



ESPAÑA

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

19	ES	21	NUMERO	473358	20	A1
		22	FECHA DE PRESENTACION	30 JUL 1976		

3 MAR. 1979

PATENTE DE INVENCION

40	PRIORIDADES:	42	FECHA	43	PAIS
31	NUMERO				
	710.051		30 julio 1976		EE. UU. de A.

47	FECHA DE PUBLICACION	61	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C07C		461.167

64	TITULO DE LA INVENCION
	PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE AMIDAS ACETILENICAS DE EFECTO HERBICIDA.

71	SOLICITANTE (S)
	STAUFFER CHEMICAL COMPANY

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	Westport, Connecticut 06880, EE. UU. de A.

72	INVENTOR (ES)
	Francis Harry Walker., Don Robert Baker.

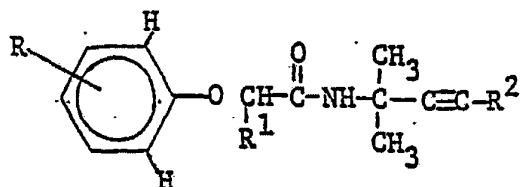
73	TITULAR (ES)

74	REPRESENTANTE
	GOMEZ-ACEBO y POMBO.

5. Ya se conocen varias amidas sustituidas, en particular amidas N-sustituidas y fenoxiamidas sustituidas, útiles como insecticidas, miticidas y herbicidas. Las propiedades insecticidas típicas de tales compuestos se describen en la patente US 2.426.885 y sus dos continuaciones en parte US 2.484.295 y US 2.484.296. Las propiedades herbicidas de dichos compuestos se ofrecen en las patentes US 3.557.209, 3.272.844, 3.439.018 y 3.564.607 y patente belga 739.714.

10. La invención se relaciona con un procedimiento para preparar una nueva clase de amidas acetilénicas sustituidas, útiles como herbicidas cuando se usan en una cantidad fitotóxica. Mas específicamente, esta invención se relaciona con un procedimiento para preparar N-alquinil- α -(fenoxi sustituido)alquilamidas de fórmula:

15.



20.

en la que R se elige entre trifluorometilo, dimetilo, cloro y dicloro y preferiblemente R es 3,5-dimetilo o 3,5-dicloro; R¹ es metilo o etilo, con preferencia etilo; y R² es metilo o etilo, preferiblemente metilo.

25.

Los compuestos obtenidos por la invención, como podrá apreciarse por los datos más adelante indicados, tienen utilidad como herbicidas de pre- y pos-brotadura, contra una amplia gama de especies de plantas.

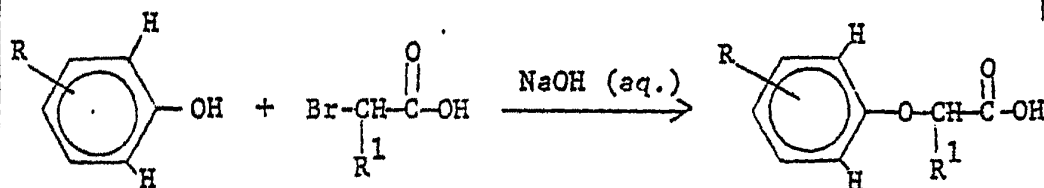
30.

El término "herbicida" tal y como aquí se emplea, significa un compuesto que controla o modifica el crecimiento

de las plantas. Por el término "cantidad herbicidamente eficaz" se quiere dar a entender una cantidad de compuesto que causa un efecto modificante sobre el crecimiento de las plantas. Por el término "plantas" se representa semillas germinantes, germinaciones brotadas y vegetación establecida, incluyendo raíces y porciones por encima de la tierra. Dichos efectos modificantes incluyen todas las desviaciones del desarrollo natural, por ejemplo, destrucción, retardamiento, defoliación, desecación, regulación, achicamiento, estimulación, quemado de hojas, y similares.

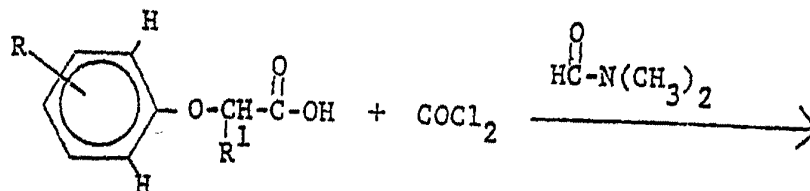
Los compuestos de la invención pueden prepararse por el siguiente método general, en donde R, R¹ y R² se definen como anteriormente:

Reacción No. 1

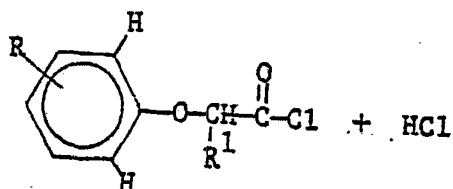


A una mezcla de una cantidad molar del fenol y un ligero exceso molar del ácido, se añade un ligero exceso molar de NaOH acuoso al 50%. El ácido producto se lava luego con disolventes adecuados y se recupera de la fase orgánica.

