

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

ES	11	NUMERO	468766	10	A1
	21	FECHA DE PRESENTACION	13 ABR. 1978		

Concedido el Registro de acuerdo con los que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:		
31 NUMERO	32 FECHA	33 PAIS
47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07C//A01N	
54 TITULO DE LA INVENCION		
Procedimiento para preparar acetanilidas.		
71 SOLICITANTE (ES)		
AMERICAN CYANAMID COMPANY.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
Wayne, State of New Jersey, EE.UU. de A.		
72 INVENTOR (ES)		
Albert William Lutz, Robert Eugene Diehl.		
73 TITULAR (ES)		
74 REPRESENTANTE		
GOMEZ-ACEBO.		

En la publicación de la patente alemana N° 2.027.822 presentada el 7 de junio de 1969 se describen cloroacetanilidas substituidas. Los solicitantes definen generalmente una clase de compuestos que abarcan los compuestos de la presente invención, pero no los identifican en sí; ni tampoco reconocen que 2-cloro-N-isopropil-3',5'-dimetilacetanilida, 2-cloro-N-isopropil-3',5'-dietilacetanilida y 2-cloro-N-isopropil-3'-etil-5'-metilacetanilida, 2-cloro-N-isopropil-3',5'-dimetil-4'-etilacetanilida y 2-cloro-N-isopropil-3',4',5'-trimetilacetanilida, son particulares como que poseen sobresalientes propiedades herbicidas. Además, la patente francesa N° 1.337.529 da a conocer ciertos compuestos que pueden referirse como acetanilidas halogenadas. Sin embargo, los titulares, como los solicitantes alemanes, han similarmente dirigido su atención hacia compuestos diferentes a los compuestos de la presente invención y no han reconocido el comportamiento herbicida superior que es proporcionado por las acetanilidas 2-cloro-N-isopropil-3',5'-disubstituidas de la presente invención.

En lo que se refiere a las acetanilidas de la presente invención, la particularidad de estos compuestos parece resultar de ya sea la substitución 3',5'-dialquil ( $C_1-C_2$ ) ó 3',4',5'-trialquil ( $C_1-C_2$ ) en la porción molecular del anillo de fenilo; y esta particularidad queda demostrada no solamente por la superioridad herbicida de dichos compuestos sobre sus homólogos más cercanos, pero también por su marcada superioridad herbicida sobre relaciones isómeras.

Además de las divulgaciones francesa y alemana referidas anteriormente aquí, se observa que existe un número de patentes

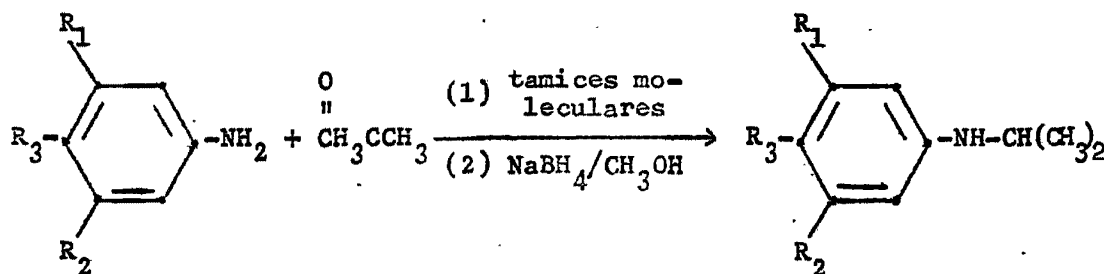
estadounidenses concedidas que dan a conocer una variedad de haloacetanilidas, incluyendo la N° 2.863,752 concedida el 9 de diciembre de 1958; 3.268.584 concedida el 23 de agosto de 1966; 3.475.157 concedida el 28 de octubre de 1969 y 3.867.446  
5 concedida el 18 de febrero de 1975. A igual que las divulgaciones anteriormente descritas, los titulares de estas no dan a conocer las 2-cloro-N-isopropil-3',5'-dialquil ( $C_1-C_2$ ) ó 3',4',5'-trialquil ( $C_1-C_2$ ) acetanilidas anteriormente mencionadas; ni tampoco sugieren su carácter inusual e inesperado.

10 La presente invención se relaciona así con los compuestos: 2-cloro-N-isopropil-3',5'-dimetilacetanilida, 2-cloro-N-isopropil-3',5'-dietilacetanilida y 2-cloro-N-isopropil-3'-etil-5'-metilacetanilida y 2-cloro-N-isopropil-3',4',5'-trimetil ó 3',5'-dimetil-4-etilacetanilida, con un método para pre-  
15 pararlas, y con un método para el control con las mismas de especies de plantas indeseables.

