr.: C 60,7 H 5,8 N 14,7

Ejemplo 3

68,5 partes en peso de 2-cloro-2',6'-dietil-N-clorometil-acet-
anilida y 50,4 partes en peso de 3,5-dimetilpirazol en 100 partes
en volumen de tolueno se agitan 8 horas a 90 hasta 95°C. Después
5 de enfriar a temperatura ambiente se filtra por succión, se lava
el filtrado 3 veces con cada vez 100 partes en volumen de agua y
se seca en presencia de sulfato sódico. Después de evaporar el di-
solvente al vacío se aislan empastando el residuo con 70 partes
en volumen de petroléter, unas 42,5 partes de 2-cloro-2',6'-di-
10 etil-N-(3,5-dimetil-pirazol-1-il-metil)-acetanilida del p.f. 107 -
109°C.



calc.:	C 64,8	H 7,2	N 12,6
encontr.:	C 64,6	H 7,2	N 12,5

15

Ejemplo 4

21,4 partes en peso de 2-cloro-2'-metil-6'-etil-N-clorometil-acet-
anilida y 20,2 partes en peso de 4-cloro-3,5-dimetilpirazol se
calientan en 100 partes en volumen de glicol^{di}metiléter durante
20 10 horas a reflujo. Después de enfriar a 0°C se filtra por succión,
el filtrado concentrado a 23,8 partes en peso se filtra a través
de 50 partes en peso de silicagel con 600 partes en volumen de
cloroformo. Del filtrado de cloroformo concentrado se aislan 20,4
partes en peso de 2-cloro-2'-metil-6'-etil-N-(4-cloro-3,5-dimetil-
25 pirazol-1-il-metil)-acetanilida en forma de aceite que al tritularlo

con 50 ml de petroléter cristaliza completamente (p.f. 66°C a partir de petroléter).

$C_{17}H_{21}Cl_2N_3O$ (PM 354)

	calc.:	C 57,6	H 6,0	N 11,9
5	encontr.:	C 57,8	H 6,0	N 11,5.

Ejemplo 5

28,5 partes en peso de 2-cloro-N-clorometil-2'-metil-6'-etil-acet-anilida y 17,4 partes en peso de 3(5)-metil-1,2,4-triazol se calien-
 10 tan en 150 partes en volumen de tetrahidrofurano durante 6 horas a reflujo. Después de enfriar a 0°C se filtra por succión, se concentra el filtrado al vacío y se tritura bien con 200 partes de agua, se filtra por succión y se seca. Se obtienen 20,5 partes en peso de
 15 2-cloro-2'-metil-6'-etil-N-(3(5)-metil-1,2,4-triazol-1-il-metil)-acetanilida en forma de polvo cristalino de p.f. 89 - 91°C que al recrystalizarlo a partir de tolueno/petroléter (3/1) funde a 90 - 93°C y presenta una relación isómera 3(5) en el triazol de 3:1.

$C_{15}H_{19}ClN_4O$ (PM 306,5)

	calc.:	C 58,7	H 6,2	N 18,3
20	encontr.:	C 58,8	H 6,3	N 17,9.

Ejemplo 6

3,5 partes en peso de 1,2,4-triazol se disuelven en 8,8 partes en peso de solución de metilato sódico al 30% y se concentran
 25 al vacío hasta sequía. El residuo cristalino se introduce a .

temperatura ambiente y bajo agitación en porciones en una solución de 13,0 partes en peso de 2-cloro-2'-metil-6'-etil-N₇-clorometil-acetanilida en 80 partes en volumen de acetonitrilo seco. Al cabo de 24 horas se filtra de las partes no disueltas y se concentra al vacío. Del residuo se aíslan filtrando con 300 partes en volumen de cloroformo a través de 60 partes en peso de silicagel, y evaporando el eluyente, unas 8,0 partes en peso de 2-cloro-2'-metil-6'-etil-N-(1,2,4-triazol-1-il-metil)-acetanilida del p.f. 84°C.

10 $C_{14}H_{17}ClN_4O$ (PM 293)
calc.: C 57,4 H 5,9 N 19,1
encontr.: C 57,9 H 6,0 N 18,6.

Ejemplo 7

15 En una solución de 26,1 partes en peso de 2-cloro-2'-metil-6'-etil-N-clorometil-acetanilida en 100 partes de dimetilformamida seca se introduce a 25-30°C bajo agitación 6,5 partes de azida sódica en porciones y se continúa agitando por 2 horas. Después de adicionar 200 partes en volumen de agua se separa la fase orgánica, se absorbe en 200 partes en volumen de cloruro metilénico, se lava tres veces con cada vez 50 partes en volumen de agua y se seca en presencia de sulfato sódico. Después de filtrar se adicionan gota a gota 14,2 partes en volumen de dimetiléster de ácido acetilendicarboxílico por lo que sube la temperatura a 30°C. Al cabo de 2 horas se concentra al vacío. Del residuo se obtienen después

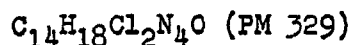
20

25

de triturar con metanol 21,5 partes en peso de 2-cloro-2'-metil-6'-etil-N-(4,5-biscarbometoxi-1,2,3-triazol-1-il-metil)-acetanilida del punto de fusión de 103-105°C.

5 Ejemplo 8

10,0 partes en peso de 2-cloro-2'-metil-6'-etil-N-(1,2,4-triazol-1-il)-metil-acetanilida se disuelven en 50 partes en volumen de una mezcla de diclorometano seco y éter (1:1). Luego se introduce gas clorhídrico seco durante 15 minutos bajo enfriamiento y se agregan otras 55 partes en volumen de éter seco. Los cristales precipitados se filtran por succión; se obtienen 7,5 partes en peso de hidrocloruro de 2-cloro-2'-metil-6'-etil-N-(1,2,4-triazol-1-il-metil)-acetanilida de p.f. 148°C.

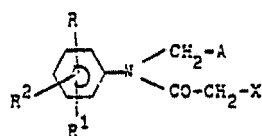


15	calc.:	C 51,1	H 5,5	N 17,0
	encontr.:	C 51,4	H 5,6	N 17,0.


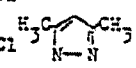
Los siguientes compuestos se obtienen en forma análoga:

20

25

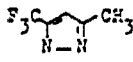

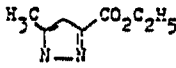
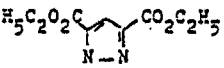
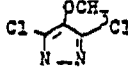
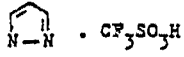





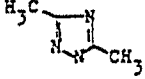

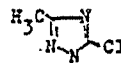
No.	R	R ¹	R ²	X	A	p.f. (°C)
1	H	H	H	Cl		93
2	2-CH ₃	H	H	Cl	"	aceite
3	2-C ₂ H ₅	H	H	Cl	"	aceite
4	2-CH(CH ₃) ₂	H	H	Cl	"	54
5	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl	"	81
6	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Br	"	
7	2-C ₂ H ₅	6-CH ₃	H	Cl	"	55
8	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	58
9	6-CH ₃	2-CH(CH ₃) ₂	H	Cl	"	91
10	6-CH ₃	2-C(CH ₃) ₃	H	Cl	"	
11	2-CH(CH ₃) ₂	6-CH(CH ₃) ₂	H	Cl	"	132
12	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Br	"	
13	2-CH ₃	6-CH ₃	4-CH ₃	Cl	"	92
14	2-CH ₃	6-CH ₃	3-CH ₃	Cl	"	84
15	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	4-CH ₃	Cl	"	
16	5-CH ₃	4-CH ₃	2-CH ₃	Cl	"	
17	H	2-CH ₃	3-CH ₃	Cl	"	102
18	H	2-CH ₃	4-CH ₃	Cl	"	aceite
19	H	2-CH ₃	5-CH ₃	Cl	"	aceite
20	H	2-CH ₃	4-CH ₃ O	Cl	"	100
21	6-CH ₃	3-CH ₃	4-CH ₃ O	Cl	"	
22	2-CH ₃	3-CH ₃	4-CH ₃ O	Cl	"	aceite
23	H	2-CH ₃	4-Cl	Cl	"	
24	2-CH ₃	H	5-Cl	Cl	"	aceite
25	6-Cl	2-CH ₃	H	Cl	"	
26	H	3-Cl	H	Cl	"	125
27	H	3-Cl	5-Cl	Cl	"	125
28	6-Cl	2-Cl	H	Cl	"	
29	4-CH ₃ O	3-Cl	2-CH ₃	Cl	"	
30	H	2,3-(CH ₂) ₃		Cl	"	