Reacción No. 2



5.

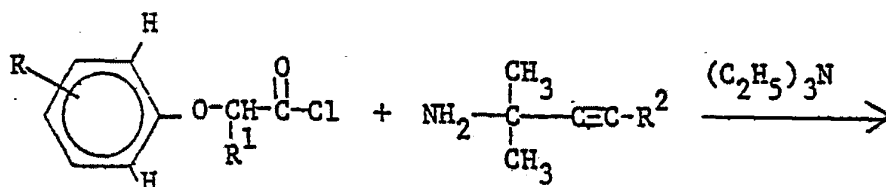


10.

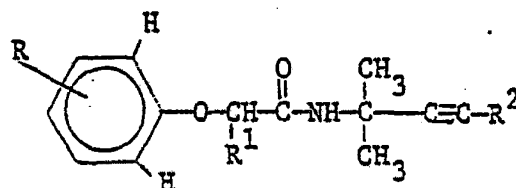
Se introduce un ligero exceso molar de fosgeno en una cantidad molar del ácido en un disolvente adecuado, al cual se había añadido una pequeña cantidad de dimetilformamida. Se eliminan el fosgeno en exceso y el HCl y el disolvente se evapora para dejar el cloruro de ácido. En lugar de fosgeno, se puede usar cloruro de tionilo.

Reacción No. 3

15.



20.



25.

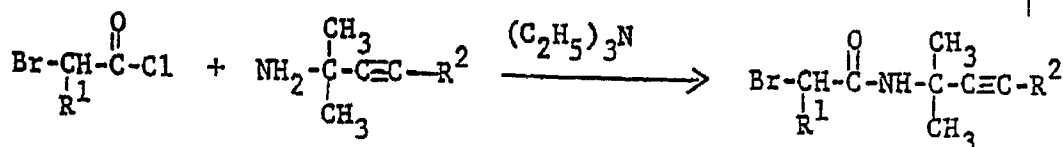
La amina acetilénica mostrada anteriormente, se puede preparar por reacción de dimetilpropargilamina con sodamida, seguido por reacción con un yoduro o bromuro de alquilo. A continuación, y según la reacción mostrada anteriormente, se añade el cloruro de ácido a una solución que contiene tanto la amina acetilénica como la trietilamina a 10-15°C. Alternativamente, la reacción entre el cloruro de ácido y la amina

30.

acetilénica puede realizarse en presencia de cáustico acuoso y tolueno. Después de sucesivos lavados, el producto se recupera de la fase orgánica.

5. En lugar del método general anterior, se puede usar el siguiente método:

Reacción No. 1'

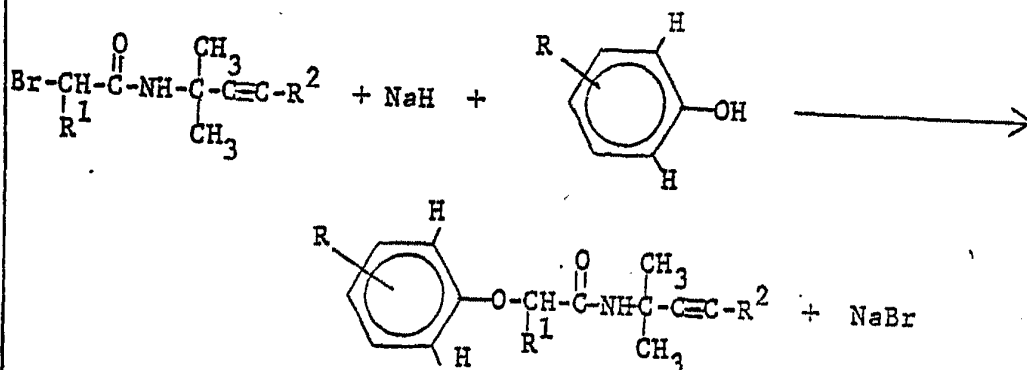


10.

El procedimiento para esta reacción es similar al descrito para la reacción No. 3 anterior.

Reacción No. 2'

15.



20.

25.

Bajo una atmosfera inerte, se añade una cantidad molar del fenol en un disolvente adecuado a un ligero exceso molar del hidruro sódico suspendido en el disolvente. Se añade luego un ligero exceso molar de la amida, también disuelta en el disolvente. Después de la reacción, la mezcla se filtra y se recupera del filtrado la fenoxialquilamida producto.

Los siguientes ejemplos son ilustrativos del método de la invención para preparar los citados compuestos.

30.

EJEMPLO I

N-(1,1-dimetil-2-butilil)-2-(3,5-dimetilfenoxi)butiramida

5. En un matraz de 5 litros se colocan 244,4 (2 moles) de 3,5-dimetilfenol y 400 g (2,4 moles) de ácido 2-bromobutírico. La mezcla se agita y se añaden lentamente, con enfriamiento, 400 g (5 moles) de solución de hidróxido sódico al 50%, de modo que la temperatura permanezca por debajo de 50°C. La mezcla se calienta luego a 115°C durante 30 minutos y se añaden 500 ml de percloroetileno y 400 ml de ácido clorhídrico concentrado. La mezcla se calienta a 85°C y se separan las fases.