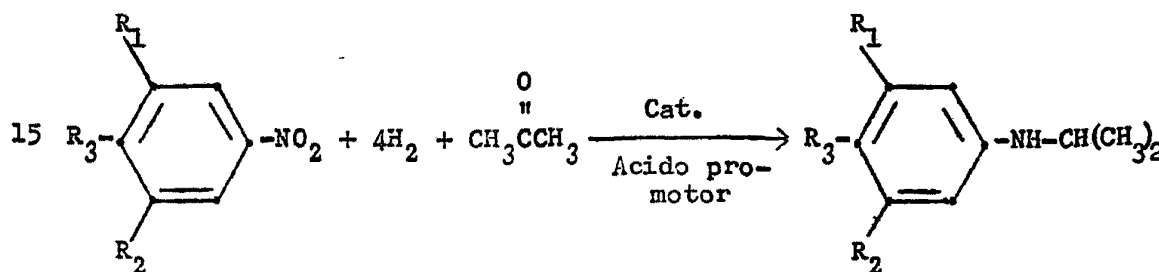
De acuerdo con el procedimiento de la presente invención, 2-cloro-N-isopropil-3',5'-dialquil ( $C_1-C_2$ ) ó 3',4',5'-trialquil ( $C_1-C_2$ ) acetanilidas pueden prepararse por ejemplo  
20 mediante la cloroacetilación de una N-isopropil-3,5-dialquil ( $C_1-C_2$ ) ó 3,4,5-trialquil ( $C_1-C_2$ ) anilina empleando anhídrido cloracético o cloracetil cloruro. La reacción se realiza bajo condiciones anhidras, preferiblemente en presencia de un sol-  
25 vente orgánico inerte, tal como benceno, clorobenceno, tolueno, xileno, éter dietílico, hexano o metiletiletona, a una temperatura entre aproximadamente 50°C y 150°C.

La preparación de la N-isopropil-3,5-dialquil ( $C_1-C_2$ ) ó 3,4,5-trialquil anilina puede lograrse mediante la alquila-

ción reductiva de la apropiada 3,5-dialquil ( $C_1-C_2$ ) anilina ó 3,4,5-trialquil ( $C_1-C_2$ ) anilina con acetona y tamices moleculares 5A. El intermediario aislado se trata con borohidruro de sodio en un alcohol inferior tal como metanol, etanol, n-propanol, isopropanol, n-butanol ó similares. Puede prepararse mediante la alquilación reductiva del apropiado 3,5-dialquil ( $C_1-C_2$ ) ó 3,4,5-trialquil ( $C_1-C_2$ ) nitrobenzeno con acetona utilizando un metal noble catalizador, un ácido promotor que tiene un pKa entre 0,3 y 2,0, y preferiblemente entre 0,5 y 1,0, e hidrógeno bajo presión superatmosférica y a una temperatura elevada. Estas alquilaciones reductivas se ilustran gráficamente como sigue:



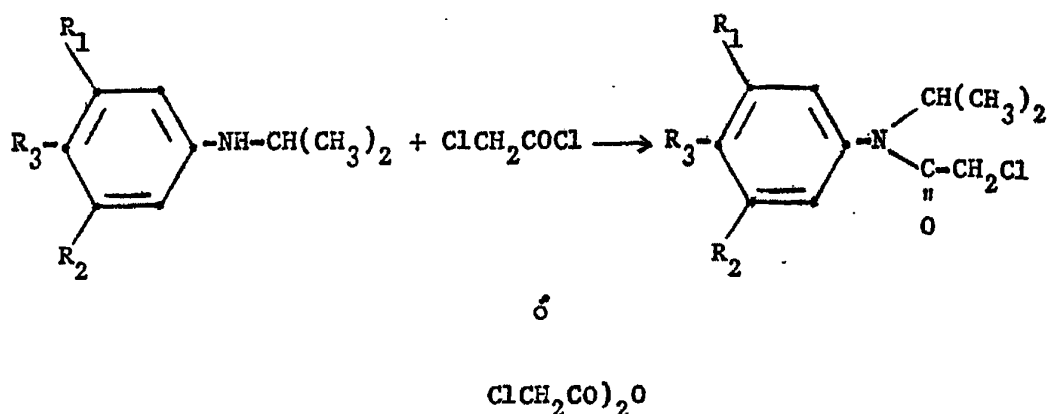
y



en donde  $R_1$  y  $R_2$  representan individualmente metilo o etilo y  $R_3$  es hidrógeno, metilo o etilo y preferiblemente donde  $R_3$  es

etilo;  $R_1$  y  $R_2$  son cada uno metilo.

La cloroacetilación de la N-isopropil-3,5-dialquil ó 3, 4,5-trialquil ( $C_1-C_2$ ) anilina así preparada proporciona la correspondiente 2-cloro-N-isopropil-3',5'-dialquil ( $C_1-C_2$ ) acetanilida y esta reacción se ilustra gráficamente como sigue:



en donde  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  son cada uno como se han definido anteriormente.

Dentro de los metales nobles catalizadores que pueden emplearse en la alquilación reductiva del 3,5-dialquilnitro ó 3,4,5-trialquilnitrobenceno están platino y paladio, y estos son preferiblemente portados sobre un soporte apropiado, tal como carbón, sílice o alúmina.

En la práctica, el recién citado catalizador se utiliza generalmente en cantidad suficiente para proveer por lo menos 0,3 g de metal noble por mol del 3,5-dialquilnitrobenceno ó 3, 4,5-trialquilnitrobenceno que es alquilado.