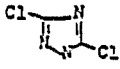
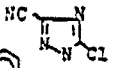
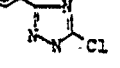
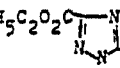

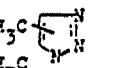
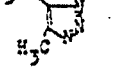
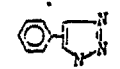
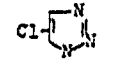
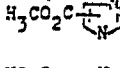
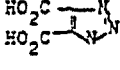
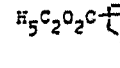
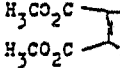
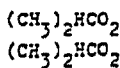
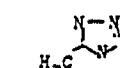
No.	R	R ¹	R ²	X	A	D.f. (°C)
31	H		2,3-(CH ₂) ₄	Cl		
32	6-CH ₃		2,3-(CH ₂) ₃	Cl	"	
33	H		3,4-(CH ₂) ₃	Cl	"	aceite
34	H	H	H	Cl		90
35	2-CH ₃	H	H	Cl	"	94
36	2-C ₂ H ₅	H	H	Cl	"	121
37	2-CH(CH ₃) ₂	H	H	Cl	"	129
38	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl	"	126
39	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Br	"	
40	2-C ₂ H ₅	6-CH ₃	H	Cl	"	89 - 91
41	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	107 - 9
42	6-CH ₃	2-CH(CH ₃) ₂	H	Cl	"	131
43	6-CH ₃	2-CH(CH ₃) ₃	H	Cl	"	
44	2-CH(CH ₃) ₂	6-CH(CH ₃) ₂	H	Cl	"	128
45	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Br	"	
46	2-CH ₃	6-CH ₃	4-CH ₃	Cl	"	100
47	2-CH ₃	6-CH ₃	3-CH ₃	Cl	"	98
48	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	4-CH ₃	Cl	"	
49	5-CH ₃	4-CH ₃	2-CH ₃	Cl	"	
50	H	2-CH ₃	3-CH ₃	Cl	"	129
51	H	2-CH ₃	4-CH ₃	Cl	"	masa viscosa
52	H	2-CH ₃	5-CH ₃	Cl	"	86
53	H	2-CH ₃	4-CH ₃ O	Cl	"	aceite
54	6-CH ₃	3-CH ₃	4-CH ₃ O	Cl	"	
55	2-CH ₃	3-CH ₃	4-CH ₃ O	Cl	"	138
56	H	2-CH ₃	4-Cl	Cl	"	
57	H	2-CH ₃	5-Cl	Cl	"	138
58	6-Cl	2-CH ₃	H	Cl	"	
59	H	3-Cl	5-Cl	Cl	"	
60	6-Cl	2-Cl	H	Cl	"	













No.	R	R ¹	R ²	X	A	p.f. (°C)
61	4-CH ₃ O	3-Cl	2-CH ₃	Cl		
62	H	3-CF ₃	H	Cl	"	102
63	H	2,3-(CH ₂) ₃		Cl	"	
64	H	2,3-(CH ₂) ₄		Cl	"	
65	6-CH ₃	2,3-(CH ₂) ₃		Cl	"	
66	H	3,4-(CH ₂) ₃		Cl	"	105
67	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		63 - 65
68	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	aceite
69	2-C ₂ H ₅	H	H	Cl	"	aceite
70	2-C ₂ H ₅	2-C ₂ H ₅	H	Cl	"	90 - 92
71	2-CH ₃	2-CH(CH ₃) ₂	H	Cl	"	
72	2-CH(CH ₃) ₂	H	H	Cl	"	aceite
73	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
74	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	
75	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	
76	2-CH ₃	5-CH(CH ₃) ₂	H	Cl	"	
77	H	H	H	Cl		114
78	2-CH ₃	H	H	Cl	"	82
79	2-C ₂ H ₅	H	H	Cl	"	78
80	2-CH(CH ₃) ₂	H	H	Cl	"	143
81	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl	"	aceite
82	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	
83	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	
84	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl		143
85	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	85
86	H	H	H	Cl		115
87	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl	"	150
88	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	132
89	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	99
90	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		

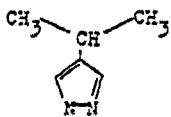



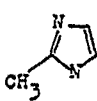

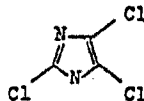
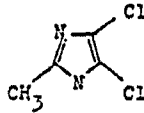
NO.	R	R ¹	R ²	X	A	p. f. (°C)
91	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl		145
92	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
93	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	1
94	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	
95	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		104
96	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	94
97	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	111
98	2-CH ₃	6-CH(CH ₃)	H	Cl	"	
99	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		102
100	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	80
101	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	113
102	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
103	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
104	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	
105	H	H	H	Cl		111
106	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl	"	105
107	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	63 - 66
108	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	88
109	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
110	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	
111	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	
112	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
113	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		acete
114	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	

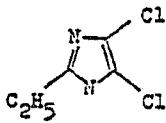
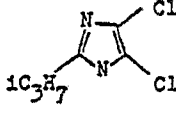
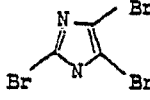
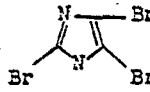
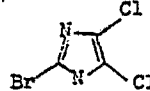
NO.	R	R ¹	R ²	X	A	p.f. (°C)
115	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
116	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		130
117	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	
118	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	
119	2-CH ₃	6-CH(CH ₃) ₂	H	Cl	"	
120	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
121	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
122	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
123	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
124	H	H	H	Cl		139
125	2-C ₂ H ₅	H	H	Cl	"	94
126	2-CH(CH ₃) ₂	H	H	Cl	"	116
127	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl	"	120
128	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Br	"	
129	2-C ₂ H ₅	6-CH ₃	H	Cl	"	83
130	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	113
131	6-CH ₃	2-CH(CH ₃) ₂	H	Cl	"	128
132	6-CH ₃	2-C(CH ₃) ₃	H	Cl	"	
133	2-CH(CH ₃) ₂	6-CH(CH ₃) ₂	H	Cl	"	125
134	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Br	"	
135	2-CH ₃	6-CH ₃	4-CH ₃	Cl	"	90
136	2-CH ₃	6-CH ₃	3-CH ₃	Cl	"	105
137	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	4-CH ₃	Cl	"	
138	5-CH ₃	4-CH ₃	2-CH ₃	Cl	"	
139	H	2-CH ₃	3-CH ₃	Cl	"	118
140	H	2-CH ₃	4-CH ₃	Cl	"	masa viscosa


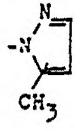
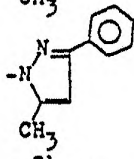
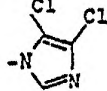
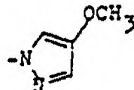
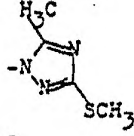
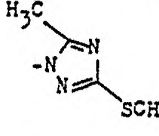
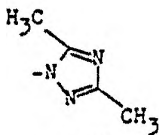


No.	R	R ¹	R ²	X	A	p.f. (°C)
141	H	2-CH ₃	5-CH ₃	Cl		88
142	H	2-CH ₃	4-CH ₃ O	Cl	"	
143	6-CH ₃	3-CH ₃	4-CH ₃ O	Cl	"	114
144	2-CH ₃	3-CH ₃	4-CH ₃ O	Cl	"	aceite
145	H	2-CH ₃	4-Cl	Cl	"	
146	H	2-CH ₃	5-Cl	Cl	"	122
147	6-Cl	2-CH ₃	H	Cl	"	
148	H	3-Cl	H	Cl	"	107
149	H	3-Cl	4-Cl	Cl	"	146
150	H	3-Cl	5-Cl	Cl	"	151
151	6-Cl	2-Cl	H	Cl	"	
152	4-CH ₃ O	3-Cl	2-CH ₃	Cl	"	
153	H	2,3-(CH ₂) ₃		Cl	"	
154	H	2,3-(CH ₂) ₄		Cl	"	
155	6-CH ₃	2,3-(CH ₂) ₃		Cl	"	
156	H	3,4-(CH ₂) ₃		Cl	"	124
157	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		158
158	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	90 - 93
159	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	122 - 24
160	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
161	2-C ₂ H ₅	6-CH ₃	H	Cl	"	
162	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	71 - 73
163	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
164	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	
165	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
166	2-C ₂ H ₅	6-CH ₃	H	Cl	"	

No.	R	R ¹	R ²	X	A	p.f. (°C)
167	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
168	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
169	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
170	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
171	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
172	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	103 - 104
173	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	
174	2-CH ₃	6-CH(CH ₃) ₂	H	Cl	"	
175	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
176	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
177	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	
178	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	
179	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
180	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
181	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl		aceite
182	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl		162
183	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		
184	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl		103 - 105
185	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl		94
186	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		

No.	R	R ¹	R ²	X	A	p.f. (°C)
187	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl	H ₅ C ₂ O ₂ C 	
188	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl	 · HCl	
189	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	108
190	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl	 · H ₂ SO ₄	
191	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	 · HNO ₃	145
192	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl	 · HBr	
193	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl	 · CH ₃ SO ₃ H	
194	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl	 · CF ₃ SO ₃ H	
195	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	 · C ₁₂ H ₂₅ 	133 - 135
196	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	 · HCl	
197	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	 · C ₁₂ H ₂₅ 	

No.	R	R ¹	R ²	X	A	p.f. (°C)
198	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		58
199	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	67
200	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		118
201	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	94
202	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	94
203	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		108 - 112
204	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		127
205	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	105
206	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		116
207	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		95
208	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	88
209	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	104
210	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl		162
211	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		170
212	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	165

No.	R	R ¹	R ²	X	A	p.f. (°C)
213	2-CH ₃	2-CH ₃	H	Cl		114
214	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	100
215	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		161
216	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"	112
217	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		168
218	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl		170
219	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl		168

No.	R	R ¹	R ²	X	A
220	H	H	H	Cl	
221	2-CH ₃	H	H	Cl	
222	H	H	H	Cl	
223	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl	
224	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"
225	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl	
226	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"
227	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"
228	H	H	H	Cl	
229	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl	
230	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"
231	2-C ₂ H ₅	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"
232	H	H	H	Cl	
233	2-CH ₃	6-CH ₃	H	Cl	 OR 
234	2-CH ₃	6-C ₂ H ₅	H	Cl	"

Las sustancias activas de la invención se aplican, por ejemplo, en forma de soluciones, polvos, suspensiones o dispersiones, emulsiones, dispersiones de aceite, pastas, agentes de espolvoreo, de esparcimiento, granulados directamente pulverizables, pulverizando
5 atomizando, espolvoreando, esparciendo o regando. Las formas de aplicación vienen determinadas por las finalidades del empleo, pero en todo caso es necesario que esté asegurada la más fina repartición posible de las sustancias activas.

10 Para la obtención de soluciones, emulsiones, pastas y dispersiones de aceite directamente pulverizables entran en consideración, las fracciones de aceite mineral del punto de ebullición medio hasta elevado, tales como querosina o aceite Diesel, además
15 aceites de alquitrán de carbón etc., así como aceites de origen vegetal o animal, hidrocarburos alifáticos, cíclicos y aromáticos, por ejemplo, benceno, tolueno, xilol, parafina, tetrahidronaftalina, naftalinas alquiladas o sus derivados, por ejemplo, metanol, etanol, propanol, butanol, cloroformo, tetracloruro de carbono; ciclohexanol, ciclohexanona, clorobenceno, isoforona etc., disolventes
20 fuertemente polares, por ejemplo, dimetilformamida, sulfóxido de dimetilo, N-metilpirilidona, agua etc.

Las formas de aplicación acuosas pueden prepararse mediante la adición de agua a concentrados de emulsión, pastas o polvos
25 humectables (povos pulverizables) y dispersiones de aceite. Para

obtener emulsiones, pastas o dispersiones de aceite pueden homogeneizarse las sustancias como tales o disueltas en un aceite o en un disolvente mediante agentes reticulantes, adhesivos, dispersantes, emulsionantes en agua. Pero también es posible obtener concentrados compuestos de sustancia activa, agentes de reticulación, adhesión, dispersión o de emulsión y eventualmente disolventes o aceites diluibles con agua.

Como sustancias tensioactivas sean mencionadas: sales alcalinas, alcalinotérreas, sales amónicas de ácido ligninosulfónico, ácidos naftalinosulfónicos, ácidos fenosulfónicos, alquilanilsulfonatos, alquilsulfatos, alquilsulfonatos, sales alcalinas y alcalinotérreas del ácido dibutilnaftalinosulfónico, sulfato de lauriléter, sulfatos de alcohol graso, sales alcalinas y alcalinotérreas de ácidos grasos, sales de hexadecanoles sulfatados, heptadecanoles, octadecanoles, sales de glicoléter de alcohol graso sulfatado, productos de condensación de naftalina sulfonada y derivados de la naftalina con formaldehído, productos de condensación de la naftalina o bien de los ácidos naftalinosulfónicos con fenol y formaldehído, polioxietilen-octilfenoléter, isoctilfenol, octilfenol, nonilfenol etoxilados, alquilfenolpoliglicoléter, tributilfenilpoliglicoléter, alcoholes de alquilarilpoliéter, alcohol de isotridecilo, condensados de óxido etilénico de alcohol graso, aceite de ricino etoxilado, polioxietilentalquileter, polioxipropileno etoxilado, acetal de poliglicoléter de laurilalcohol, éster sorbítico, lignina, lejías residuales sulfíticas y metilcelulosa.

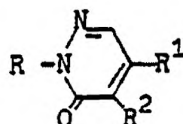
Los polvos, agentes de esparcimiento y de espolvoreo pueden obtenerse mezclando a molliendo las sustancias activas junto con un soporte sólido.

- 5 Los granulados, por ejemplo, granulados recubiertos, impregnados y granulados homogéneos pueden prepararse mediante enlace de las sustancias activas a soportes sólidos. Soportes sólidos son, por ejemplo, tierras minerales, tales como silicagel, ácidos silícicos, geles de silicio, silicatos, talco, caolín, attaclay,
- 10 caliza, cal, tiza, talco, bol, loess, arcilla, dolomita, diatomita, sulfato de calcio y de magnesio, óxido de magnesio, sustancias plásticas molidas, abonos, tales como sulfato amónico, fosfato amónico, nitrato amónico, ureas y productos vegetales, tales como harinas de cereales, de corteza, de madera y de cáscara de nuez, polvos
- 15 de celulosa y otros soportes sólidos.

Las formulaciones contienen entre 0,1 y 95% en peso de sustancia activa, preferentemente entre 0,5 y 90% en peso.

- 20 Las nuevas anilidas herbicidas de la invención se pueden mezclar con numerosos representantes de otros grupos de sustancias activas herbicidas o reguladores del crecimiento y aplicar conjuntamente con ellos. Como componentes de mezcla entran en consideración, por ejemplo, las diazinas, benzotiadiazinonas, 2,6-dinitroanilinas,
- 25 los N-fenil-carbamatos, biscarbamatos, tiolcarbamatos, ácidos

carboxílicos halogenados, las traizinas, amidas, ureas, los difeniléteres, triazinonas, uracilos, derivados de benzofurano y otros. Tales combinaciones se usan para ampliar el espectro de eficiencia y algunas veces se logran efectos sinérgicos. A continuación se distan como ejemplos una serie de sustancias activas que al mezclarlas con los nuevos compuestos dan mezclas apropiadas para numerosos campos de aplicación:



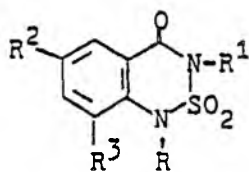
10

R	R ¹	R ²
	NH ₂	Cl
	NH ₂	Br
	NH ₂	Cl
	-N(CH ₃) ₂	Cl
	-NHCH ₃	Cl
	-NHCH ₃	Cl
	-N(CH ₃) ₂	Cl

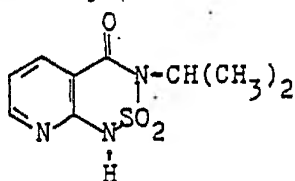
15

20

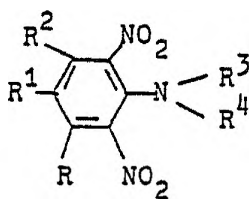
25



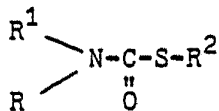
R	R ¹	R ²	R ³
H	i-C ₃ H ₇	H	H o. sales de este compuesto
H	i-C ₃ H ₇	H	CH ₃ o sales de este compuesto
-CH ₂ -OCH ₃	i-C ₃ H ₇	H	H