La alquilación reductiva se realiza generalmente en un reactor a presión bajo condiciones superatmosféricas y a tempe-

ratura elevada. Típicamente, se carga al reactor un 3,5-dialquilnitro ó 3,4,5-trialquilnitrobenceno, acetona, metal noble catalizador y ácido promotor. El reactor luego preferiblemente es desoxigenado por evacuación, seguido por depuración con nitrógeno. El reactor luego se presuriza a aproximadamente 0,70 a 16,86 kg/cm<sup>2</sup>, y preferiblemente 5,62 a 11,24 kg/cm<sup>2</sup>, con gas hidrógeno y la mezcla de reacción se calienta entre aproximadamente 40°C y 150°C, y preferiblemente de 60°C a 100°C. La reacción generalmente se completa en de 10 minutos a varias horas, y al completarse, la mezcla se enfría y la presión en el reactor se reduce, como por ventilación.

En general, si bien la cantidad de ácido promotor empleada en las reacciones precedentemente mencionadas está preferiblemente en la gama de 1 a 3 moles de ácido por 100 moles de ya sea 3,5-dialquilnitrobenceno ó 3,4,5-trialquilnitrobenceno, tan poco como 0,1 mol de ácido puede ser utilizado por 100 moles de dicho dialquilnitrobenceno. Además, acetona y 3,5-dialquilnitrobenceno en aproximadamente una base equimolar, pero se ha hallado ventajoso emplear un exceso de acetona. Generalmente es preferible emplear una relación de 1,1:1 a 2,2:1 de acetona al compuesto de partida. Generalmente es deseable emplear un ácido sulfónico aromático como el ácido promotor. Sin embargo, pueden también utilizarse otros ácidos que tienen un pKa en la gama de 0,3 a 2,0.

Adicionalmente, se ha hallado que se prefiere una relación molar de metal catalizador a compuesto de partida en la relación de 0,05:1 a 0,15:1. Igualmente, se emplea generalmente en la reacción un gran exceso de gas hidrógeno.

Acidos que pueden utilizarse como promotores para la alquilación reductiva incluyen: ácido  $\beta$ -naftaleno sulfónico, ácido p-tolueno sulfónico, ácido etilbenceno sulfónico, ácido tricloracético, y similares.

5           La cloroacetilación de la N-isopropil-3,5-dialquil ó 3, 4,5-trialquilanilina formada por cualquiera de los procedimientos anteriormente descritos aquí, se logra utilizando una relación molar del agente cloroacetilante a N-isopropil-3,5-dialquilanilina de aproximadamente 0,5:1 a 2,5:1, y, preferiblemente aproximadamente 1:1 a 2:1, respectivamente. La reacción se realiza bajo condiciones anhidras, preferiblemente en presencia de un solvente orgánico inerte, y preferiblemente en presencia de un aceptor de ácido que neutralizará el ácido formado por la reacción.

10           Aceptores de ácido típicos que pueden emplearse incluyen: hidróxidos, carbonatos y bicarbonatos de metales alcalinos y metales alcalinotérreos.

15           Las 2-cloro-N-isopropil-3',5'-dialquil ( $C_1-C_2$ ) ó 3,3', 5'-trialquil ( $C_1-C_2$ ) acetanilidas de la presente invención son agentes herbicidas altamente efectivos. Pueden utilizarse eficazmente para el control de malezas de hojas anchas y hierbas indeseables mediante aplicación de los mismos al foliaje de dichas malezas de hojas anchas y hierbas indeseables, o mediante aplicación de los mismos a tierra que contiene semillas, rizomas, brotes de raíz, u otros órganos propagadores, de dichas especies de plantas indeseables.

20           Para el control de postemergencia de plantas indeseables, el compuesto se aplica generalmente como un rocío acuoso dilui-

do en una cantidad suficiente para proveer aproximadamente 1,12 kg por hectárea a 11,2 kg por hectárea del ingrediente activo, es decir 2-cloro-N-isopropil-3',5'-dialquil ( $C_1-C_2$ ) ó 3',4',5'-trialquil ( $C_1-C_2$ ) acetanilida.

5 Si bien los compuestos precedentemente mencionados son eficaces para el control de postemergencia de plantas indeseables, son sobresalientes como herbicidas de preemergencia selectivos. Cuando se utilizan de esta manera, se ha hallado que 2-cloro-N-isopropil-3',5'-dialquil ( $C_1-C_2$ ) ó 3',4',5'-trialquil  
10 ( $C_1-C_2$ ) acetanilidas proporcionarán un control del 85% o mejor de hierbas indeseables, tales como garranchuelo, hierba de corral, sorgo Johnson, panizo otoñal y las carriceras, a regímenes de aplicación entre 0,07 a 0,017 kg/hectárea. Se ha hallado además que a 1,12 kg/hectárea, o de 16 a 64 veces el régimen  
15 efectivo para controlar hierbas indeseables, este compuesto no provoca daño a cultivos de maíz, algodón o sorgo.

Para uso como herbicida de preemergencia, 2-cloro-N-isopropil-3',5'-dialquil ( $C_1-C_2$ ) ó 3',4',5'-trialquil ( $C_1-C_2$ ) acetanilidas pueden aplicarse a regímenes entre 0,017 kg/hectárea  
20 y 11,2 kg/hectárea. Sin embargo, se aplican preferiblemente a regímenes entre 0,07 kg/hectárea y 4,48 kg/hectárea, como rocíos acuosos diluidos. También pueden aplicarse en la forma de un sólido finamente dividido, tal como un polvo o producto granular, a los regímenes especificados.

25 Los rocíos acuosos pueden prepararse diluyendo una formulación de concentrado emulsionable, un líquido fluible o un polvo humectable que contiene el ingrediente activo, con agua.

Formulaciones típicas de concentrado emulsionable, líqui-

do fluido y polvo humectable son descriptas seguidamente.

5 Una formulación de concentrado emulsionable puede prepararse mezclando 48%, en peso, de la 2-cloro-N-isopropil-3', 5'-dialquil ( $C_1-C_2$ ) ó 3,4,5-trialquil ( $C_1-C_2$ ) acetanilida con 28%, en peso, de monoclorobenceno, 18%, en peso, de un solvente aromático pesado, 3%, en peso, de mezcla de polioxietilen alquil aril éter/alquil aril sulfonato (tensioactivo), y 3%, en peso, de mezcla de polioxietilen éter/polioxietilen glicérido alquil aril sulfonato (tensioactivo).

10 Un líquido fluido puede prepararse moliendo entre sí 46,3%, en peso, de la 2-cloro-N-isopropil-3',5'-dialquil ( $C_1-C_2$ ) ó 3',4',5'-trialquil ( $C_1-C_2$ ) acetanilida, 3%, en peso, de lignosulfonato de sodio, 1,0% de bentonita o arcilla gelificante y 49,7% de agua.

15 Una formulación de polvo humectable puede prepararse moliendo entre sí 52,6%, en peso, de la acetanilida anteriormente identificada, 3,0%, en peso, de lignosulfonato de sodio, 1,0%, en peso, de N-metil-N-oleoil taurato de sodio y 43,4%, en peso de polvo de atarcilla.

20 La presente invención se ilustra adicionalmente mediante los ejemplos proporcionados seguidamente.

#### EJEMPLO 1

##### Preparación de N-isopropil-3,5-dimetilanilina

25 Se disolvió 3,5-dimetilanilina (18,1 g, 0,15 mol) en acetona (60 ml), se agregaron los tamices moleculares (30 g) y luego se agitó suavemente a temperatura ambiente. Luego de 24 horas, los tamices se eliminaron por filtración y el exceso de acetona se evaporó en vacío. El aceite rojo resultante se

disolvió en metanol (75 ml), se enfrió a 10°C y se agregó NaBH<sub>4</sub> en pequeños incrementos (30 minutos). Luego se dejó calentar a 20°C, se acidificó cuidadosamente con HCl al 10% y luego se hizo básico con solución de NaOH al 20% aproximadamente y se extrajo con éter. La solución de éter se secó sobre sulfato de magnesio anhidro y el éter se eliminó en vacío proporcionando 20,0 g de un aceite rojo. Este aceite se destiló en vacío proporcionando 8,2 g (34%) del producto deseado con ebullición a 72-74°/0,5 mm.

10           Análisis calculado para NC<sub>11</sub>H<sub>17</sub>: C: 80,92; H: 10,49; N: 8,58. Hallado: C: 80,67; H: 11,23; N: 7,72.

          Siguiendo el procedimiento precedente, pero empleando 3,5-dietilanilina, 3-etil-5-metilanilina, 3,4,5-trimetilanilina ó 3,5-dimetil-4-etilanilina en lugar de 3,5-dimetilanilina, se obtienen las correspondientes N-isopropil-3,5-dietil (ó 3-etil-5-metil)anilina, N-isopropil-3,4,5-trimetilanilina ó N-isopropil-3,5-dimetil-4-etilanilina, respectivamente.

#### EJEMPLO 2

#### Preparación de 2-cloro-N-isopropil-3',5'-dimetilacetanilida

20           Se disolvieron N-isopropil-3,5-dimetilanilina (5 g, 0,03 mol) y anhídrido cloracético (5,3 g, 0,031 mol) en benceno secado por tamices moleculares (35 ml) y se calentó a reflujo durante 4 horas. La mezcla de reacción se enfrió y la solución de benceno se lavó con agua (2 x 40 ml), ácido clorhídrico diluido (2 x 30 ml) y nuevamente con agua (3 x 40 ml).

25           Luego de secar sobre sulfato de magnesio anhidro, se eliminó benceno en vacío proporcionando 7,4 g (100%) de un aceite rojo. Luego de tratamiento con pentano, se obtuvo

5,1 (69%) de un sólido blanco; punto de fusión 98-100°C.

Análisis calculado para  $\text{NOClC}_{13}\text{H}_{18}$ : C: 65,13; H: 7,56;  
N: 5,84. Hallado: C: 65,24; H: 7,66; N: 5,89.

5 Siguiendo el procedimiento precedente, pero empleando  
N-isopropil-3,5-dietilanilina ó N-isopropil-3-etil-5-metilani-  
lina, N-isopropil-3',4',5'-trimetilalanilina y N-isopropil-3,5-  
dimetil-4-etilanilina en lugar de N-isopropil-3,5-dimetilalanili-  
na, se proporcionan las correspondientes 2-cloro-N-isopropil-  
3',5'-dietil (ó 3'-etil-5'-metil) acetanilida, 2-cloro-N-iso-  
10 propil-3',4',5'-trimetilacetanilida ó 2-cloro-N-isopropil-3',  
5'-dimetil-4'-etilacetanilida.