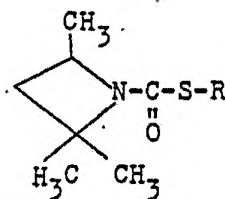
o sales de este compuesto



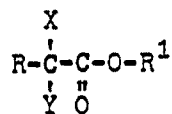
R	R ¹	R ²	R ³	R ⁴
H	F ₃ C	H	C ₂ H ₅	C ₄ H ₉
H	F ₃ C	H	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇
H	F ₃ C	H	-CH ₂ -CH ₂ Cl	n-C ₃ H ₇
H	SO ₂ NH ₂	H	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇
H	F ₃ C	H	n-C ₃ H ₇	-CH ₂ -
H ₃ C	H ₃ C	H	H	-CH(C ₂ H ₅) ₂
H	F ₃ C	NH ₂	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇
H	H ₃ C	H	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇

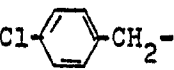
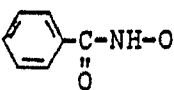
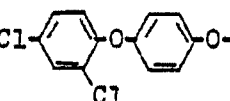
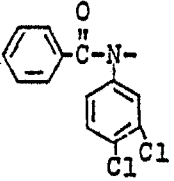
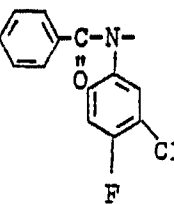
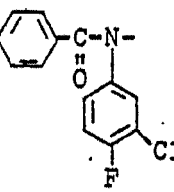
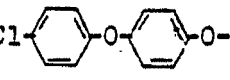
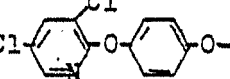


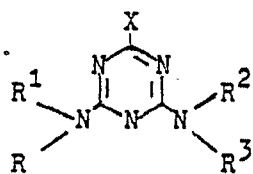
R	R ¹	R ²
i-C ₃ H ₇	i-C ₃ H ₇	-CH ₂ -CCl=CCl ₂
i-C ₃ H ₇	i-C ₃ H ₇	-CH ₂ -CCl=CHCl
n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇	C ₂ H ₅
	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅
sec.-C ₄ H ₉	sec.-C ₄ H ₉	C ₂ H ₅
n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇	n-C ₃ H ₇
i-C ₄ H ₉	i-C ₄ H ₉	C ₂ H ₅
	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅





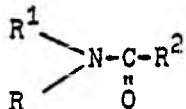
R
-CH ₂ -CCl=CHCl
-CH ₂ -CCl=CCl ₂

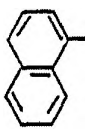

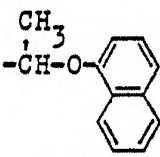
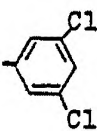
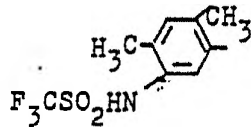


R	X	Y	R ¹
CH ₃	Cl	Cl	Na
Cl-  -	Cl	H	CH ₃
	H	H	H, o sales de este compuesto
Cl	Cl	Cl	Na
Cl- 	H	CH ₃	CH ₃
	H	CH ₃	C ₂ H ₅
C ₂ H ₅	Cl	Cl	Na
	H	CH ₃	i-C ₃ H ₇
	H	CH ₃	CH ₃
Cl- 	H	CH ₃	-CH ₂ -CH(CH ₃) ₂
Cl- 	H	CH ₃	Na

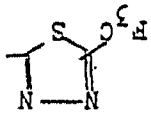
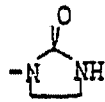
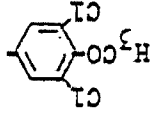
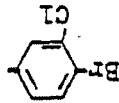
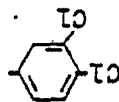
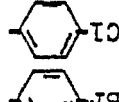
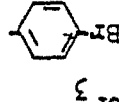
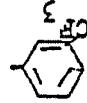
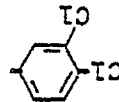
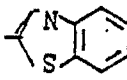
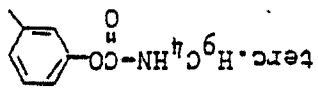


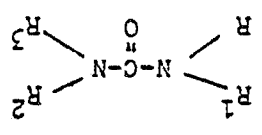
R	R ¹	R ²	R ³	X
H	terc.C ₄ H ₉	H	C ₂ H ₅	SCH ₃
H	i-C ₃ H ₇	H	i-C ₃ H ₇	SCH ₃
H	i-C ₃ H ₇	H	C ₂ H ₅	SCH ₃
H	CH ₃	H	i-C ₃ H ₇	SCH ₃
H	i-C ₃ H ₇	H	C ₂ H ₅	Cl
H	i-C ₃ H ₇	H		Cl
H	C ₂ H ₅	H	C ₂ H ₅	Cl
H	C ₂ H ₅	H	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{C}-\text{CN} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	Cl
H	i-C ₃ H ₇	H	i-C ₃ H ₇	Cl
H	i-C ₃ H ₇	H	i-C ₃ H ₇	OCH ₃
H	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{NC}-\text{C}- \\ \\ \text{CH}_3 \end{array}$	H		Cl
H	C ₂ H ₅	H	-CH(CH ₃)-CH ₂ -OCH ₃	Cl
H	C ₂ H ₅	H	-CH(CH ₃)-C≡CH	Cl

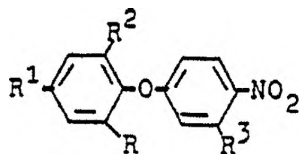


R	R ¹	R ²
CH ₃	CH ₃	-CH(C ₆ H ₅) ₂
	H	
C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	
HC≡C-C(CH ₃) ₂ -	H	
	H	CH ₃

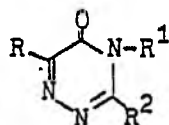
/45

R ³	R ²	R ¹	R
CH ₃	H	CH ₃	
-CH ₂ -CH(CH ₃) ₂	H		
CH ₃	CH ₃	H	
OCH ₃	CH ₃	H	
OCH ₃	CH ₃	H	
OCH ₃	CH ₃	H	
OCH ₃	CH ₃	H	
CH ₃	CH ₃	H	
CH ₃	CH ₃	H	
H	CH ₃	H	
CH ₃	CH ₃	H	

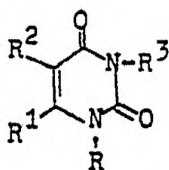




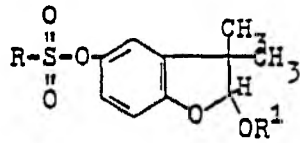
R	R ¹	R ²	R ³
NO ₂	CF ₃	H	H
Cl	CF ₃	H	COOH, o. sales o ésteres de este compuesto
Cl	Cl	H	-C-OCH ₃ O
H	CF ₃	Cl	-OC ₂ H ₅



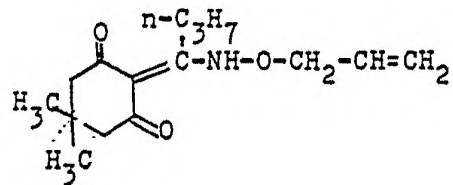
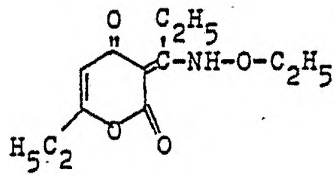
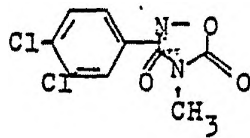
R	R ¹	R ²
terc. C ₄ H ₉	NH ₂	SCH ₃
	NH ₂	CH ₃

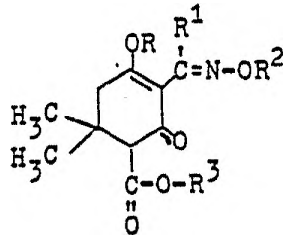


R	R ¹	R ²	R ³
H	CH ₃	Br	$\begin{matrix} \text{CH}_3 \\ \\ -\text{CH}-\text{C}_2\text{H}_5 \end{matrix}$
H	CH ₃	Cl	terc. C ₄ H ₉
H	CH ₃	Cl	
H	-(CH ₂) ₃ -		

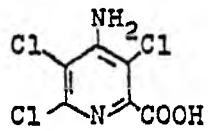


R	R ¹
CH ₃	C ₂ H ₅
	C ₂ H ₅
	C ₂ H ₅
	C ₂ H ₅

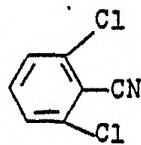
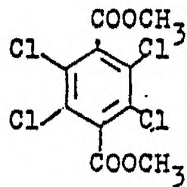
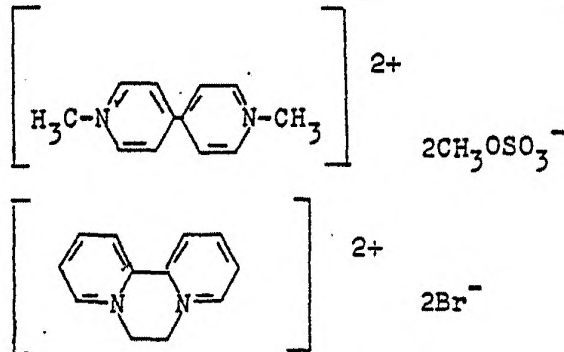