### EJEMPLO 3

#### Actividad herbicida de preemergencia seleccionada

15 La actividad herbicida de preemergencia selectiva de  
los compuestos de ensayo se evalúan mediante el siguiente pro-  
cedimiento. En estos ensayos, semillas de una variedad de male-  
zas de hojas anchas, hierbas y plantas de cultivo se mezclan  
separadamente con tierra de plantación, tierra Princeton o tie-  
rra Wisconsin, y las mezclas se colocan en tres a cinco centí-  
20 metros de la tierra correspondiente en vasijas separadas. Lue-  
go de plantar, las vasijas se rocían con la solución de acetona  
acuosa 50/50 seleccionada que contiene el compuesto de ensayo  
en cantidad suficiente para proveer el equivalente deseado de  
0,017 kg/hectárea a 1,12 kg/hectárea por vasija. Las vasijas  
25 tratadas luego se colocan en bancos de invernadero y se cuidan  
de la manera usual, de acuerdo con procedimientos de invernade-  
ro. Tres semanas después del tratamiento, los ensayos se termi-  
nan y cada vasija se examina y se clasifica de acuerdo con el

Índice de Herbitoxicidad definida proporcionado en cada una de las tablas siguientes.

INDICE DE HERBITOXICIDAD

Clasificación	Significado	Diferencia % Respecto al control
9	Exterminación completa	100
8	Casi exterminación completa	91-99
7	Buen efecto herbicida	76-90
6	Efecto herbicida	61-75
5	Daño definido	41-60
4	* (ver debajo)	-
3	Efecto moderado	26-40
2	Leve efecto	11-25
1	Posible efecto	1-10
0	Ningún efecto	0

5 \* Se observan especies de ensayo para los efectos reguladores del crecimiento de las plantas de las sustancias químicas durante todas las evaluaciones herbicidas. Si tales efectos ocurren, se entra una clasificación de 4 para la especie afectada.

10 Las abreviaciones para las especies de plantas empleadas en las evaluaciones herbicidas registradas seguidamente aquí.

JN - Juncia de nuez purpúrea (Cyperus rotundus L.)

CHA - Chual americano (Chenopodium album)

CHU - Chual (Amaranthus retroflexus)

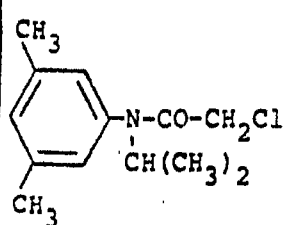
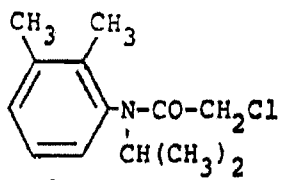
15 PO - Panizo otoñal (Panicum dichotomiflorum)

BV - Bromo veloso (Bromus tectorum L.)

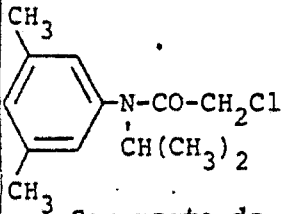
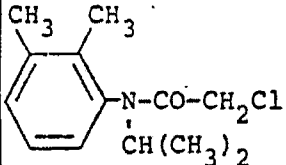
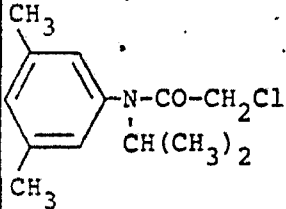
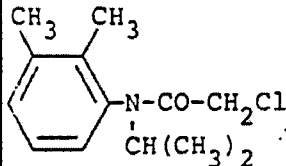
- HC - Hierba de corral (Echinochloa crusgalli)
- Ga - Garranchuelo (Digitaria sanguinalis)
- CV - Carricera verde (Setaria viridis)
- CA - Carricera amarilla (Setaria glauca L.)
- 5 CG - Carricera gigante (Setaria faberri Herrm.)
- SJ - Sorgo Johnson (Sorghum halepense L.)
- BP - Ballico perenne (Lolium multiforum Lam.)
- Al - Algodón (Gossypium hirsutum)
- Ma - Maíz (Zea Mays)
- 10 HS - Haba de soya (Glycine max)

Los datos obtenidos se registran en la Tabla I siguiente donde puede apreciarse que 2-cloro-N-isopropil-3',5'-dimetilacetanilida provee un control de 85% más de diversas hierbas indeseables cuando se aplica a un régimen de 0,07 kg/hectárea a 0,017 kg/hectárea. También puede apreciarse que a 1,12 kg/hectárea, maíz y algodón no demostraron señales de daño.

**TABLA I**  
**Actividad herbicida de Preemergencia selectiva en Tierra Princeton**

Compuesto	Régimen kg/Hectárea	Especie de Planta														
		JNP	Cha	Ch	PO	BV	HC	Ga	CV	CA	CG	SJ	BP	Al	Ma	HS
 <p>Compuesto de la invención</p>	1,12	6	7	8	9	8	9	9	9	9	8	9	7	0	0	5
	0,56	0	5	8	9	9	9	9	9	9	9	9	6	0	0	5
	0,28	0	2	7	8	3	9	9	9	9	8	7	3	0	0	3
	0,14	0	2	5	9	3	9	9	8	8	8	6	0	0	0	3
	0,07	0	0	3	7	0	9	8	8	6	7	5	0	0	0	3
	0,035	0	0	0	3	0	7	9	7	3	2	2	0	0	0	2
	0,017	0	0	0	3	0	5	8	5	0	2	.1	0	0	0	2
 <p>Isómero posicional</p>	1,12	0	3	6	9	8	9	9	9	8	8	7	8	0	0	3
	0,56	0	0	3	8	6	9	9	9	8	8	7	6	0	0	5
	0,28	0	0	2	8	0	8	8	8	7	7	5	0	0	0	3
	0,14	0	0	0	7	0	9	8	8	6	7	2	0	0	0	2
	0,07	0	0	0	5	0	6	5	7	6	3	0	0	0	0	6
	0,035	0	0	0	0	0	3	3	6	3	3	0	0	0	0	3
	0,017	0	0	0	0	0	0	0	3	0	2	0	0	0	0	1

**TABLA I (Continuación)**

 <p>Compuesto de la invención</p>	<p>1,12 0,56 0,28 0,14 0,07 0,035 0,017</p>	<p>2 0 0 0 0 0 0</p>	<p>- - - - - - -</p>	<p>9 9 9 8 9 0 0</p>	<p>9 9 8 0 8 0 0</p>	<p>8 8 2 0 0 0 0</p>	<p>9 9 8 7 9 3 7</p>	<p>9 9 9 8 9 6 3</p>	<p>9 9 9 3 3 0 0</p>	<p>9 7 8 6 5 3 0</p>	<p>9 7 5 0 0 0 0</p>	<p>7 6 3 0 0 0 0</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>	<p>9 0 0 0 0 0 0</p>
 <p>Isómero posicional</p>	<p>1,12 0,56 0,28 0,14 0,07 0,035 0,017</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>	<p>- - - - - - -</p>	<p>9 9 8 9 0 0 0</p>	<p>8 8 0 5 0 0 0</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>	<p>9 9 7 6 3 0 0</p>	<p>9 9 8 6 3 0 0</p>	<p>9 9 8 7 6 3 0</p>	<p>8 8 7 6 3 0 0</p>	<p>3 2 0 0 0 0 0</p>	<p>7 5 0 0 0 0 0</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>
 <p>Compuesto de la invención</p>	<p>1,12 0,56 0,28 0,14 0,07 0,035 0,017</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>	<p>7 2 0 0 0 0 0</p>	<p>9 9 0 9 0 0 0</p>	<p>9 9 0 0 8 5 0</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>	<p>9 9 9 9 7 8 7</p>	<p>9 9 9 9 9 5 5</p>	<p>9 9 8 7 5 2 0</p>	<p>9 9 8 7 5 2 0</p>	<p>9 7 3 0 0 0 0</p>	<p>5 3 0 0 0 0 0</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>	<p>6 0 0 0 0 0 0</p>
 <p>Isómero posicional</p>	<p>1,12 0,56 0,28 0,14 0,07 0,035 0,017</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>	<p>8 8 7 2 0 0 0</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>	<p>9 9 8 5 0 0 0</p>	<p>8 8 6 2 0 0 0</p>	<p>9 9 7 7 5 1 1</p>	<p>9 8 6 5 0 0 0</p>	<p>8 8 7 7 5 0 0</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>	<p>5 2 0 0 0 0 0</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>	<p>0 0 0 0 0 0 0</p>

EJEMPLO 4

La actividad herbicida de preemergencia de compuestos de ensayo se evalúa mediante el siguiente procedimiento, en donde las semillas de una variedad de plantas monocotiledóneas y dicotiledóneas se mezclan separadamente con tierra de planta-  
5 ción y se plantan en la parte superior de aproximadamente 3 a 5 cm de tierra en vasijas separadas. Luego de plantar, las vasijas se rocían con la solución de acetona acuosa 50/50 seleccionada que contiene el compuesto de ensayo en cantidad suficiente para proveer el equivalente de 0,14 a 2,24 kg/hectárea  
10 de compuesto de ensayo por vasija. Las vasijas tratadas luego se colocan en bancos de invernadero, se riegan y se cuidan de acuerdo con procedimientos de invernadero convencionales. Tres semanas después del tratamiento, los ensayos se terminan y las  
15 vasijas se examinan y se clasifican utilizando el sistema de clasificación descrito en el ejemplo 3. Los datos obtenidos se registran en la Tabla II siguiente.