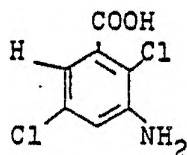


R	R ¹	R ²	R ³
H	n-C ₃ H ₇	-CH ₂ -CH=CH ₂	CH ₃
Na	n-C ₃ H ₇	-CH ₂ -CH=CH ₂	CH ₃

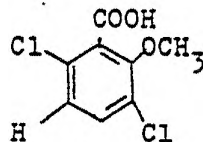


o sales o ésteres de este compuesto

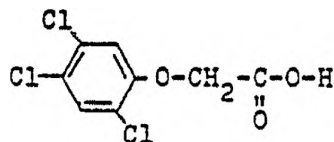




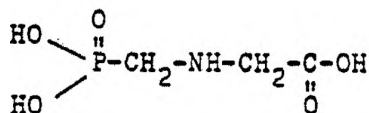
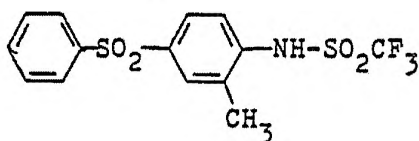
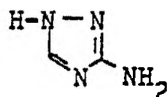
o sales, ésteres o amidas de este compuesto



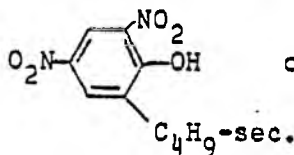
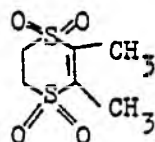
o sales, ésteres o amidas de este compuesto



o sales, ésteres o amidas de este compuesto



o sales de este compuesto



o sales de este compuesto

Además es conveniente aplicar los nuevos compuestos solos o en combinación con otros herbicidas y adicionalmente mezclados con otros agentes fitosanitarios, por ejemplo agentes para combatir animales nocivos, hongos fitopatógenos, bacterias. También es de interés que los compuestos se pueden mezclar con soluciones de sustancias minerales que se emplean para eliminar deficiencias nutritivas o en microelementos.

En los siguientes ejemplos se demuestra la influencia de diversos representantes de los compuestos conforme a la invención sobre el crecimiento de plantas indeseadas y deseadas, comparándolos con sustancias activas químicamente similares. Las series de ensayos se realizan en el invernadero y en campo abierto.

I. Ensayos en el invernadero

Como recipientes de cultivo sirvieron macetas de plástico con un volumen de 300 cm^3 ; como sustrato se usó una arena arcillosa con aprox. 1,5% de humus. Las semillas de las plantas de ensayo se sembraron a poca profundidad y separadas según la especie. En el caso de *Cyperus esculentus*, se tomaron bulbos pregerminados. En el tratamiento de preemergencia se aplicaron las sustancias activas inmediatamente a continuación sobre la superficie de la tierra. Las sustancias activas se habían suspendido o emulsionado en agua como vehículo y se pulverizaron con toberas de fina distribución. Después de haber aplicado los agentes se irrigaron

las macetas ligeramente por rociado para iniciar la germinación y el crecimiento y para activar al mismo tiempo los agentes químicos. A continuación, se cubrieron las macetas con una cubierta de plástico transparente hasta que las plantas habían echado raíces. Esta
5 cubierta aseguró una germinación uniforme de las plantas de ensayo (en cuanto esto no fue contrarrestado por las sustancias químicas) e impidió la evaporación de sustancias muy volátiles.

Para el tratamiento de postemergencia, se dejaron crecer las plantas
10 hasta una altura de 3 a 10 cm dependiendo de su forma de crecimiento, antes de tratarlas. No se cubrieron. Los ensayos se llevaron a cabo en el invernadero, prefiriéndose regiones más calientes (25 a 40°C) para especies que requieren calor y 15 a 30°C para plantas de climas templados. El período de ensayo duró
15 4 hasta 6 semanas. Durante este tiempo se cuidaron las plantas y se evaluó la reacción frente a cada tratamiento. En las siguientes tablas figuran las sustancias de ensayo, las dosificaciones en kg/ha de sustancia activa y las especies de plantas de ensayo. Se evalúa según una escala de 0 a 100; significando 0 ningún daño o
20 emergencia normal y 100 ninguna emergencia de las plantas, o bien destrucción total de por lo menos las partes visibles de las plantas.

II. Ensayos en el campo abierto

25 Los ensayos se llevaron a cabo en lotes pequeños. El suelo

constaba de una arena arcillosa con pH 5-6 y un contenido en humus de 1 a 1,5%. Se trataron las plantas antes de la emergencia, aplicando las sustancias activas inmediatamente o a más tardar 3 días después de la siembra. Las plantas de cultivo se sembraron en filas. La flora de malas hierbas fue natural y constaba de una gran variedad de especies dependiendo de la estación del año y en parte del cultivo (p. ej. de germinación primaveral, vera-
5 nera). Las sustancias se emulsionaron o suspendieron en agua como vehículo y sustancia distribuidora, y se aplicaron con la ayuda de un pulverizador de lote montado sobre un bastidor y accionado con motor. Cuando faltó precipitación natural, se regaron los lotes para
10 asegurar la germinación y el crecimiento de las plantas útiles y de las plantas indeseadas. Todos los ensayos duraron varias semanas. Durante este período se realizaron evaluaciones en ciertos intervalos según la escala de 0 a 100.
15

Resultado

Las tablas 2 a 15 contienen los valores numéricos de los resultados.

20 Resultó sorprendente que algunas de las anilidas de la invención tuviesen un efecto herbicida tan amplio y vehemente sobre las plantas indeseadas aún en las más bajas dosificaciones (tablas 2, 10). Además sorprendió el efecto más fuerte de los nuevos compuestos contra especies latifoliadas, indeseadas. También en este
25 campo, las nuevas sustancias activas se mostraron considerablemente

superiores a las sustancias conocidas (tablas 3, 4, 5, 9, 10).

5 Para las plantas de cultivo hubo un margen de seguridad satisfactorio entre la eficiencia herbicida por una parte y la tolerancia por la otra, para justificar el uso de los nuevos compuestos como herbicidas selectivos (tablas 3, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 12, 13, 14, 15).

10 En el procedimiento de post-emergencia fue posible que las plantas muriesen completamente, dependiendo de la cantidad de aplicación (tabla 4). Sin embargo, cuando se aplicaron dosis subletales, se produjo una inhibición de crecimiento, lo que podría ser interesante para regiones en las cuales solamente se desea regular en cierta forma el crecimiento de plantas indeseadas sin destruirlas, por
15 ejemplo cuestas de carreteras, areas de reforestación o céspedes.

El efecto herbicida de los nuevos compuestos es lo suficientemente intensivo para destruir totalmente el crecimiento de plantas herbáceas, aplicando dosis que exceden las que se usan para un
20 control selectivo. Posibles campos de aplicación son en este caso la eliminación de plantas indeseadas en cultivos de arbustos y árboles, sobre caminos, plazas y canchas, a lo largo de vías férreas y en parques industriales.

25 En las tablas de los ejemplos se indican las aplicaciones como

de post-emergencia o preemergencia. Además de esta aplicación superficial naturalmente también se pueden incorporar los agentes en el suelo.

- 5 Los agentes se pueden incorporar antes de la siembra, después de la siembra o entre las plantas de cultivo ya establecidas.

Otro método de aplicación consiste en tratar el lado inferior de las hojas. En esta aplicación se dirigirá el chorro de pulverización, procurando evadir las plantas de cultivo sensibles, sobre la superficie del suelo o las plantas indeseadas.

En vista de los múltiples métodos de aplicación posibles, los agentes de la invención o las mezclas que los contienen, se pueden usar en numerosas otros cultivos de plantas que no se encuentran alistadas en las tablas, para destruir o inhibir plantas indeseadas. Las cantidades de aplicación pueden variar de 0,1 a 15 kg/ha y superiores, según el fin proyectado. Las plantas de cultivo empleadas en los ejemplos se indican a continuación:

20

25

	<u>Nombre botánico</u>	<u>nombre común</u>
	Allium cepa	cebolla
	Ananas comosus	piña
	Arachis hypogaea	cacahuete
	Asparagus officinalis	espáragos
	Avena sativa	avena
	Beta vulgaris spp. altissima	remolacha azucarera
5	Beta vulgaris spp. rapa	remolacha forrajera
	Beta vulgaris spp. esculenta	remolacha
	Brassica napus var. napus	colza
	Brassica napus var. napobrassica	nabo
	Brassica napus var. rapa	naba
	Brassica rapa: var. silvestris	nabo silvestre
	Camellia sinensis	té
10	Carthamus tinctorius	alazor
	Citrus limon	limón
	Citrus maxima	toronja
	Citrus reticulata	mandarina
	Citrus sinensis	naranja
	Coffea arabica (Coffea canephora, Coffea liberica)	café
15	Cucumis melo	melón
	Cucumis sativus	cohombro
	Cynodon dactylon	cinodón
	Daucus carota	zanahoria
	Elaeis guineensis	palma aceitera
	Fragaria vesca	fresas
20	Glycine max	soja
	Gossypium hirsutum (Gossypium arboreum Gossypium herbaceum Gossypium vitifolium)	algodón
	Helianthus annuus	girasol
	Helianthus tuberosus	aguaturma
	Hevea brasiliensis	caucho
25	Hordeum vulgare	cebada

	<u>nombre botánico</u>	<u>nombre común</u>
	<i>Humulus lupulus</i>	lúpulo
	<i>Ipomoea batatas</i>	batata
	<i>Lactuca sativa</i>	lechuga
	<i>Lens culinaris</i>	lenteja
5	<i>Linum usitatissimum</i>	lino común
	<i>Lycopersicon lycopersicum</i>	tomate
	<i>Malus spp.</i>	manzanos
	<i>Manihot esculenta</i>	manioc
	<i>Medicago sativa</i>	alfalfa
	<i>Mentha piperita</i>	menta
	<i>Musa spp.</i>	plátano
10	<i>Nicotiana tabacum</i> (<i>N. rustica</i>)	tabaco
	<i>Olea europaea</i>	olivo
	<i>Oryza sativa</i>	arróz
	<i>Panicum miliaceum</i>	mijo común
	<i>Phaseolus lunatus</i>	
	<i>Phaseolus mungo</i>	mungo
15	<i>Phaseolus vulgaris</i>	judías
	<i>Pennisetum glaucum</i>	
	<i>Petroselinum crispum</i> spp. <i>tuberosum</i>	perejil
	<i>Picea abies</i>	píceas
20	<i>Abies alba</i>	abeto blanco
	<i>Pinus spp.</i>	pino
	<i>Pisum sativum</i>	guisante
	<i>Prunus avium</i>	cerezo
	<i>Prunus domestica</i>	ciruelo
	<i>Prunus persica</i>	duraznero
	<i>Pyrus communis</i>	peral
25	<i>Ribes sylvestre</i>	grosella roja
	<i>Ribes uva-crispa</i>	crespa de San Pedro

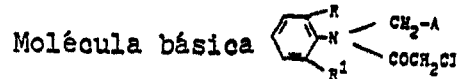
	<u>nombre botánico</u>	<u>nombre común</u>
	Ricinus communis	ricino
	Saccharum officinarum	caña de azúcar
	Secale cereale	centeno
	Sesamum indicum	sésamo
	Solanum tuberosum	papas
5	Sorghum bicolor (s. vulgare)	sorgo
	Sorghum dochna	sorgo az carado
	Spinacia oleracea	espinaca
	Theobroma cacao	cacao
	Trifolium pratense	trébol de los prados
	Triticum aestivum	trigo
10	Vaccinium corymbosum	arándano
	Vaccinium vitis-idaea	arándano encarnado
	Vicia faba	habón
	Vigna sinensis (V. unguiculata)	
	Vitis vinifera	vid
	Zea mays	maís

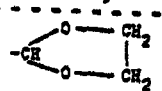


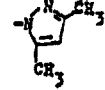

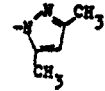

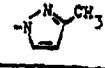
15

20

25

Tabla 2 - Intensidad de acción de acetanilidas halogenadas sobre algunas plantas, tratamiento de preemergencia en el invernadero

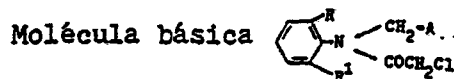








No.	Com- sustituyentes puesto			cantidad de apl.	plantas de ensayo y % de daño							
	R	R ¹	A		Amar. s. a.	Bromus retro. spp.	Cyp. diff.	Chrys. segat.	Euph. gen.	Poa annua	Solanum nigrum	Sorgh. halep.
CONG- cido	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	-OCH ₃	0,125 0,25	- 72	50 80	65 70	- 30	- 60	80 98	- 150	10 38
CONO- cido	CH ₃	CH ₃		0,25 0,5	75 82	88 90	65 80	0 0	25	0 15	80	50 50
5	CH ₃	CH ₃		0,125 0,25	100 98	90 95	100 100	- 100	- 100	100 100	100	95 95
67	CH ₃	CH ₃		0,25	100	100	-	-	-	-	-	95
38	CH ₃	CH ₃		0,125 0,25	75 100	95 100	100 100	- -	- -	100 100	-	70 95
7	CH ₃	C ₂ H ₅		0,125 0,25	88	95	-	100	80	100	100	75
40	CH ₃	C ₂ H ₅		0,125 0,25	90 100	80	100 100	30	0	100	95 98	60 60
8	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅		0,25	95	100	-	-	-	-	-	85
70	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅		0,25	100	100	-	-	-	-	-	75

0 = ningún daño

100 = destrucción total

Tabla 3 - Eliminación de plantas indeseadas en colzas con acetanilidas halogenadas; tratamiento de pre-emergencia en el campo abierto

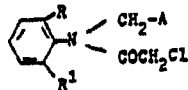


Com- puesto No.	sustituyentes			cantidad de apl. kg/ha s.a.	plantas de ensayo y % de daño				
	R	R ¹	A		Brassica napus	Alopec. myosur.	Anth./ Matric.	Lamium spp.	Stellaria media
5	CH ₃	CH ₃		2,0	7,5	95	100	100	100
40	CH ₃	C ₂ H ₅		1,0	20	50	90	60	68
38	CH ₃	CH ₃		2,0	0	80	100	100	88
7	CH ₃	C ₂ H ₅		0,5 1,0	5 10	70 85	100 -	95 100	80 95
129	CH ₃	C ₂ H ₅		2,0 4,0	7,5 22,5	35 68	35 65	45 90	24 49
191	CH ₃	C ₂ H ₅		2,0 4,0	5 20	30 80	53 -	40 85	18 45
cono- cido	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	-OCH ₃	2,0	5	65	53	-	15

0 = ningún daño 100 = ninguna emergencia o plantas muertas

Tabla 4 - Acción herbicida de acetanilidas halogenadas; tratamiento de post-emergencia en el invernadero

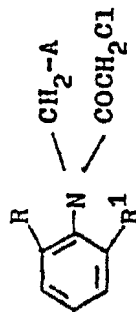
Molécula básica



No.	R	R ¹	A	cantidad kg/ha s.a.	plantas de ensayo y % de daño						
					Alopec. myosur.	Avena fat.	Cyper. escul.	Chrys. seget.	Matric. spp.	Setaria spp.	Stell. ned.
COMO- cido	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	-OCH ₃	1,0	60	50	42	15	50	68	0
				2,0	60	70	55	15	50	68	30
5	CH ₃	CH ₃		1,0	80	90	70	98	95	82	95
				2,0	90	92	72	98	95	85	98
38	CH ₃	CH ₃		1,0	-	70	80	-	-	85	100
				2,0	-	90	80	-	-	85	100
68	C ₂ H ₅	CH ₃		1,0	90	90	85	40	80	90	60
				2,0	90	90	85	50	80	95	60
189	C ₂ H ₅	CH ₃		1,0	70	60	65	0	30	80	0
				2,0	70	60	65	20	60	85	40
158	C ₂ H ₅	CH ₃		1,0	70	75	50	20	50	85	0
				2,0	90	75	65	40	95	85	40

0 = sin daño 100 = ninguna emergencias o plantas muertas

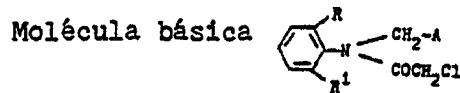
Tabla 5 - Acción herbicida y compatibilidad con plantas de cultivo de acetanilidas halogenadas; tratamiento de pre-emergencia en el campo abierto