Las abreviaciones de las especies de plantas empleadas en estas evaluaciones son:

- 20 SE - Sesbania (Sesbania punicea Cav.)  
MO - Mostaza (Brassica kaber)  
CHU - Chual (Amaranthus retroflexus)  
Am - Ambrosía (Ambrosia artemisiifolia)  
DD - Dondiego de día (Ipomea purpurea)  
25 MT - Maleza del te (Sida spinosa)  
Ab - Abutilón (Abutilon theoparasti)  
HC - Hierba de corral (Echinochloa crusgalli)  
Ga - Garranchuelo (Digitaria sanguinalis)

CV - Carricera verde (Setaria viridis)

Ma - Maíz (Zea mays)

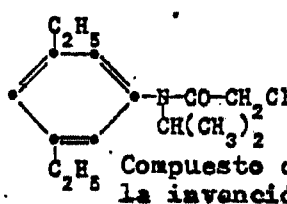
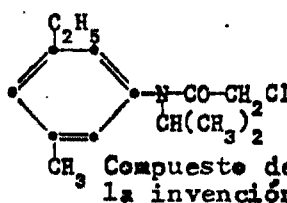
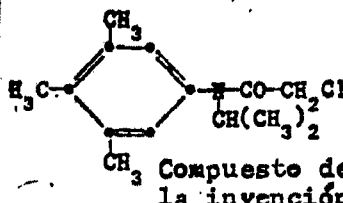
Al - Algodón (Gossypium hirsutum)

NS - Haba de soya (Glycine max) y RI - Arroz (Oryza sativa)

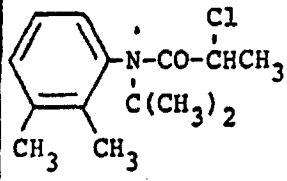
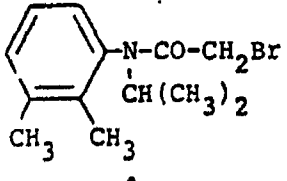
5

**TABLA II**

**Evaluación Herbicida de Preemergencia de Compuestos de Ensayo**

Compuesto	Régimen kg/hectá- rea	Especie de Planta												
		SE	MO	Cl	Am	DD	MT	Ab	RC	Ga	CV	Ma	Al	So
 <p>Compuesto de la invención</p>	1,12	0	0	0	0	0	0	0	9	9	8	0	0	0
	0,56	0	0	0	0	0	0	0	9	8	8	0	0	0
	0,28	0	0	0	0	0	0	0	9	8	7	0	0	0
	0,14	0	0	0	0	0	0	0	7	6	3	0	0	0
	0,07	0	0	0	0	0	0	0	8	3	1	0	0	0
 <p>Compuesto de la invención</p>	1,12	9	0	7	0	0	7	1	9	9	9	0	0	0
	0,56	0	0	0	0	0	0	0	9	9	9	0	0	0
	0,28	0	0	0	0	0	0	0	9	8	8	0	0	0
	0,14	0	0	0	0	0	0	0	8	7	6	0	0	0
	0,07	0	0	0	0	0	0	0	7	5	3	0	0	0
 <p>Compuesto de la invención</p>	1,12	0	0	0	0	0	0	0	9	9	8	0	0	0
	0,56	0	0	0	0	0	0	0	9	8	8	0	0	0
	0,28	0	0	0	0	0	0	0	8	8	9	0	0	0
	0,14	0	0	0	0	0	0	0	9	7	3	0	0	0
	0,07	0	0	0	0	0	0	0	3	3	1	0	0	0

**TABLA II (Continuación)**

 <p>Análogo</p>	2,24	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	1,12	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0,56	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0,28	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0,14	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
 <p>Análogo</p>	2,24	0	2	0	-	0	0	0	9	0	8	0	0	0	0	0
	1,12	0	0	0	0	0	0	0	8	0	7	0	0	0	0	0
	0,56	0	0	0	-	0	0	0	2	0	2	0	0	0	0	0
	0,28	0	0	0	-	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	0,14	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

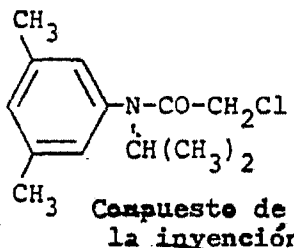
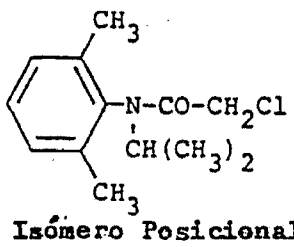
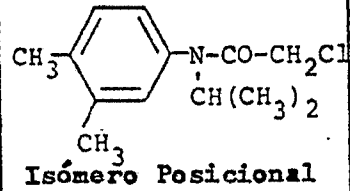
**EJEMPLO 5**

5 Siguiendo el procedimiento del ejemplo 4, pero utilizando carricera amarilla, carricera gigante, panizo otoñal, bromo velloso, hierba de corral, garranchuelo, carricera verde, ballico peranne, maíz, algodón, habas de soya y sorgo como las especies de plantas, se evaluaron compuestos de ensayo como agentes herbicidas de preemergencia. Los compuestos se aplicaron a regímenes de 0,035 kg por hectárea a 1,12 kg/hectárea. Los datos obtenidos se proporcionan en la Tabla III.