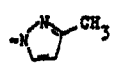

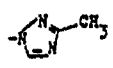




Compuesto No.	R	R ¹	sustituyentes A	cantidad de apl. kg/ha s.a. max	plantas de ensayo y % de daño	Glyc. retro. spp.	Amar. spp.	Chenop. spp.	Echin. c.g.	Galins. spp.
5	CH ₃	CH ₃		0,5 1,0	0 4	100 100	69 85	100 100	91 100	
conocido	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	-OCH ₃	0,5 1,0	0 0	-- 80	10 13	65 73	30 55	

0 = sin daño 100 = ninguna emergencia o plantas muertas

Tabla 6 - Compatibilidad de algunas acetanilidas halogenadas de buen efecto herbicida, con soja y algodón; tratamiento de preemergencia en el invernadero



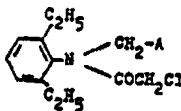
Com- puesto	R	R ¹	A	cantidad de apl. kg/ha s.a.	plantas de ensayo y % de daño							
					Glyc. max	Gossyp. hirs.	Amar. retro.	Cyper. escul.	Echin. c.g.	Euph. genic.	Setaria spp.	Solanum nigrum
CONO- cido	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅	-OCH ₃	0,5	0	0	100	40	65	20	60	95
				1,0	0	20	100	50	90	45	90	100
				2,0	0	40	100	60	95	100	100	100
68	C ₂ H ₅	CH ₃		0,25	0	0	95	65	95	10	95	95
				1,0	0	5	100	80	95	60	100	100
				2,0	10	5	100	80	95	75	100	100
189	C ₂ H ₅	CH ₃	 HCl	0,5	0	0	30	50	90	90	75	30
				1,0	0	20	95	60	95	95	95	95
				2,0	0	20	95	80	95	95	100	95
158	C ₂ H ₅	CH ₃		0,5	0	0	95	55	95	60	90	95
				1,0	10	0	100	75	95	90	95	100
				2,0	20	10	100	75	95	90	100	100
130	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅		0,5	20	20	95	40	95	60	85	100
				1,0	20	30	100	70	100	60	95	100
				2,0	20	30	100	80	100	100	100	100
159	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅		0,5	0	0	85	40	80	20	75	50
				1,0	0	10	95	65	95	50	90	95
				2,0	0	20	100	70	100	55	100	95

0 = ningún daño

100 = plantas muertas

Tabla 7 - Efecto herbicida selectivo de acetanilidas halogenadas; tratamiento de pre-emergencia en el invernadero

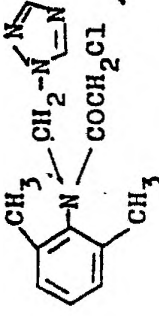
Molécula básica



Com- puesto	sus- tituyente	cantidad de apl.	plantas de ensayo y % de daño										
			Glyc. kg/ha s.a. max	Gossyp. hirs.	Amar. retro.	Cenchr. ech.	Cyp. diff.	Echin. c.g.	Ipom. spp.	Lept. spp.	Panic. virg.	Sida spin.	Solan. nigr.
41		0,25	0	0	73	90	100	95	-	95	85	-	70
		0,5	0	8	97	92	100	100	-	95	85	-	90
		1,0	0	8	100	100	100	100	50	95	100	45	98
		1,5	0	10	100	100	-	100	90	95	100	90	100
		2,0	0	10	100	100	-	100	90	95	100	90	100
do	-OCH ₃	0,25	0	0	68	92	65	45	-	100	30	-	50
		0,5	0	6	81	95	70	75	-	100	45	-	73
		1,0	0	20	88	100	78	90	20	100	92	10	90
		1,5	0	45	92	100	100	95	30	100	100	70	90
		2,0	0	45	92	100	100	95	30	100	100	70	90

0 = sin daño 100 = ninguna emergencia o plantas muertas

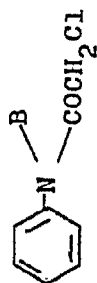
Tabla 8 - Compatibilidad de otra acetanilida halogenada herbicida con diferentes plantas aceiteras en el invernadero

Compuesto	estructura	cantidad de apl. kg/ha a.s.	plantas de ensayo y % de daño					
			Brassica napus	Glyc.x)	Arach.	Carth.	Amar.	Seta.
			max	hypog.	tinct.	retro.	spp.	Solan. nigrum.
127		0,5 1,0 2,0	0 0 0	0 0 10	0 0 -	82 95 100	95 100 100	70 90 100

0 = ningún daño 100 = ninguna emergencia o plantas muertas

x = variedades: Dare, Lee 68, SRF 450

Tabla 9 - Compatibilidad y efecto herbicida de acetanilidas halogenadas frente a diferentes cultivos; tratamiento de pre-emergencia en el invernadero



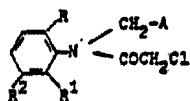
Molécula básica

Com- puesto No.	B	Molécula básica	sustituyente cantidad de apl. kg/ha s.a. max	plantas de ensayo y % de daño					
				Glyc. Sorgh. bic.	Zea Amar. Bromus Echin. Setar. c.g. spp.				
34	-CH ₂ -N(CH ₃) ₂ -C(CH ₃)=C(CH ₃)-		1,0	10	0	42	50	45	95
			2,0	40	0	50	70	90	100
34	-CH ₂ -N(CH ₃) ₂ -C(CH ₃)=C(CH ₃)-		1,0	0	0	100	95	90	80
			2,0	0	10	100	95	90	95

0 = ningún daño 100 = ninguna emergencia o plantas muertas

Tabla 10 - Acción herbicida de acetanilidas halogenadas selectivas; tratamiento de pre-emergencia en el invernadero

Molécula básica















Com- puesto	sustituyente			cantidad de apl.	plantas de ensayo y % de daño											
	R	R ¹	R ²		A	Glyc. max	Gossyp. hirs.	Alopec. myosu.	Amar. retro.	Cyp. diff.	Echin. c.g.	Euph. gen.	Matric. spp.	Setaria halap.	Sorg. med.	Stell.med.
No.					kg/ha											
					s.a.											
CONO- cido	CH ₃	CH ₃	H		0,25	10	0	40	80	100	95	15	50	70	30	20
					0,5	20	0	80	80	100	100	30	80	90	40	70
					1,0	25	10	80	100	100	100	50	90	100	70	70
14	CH ₃	CH ₃	CH ₃		0,25	10	0	95	100	100	100	80	80	100	95	90
					0,5	10	0	100	100	100	100	95	100	100	95	100
					1,0	20	15	100	100	100	100	95	100	100	100	100
47	CH ₃	CH ₃	CH ₃		0,25	20	0	95	100	100	95	10	80	100	85	30
					0,5	20	0	100	100	100	95	10	90	100	90	80
					1,0	30	0	100	100	100	100	20	100	100	95	100
136	CH ₃	CH ₃	CH ₃		0,25	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
					0,5	0	10	50	70	90	95	35	50	90	80	30
					1,0	10	10	90	70	90	95	65	90	100	80	80

0 = ningún daño





100 = ninguna emergencia o plantas muertas

Tabla 11 - Acción herbicida de otras acetanilidas halogenadas; tratamiento de pre-emergencia en el invernadero

Com- puesto No.	Molécula básica					cantidad de apl. kg/ha s.d.	plantas de ensayo y % de daño						
	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R		A	Alopec. myosur.	Amar. retro.	Cyper. diff.	Echin. c.s.	Set. app.	Sorgh. hale.
162	C ₂ H ₅	H	H	H	C ₂ H ₅		2,0	95	100	100	100	100	95
4	H	H	H	H	1-C ₃ H ₇		2,0	95	95	90	100	90	65
17	CH ₃	CH ₃	H	H	H		2,0	50	90	100	100	90	75
9	1-C ₃ H ₇	H	H	H	CH ₃		2,0	100	100	100	100	100	90
11	1-C ₃ H ₇	H	H	H	1-C ₃ H ₇		2,0	90	90	100	100	80	70
13	CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₃		2,0	80	100	90	100	90	80
108	C ₂ H ₅	H	H	H	C ₂ H ₅		2,0	70	100	100	100	90	60
139	CH ₃	CH ₃	H	H	H		2,0	70	40	90	90	30	50
36	H	H	H	H	C ₂ H ₅		0,5 1,0	90 100	95 95	- -	80 95	90 95	40 40
131	1-C ₃ H ₇	H	H	H	CH ₃		2,0	70	80	100	100	100	80
37	H	H	H	H	1-C ₃ H ₇		1,0	30	100	100	100	100	80
50	CH ₃	CH ₃	H	H	H		1,0	90	100	100	100	100	70

continuación de la tabla 11

Com- susti- cantidad plantas de ensayo y % de daño
puesto tuyentes de apl.

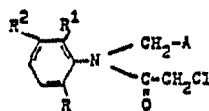
No.	R ¹	R ²	R ³	R ⁴	R	A	kg/ha S.A.	Alopec. myosur.	Amar. retro.	Cyper. diff.	Echin. c.g.	Set. app.	Sorgh. halb.
52	CH ₃	H	H	CH ₃	H		2,0	60	100	100	95	90	60
42	i-C ₃ H ₇	H	H	H	CH ₃		1,0	95	100	100	100	100	90
44	i-C ₃ H ₇	H	H	H	i-C ₃ H ₇		2,0	80	80	100	90	90	40
46	CH ₃	H	CH ₃	H	CH ₃		1,0	60	90	100	100	100	80

0 = ningún daño

100 = ninguna emergencia o plantas muertas

Tabla 12 - Selectivas acetanilidas herbicidas en cultivos de remolacha azucarera y otros; tratamiento de pre-emergencia en el invernadero

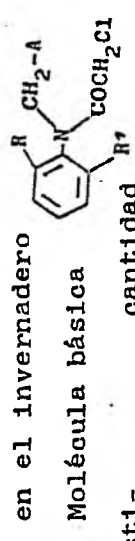
Molécula básica



No.	Com- puesto susti- tuyentes			A	cantidad de apl. kg/ha S.A.	plantas de ensayo y % de daño						
	R	R ¹	R ²			Beta vulg.	Glyc. max	Sorgh. bicol.	Zea mays	Alopec. myesur.	Amar. retro.	Setaria spp.
107	CH ₃	C ₂ H ₅	H		2,0	0	0	85	0	95	95	95
106	CH ₃	CH ₃	H		1,0 2,0	10 10	10 10	70 70	15 50	100 100	95 95	90 95
72	i-C ₃ H ₇	H	H		1,0 2,0	10 10	10 20	20 40	0 10	100 100	95 95	90 95
69	C ₂ H ₅	H	H		0,5	20	20	10	0	100	95	80
24	CH ₃	H	Cl		2,0	60	10	10	0	100	95	85

0 = sin daño 100 = ninguna emergencia o plantas muertas

Tabla 14 - Compatibilidad con diferentes plantas de cultivo; tratamiento de pre-emergencia



plantas de ensayo y % de dano


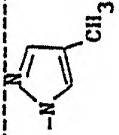
Com- susti- cantidad plantas de ensayo y % de dano
puesto tuyentes de apl.

No.	R	R'	A	kg/ha	Beta vulg.	Glyc. max	Alopec. myosur.	Bromus spp.	Cyperus ferax	Echin. c.g.	Matric. spp.	Setaria spp.
	CH ₃	CH ₃		0,5	-	0	100	100	100	100	95	100
				1,0	-	0	100	100	100	100	95	100
	CH ₃	C ₂ H ₅		0,5	5	0	100	90	100	100	98	100
				1,0	15	0	100	98	100	100	98	100
	C ₂ H ₅	C ₂ H ₅		1,0	10	0	99	98	100	100	90	100
				2,0	15	0	99	98	100	100	98	100
	CH ₃	CH ₃		0,5	0	0	90	95	-	98	100	92
				1,0	0	10	95	95	-	98	100	100
	CH ₃	CH ₃		1,0	3	5	95	92	-	100	75	95
				2,0	13	20	100	95	-	100	80	100

vi. 2. 3

cont. de tabla 14

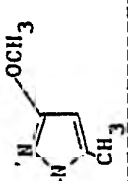
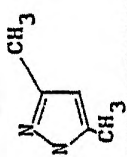

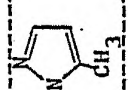
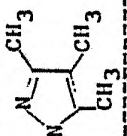
-71-

Com- puesto	No. R	susti- tuyentes	R ₁	A	kg/ha	plantas de ensayo y % de daño						
						Beta vulg.	Glyc. max	Alopec. myosur. spp.	Bromus ferax spp.	Echin. c.g.	Matric. Setaria spp.	
	CH ₃	C ₂ H ₅			1,0	0	-	90	-	100	60	85
												
	CH ₃	C ₂ H ₅			3,0	-	-	-	-	100	-	-
												

0 = sin daño 100 = ninguna emergencia o plantas muertas

0.2. 32 253

Tabla 15 - Tratamiento de pre-emergencia en el invernadero

Com- puesto No.	Molécula básica	susti- tuyentes R ¹	R ²	kg/ha	plantas de ensayo y % de daño									
					Arach. hypog. napus	Brassica mays	Zea mays	Alopec. myosur.	Bromus spp-	Echin. diff.	Setar. c.g.	Solan. spp.	Setar. nigr.	
CH ₃		CH ₃		0,5	0	5	20	95	95	100	90	95	98	85
H		CH ₃		1,0	-	10	0	85	95	-	85	90	60	100
H		CH ₃		2,0	-	0	15	90	80	-	95	90	95	95
H		CH ₃		2,0	-	10	0	90	90	-	95	90	100	100
H		CH ₃		2,0	-	30	10	50	80	-	55	95	100	100

cont. de tabla 15

Com- puesto	R	R'	A	kg/ha	plantas de ensayo y % de daño									
					Arach. hypog.	Brassica napus	Zea mays	Alopec. myosur.	Bromus spp.	Cyp. diff.	Echin. c.g.	Matric. spp.	Setar. spp.	Solan. nigr.
CH ₃	CH ₃			1,0	0	5	-	97	98	100	100	92	100	100
CH ₃	CH ₃			2,0	15	-	15	98	98	-	100	100	95	-

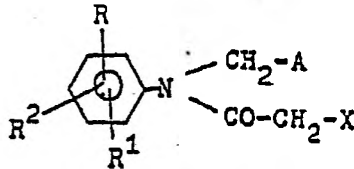
-73-

0 = ningún daño 100 = ninguna emergencia o plantas muertas

O.Z. 32 253

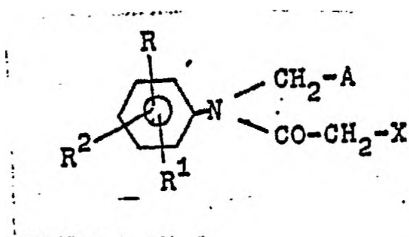
REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para la obtención de una composición herbicida a base de acetanilidas, caracterizado porque comprende, en una primera etapa, hacer reaccionar una 2-halogeno-N-halogenometil-acetanilida de fórmula general



en la que R significa un átomo de hidrógeno, etilo con hasta 5 átomos de carbono o alcoxi con hasta 5 átomos de carbono; R¹ significa hidrógeno, halógeno, alquilo con hasta 5 átomos de carbono, alcoxi con hasta 5 átomos de carbono, perhalogeno alquilo con hasta 4 átomos de carbono o alcoxialquilo con hasta 5 átomos de carbono; R² significa hidrógeno, halógeno, alquilo con hasta 5 átomos de carbono, alcoxi con hasta 5 átomos de carbono, perhalogenoalquilo con hasta 4 átomos de carbono o alcoxialquilo con hasta 5 átomos de carbono o forma junto con R una cadena alquileo con hasta 6 átomos de carbono en posición orto, en caso dado sustituida por grupos alquilo con hasta 4 átomos de carbono; X significa cloro, bromo o iodo; con un H-azol de fórmula H-A, en la que A significa un azol enlazado por medio de un átomo de nitrógeno del anillo, que puede estar sustituido una o varias veces por halógeno, restos fenilo, restos alquilo, alcoxi, alquiltio o perfluoralquilo con hasta 4 átomos de carbono respectivamente, ciano, carboxi, restos carboalcoxi con hasta 4 átomos de carbono en el grupo alcoxi o restos alcanilo con hasta 4 átomos de carbono, donde

5 A puede significar también sales de azoles que contiene 2 ó 3 átomos de nitrógeno; en caso dado en presencia de un aceptor de haluro de hidrógeno y en presencia de un disolvente inerte, a una temperatura comprendida entre 0 y 200°C y, en una segunda etapa, se combina un vehículo sólido o líquido con el producto de dicha reacción de fórmula:



en la que R, R^1 , R^2 , A y X tienen los significados anteriormente indicados.

10

2.- Procedimiento para la obtención de una composición herbicida a base de acetanilidas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 75 hojas escritas a máquina por una sola cara.

16 NOV. 1978

Madrid,

BASF AKTIENGESELLSCHAFT
J. M. GÓMEZ AGUIRRE Y FERRAZ
P. P. FERNÁNDEZ J. SANCHEZ