10

**TABLA III**

**Evaluaciones Herbicidas de Preemergencia de Compuestos de Ensayo**

Compuesto	Régimen kg/Hectárea	Especie de Planta											
		HC	Ga	CV	BP	CA	CG	FO	BV	Ma	Al	HS	SO
 <p>Compuesto de la invención</p>	1,12	9	9	9	9	9	9	9	9	0	3	0	-
	0,56	9	9	9	8	8	9	9	3	0	2	0	0
	0,28	9	9	9	7	7	9	9	3	0	0	0	0
	0,14	9	9	9	5	8	7	7	0	0	-	0	0
	0,07	9	9	8	2	6	7	6	0	0	0	0	0
	0,035	6	6	6	0	3	5	5	0	0	0	0	0
 <p>Isómero Posicional</p>	1,12	8	9	8	8	7	9	8	7	0	0	0	7
	0,56	8	9	8	8	7	8	6	3	0	0	0	5
	0,28	8	8	8	6	7	8	5	0	0	-	0	0
	0,14	7	8	7	3	5	7	2	0	0	0	0	0
	0,07	6	6	6	0	5	7	0	0	0	0	0	0
	0,035	0	2	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0
 <p>Isómero Posicional</p>	1,12	9	9	9	6	7	9	8	7	0	0	0	0
	0,56	9	9	8	5	7	8	8	0	0	0	0	-
	0,28	9	8	8	3	5	5	6	0	0	0	0	0
	0,14	9	7	6	0	3	6	3	0	0	0	0	0
	0,07	9	6	6	0	2	2	3	0	0	0	0	0
	0,035	3	2	3	0	0	0	0	0	0	0	0	0


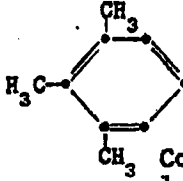
SO - Sorgo Común (Sorghum vulgare)

**EJEMPLO 6**

La actividad herbicida de preemergencia selectiva de los compuestos de la presente invención se evalúa adicionalmente en los siguientes ensayos lado a lado utilizando tierra de plantación y las especies de plantas y procedimiento de ensayo del ejemplo 4 anterior. Los datos obtenidos se registran en la Tabla IV siguiente.

**TABLA IV**

**Actividad Herbicida de Preemergencia Selectiva de Compuestos de Ensayo**

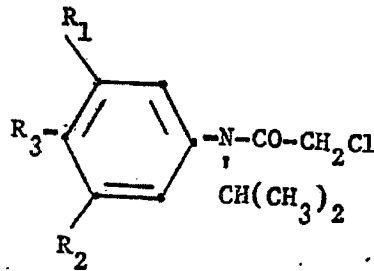
Compuesto	Régimen kg/Hectá rea	Especies de Plantas														
		JNP	Cha	Ch	PO	BV	HC	Ga	CV	CA	CG	SJ	EP	Al	Ma	HS
 <p>Compuesto de la invención</p>	1,12	0	3	8	9	9	9	9	8	8	9	8	9	0	0	0
	0,56	0	0	7	8	8	9	9	8	9	7	6	7	0	0	0
	0,28	0	0	6	8	6	9	9	7	6	7	8	7	0	0	0
	0,14	0	0	0	6	3	6	7	7	3	5	3	5	0	0	0
	0,07	0	0	0	6	3	5	7	6	2	3	0	0	0	0	0
	0,035	0	0	0	0	0	3	6	5	0	2	0	0	0	0	0
 <p>Compuesto de la invención</p>	1,12	0	0	3	9	3	8	8	8	9	9	8	7	0	0	0
	0,56	0	0	0	9	3	9	9	7	7	7	8	7	0	0	0
	0,28	0	0	0	7	0	7	7	7	5	3	5	3	0	0	0
	0,14	0	0	0	7	0	8	7	7	2	5	3	2	0	0	0
	0,07	0	0	0	6	0	6	7	6	0	3	0	0	0	0	0
	0,035	0	0	0	3	0	0	5	2	0	0	0	0	0	0	0

10

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

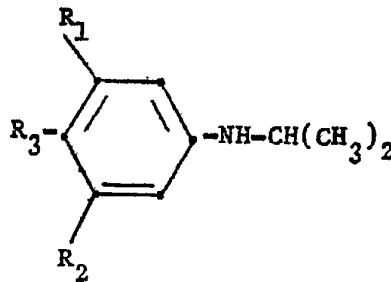
REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para preparar acetanilidas, de fórmula:



5 en donde  $R_1$  y  $R_2$  se seleccionan cada uno del grupo consistente en metilo y etilo y  $R_3$  es hidrógeno o alquilo inferior ( $C_1-C_2$ ), caracterizado porque comprende hacer reaccionar un agente cloroacetilante, seleccionado del grupo consistente en anhídrido cloroacético y cloruro de cloroacetilo, con un compuesto que tiene la estructura:

10



15 en donde  $R_1$ ,  $R_2$  y  $R_3$  son como se han definido anteriormente, en una relación molar de 0,5:1 a 2,5:1, bajo condiciones anhidras, en presencia de un disolvente orgánico inerte y de un aceptor de ácido.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el aceptor de ácido es un hidróxido, carbonato o bicarbonato de un metal alcalino o un metal alcali-notérreo, y la reacción se realiza a una temperatura elevada.

5 3.- Procedimiento para preparar acetanilidas, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 20 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

13 ABR. 1978

AMERICAN CYANAMID COMPANY.

A. G. GÓMEZ ACEBO Y PUMBO  
p. p. Firmado: J. Suarez Díaz