10. Una mezcla de 849 g (4,1 moles) de ácido 2-(3,5-dimetilfenoxi)butírico, 1.075 ml de tolueno y 8 ml de dimetilformamida, se calienta a 60°C en un matraz de 5 litros equipado con un tubo de entrada de gas, un agitador, un termómetro y un condensador de hielo seco. Se pasan 472 g (4,8 moles) por la solución a 60-70°C. La mezcla se calienta luego a 60-70°C durante 30 minutos. El condensador de hielo seco se reemplaza entonces por un condensador refrigerado con agua y la solución se purga con nitrógeno para separar el fosgeno en exceso y el HCl. Después de 2 horas, se interrumpe el purgado y la solución se separa en vacío para dejar 931 g de cloruro de 2-(3,5-dimetilfenoxi)butirilo (rendimiento: 101%), n_D^{30} 1,5050.

15. Se condensan 1.000 ml de amoníaco líquido en un matraz de 2 litros equipado con un condensador de hielo seco, un termómetro y un agitador de paletas de cristal. Se añade aproximadamente 1 de sodio, con agitación, para obtener una solución azul. A continuación, se añaden 0,3 g de nitrato férrico nonahidratado, en pequeñas porciones, hasta haberse

20.
25.
30.

añadido 23 g (1 mol).

5. Una solución de 83,1 g (1 mol) de dimetilpropargil-
amina en 100 ml de éter, se añade por gotas a la solución
anterior, en un periodo de 1 hora. Se añaden 100 ml más de
éter y se pasan 106 g (1,1 moles) de bromuro de metilo por la
mezcla en un periodo de 90 minutos, se reemplaza el condensa-
dor de hielo seco por una columna llena de hélices de cristal
y se deja evaporar el amoniaco.

10. El residuo de sólido y líquido se extrae con dos
porciones de 100 ml de éter. Los extractos etéreos se combi-
nan y filtran y el filtrado se destila a presión atmosférica,
a una temperatura de calderín de 71°C. El residuo se destila
en vacío, para dar 32,4 g de 4-metil-4-amino-2-pentino líqui-
do, p.e. 75-79°C (200 mm), n_D^{30} 1,4376.

15. A una mezcla de 102 g (1,1 moles) de 4-metil-4-amino-
-2-pentino, 80 g (1 mol) de solución acuosa de hidróxido sódico
al 50%, 250 ml de agua y 1.200 ml de tolueno, se añade 227 g
(1 mol) de cloruro de 2-(3,5-dimetilfenoxi)butirilo, a 25 -
35°C, con rápida agitación. Después de 30 minutos, la mezcla
se lava sucesivamente con porciones de 250 ml de agua. HCl al
20. 10%, solución de carbonato sódico al 5% y agua. La solución
en tolueno se seca sobre sulfato de magnesio y se evapora
hasta dejar un sólido, 281 g, p.f. 68-71°C, identificado por
RMN, espectrografía de masa y análisis infra-rojos, como
N-(1,1-dimetil-2-butinil)-2-(3,5-dimetilfenoxi)butiramida.

25. EJEMPLO II

N-(1,1-dimetil-2-butinil)-2-(3,5-diclorofenoxi)butiramida.

Se usa el método del ejemplo I, con las siguientes
modificaciones:

El ácido está constituido por 400 g (2,5 moles) de

3,5-diclorofenol, 501 g (3 moles) de ácido bromobutírico y 513 g (6,4 moles) de NaOH acuoso al 50%, para dar 498 g, p.f. 104-110°C (rendimiento: 80%).

5. El cloruro de ácido está constituido por 498 g (2 moles) del ácido, 218 g (2,2 moles) de fosgeno, 8 ml de dimetilformamida y 300 ml de tolueno, para producir 550 g de un líquido amarillo.

10. La butiramida se forma luego a partir de 268 g (1 mol) del cloruro de ácido, 102 g (1,1 moles) de 4-metil-4-amino-2-pentino, 80 g (1 mol) de NaOH acuoso al 50%, 250 ml de agua y 1.200 ml de tolueno, para dar 283 g (rendimiento, 86%) de un sólido, p.f. 99-103°C, identificado por análisis infra-rojo, espectrográfico de masa y RMN como N-(1,1-dimetil-2-butinil)-2-(3,5-diclorofenoxi)butiramida.

15. EJEMPLO III

N-(1,1-dimetil-2-butinil)-2-(m-trifluorometilfenoxi)butiramida

Se usa el método del ejemplo I con las siguientes modificaciones:

20. El ácido se prepara a partir de 50 g (0,3 moles) de alfa,alfa,alfa-trifluor-m-cresol, 60 g (0,4 moles) de ácido 2-bromobutírico y 62 g (0,77 moles) de NaOH acuoso al 50%. El ácido se lava con 80 ml de H₂O, 80 ml de percloroetileno y 65 ml de HCl concentrado. La evaporación de percloroetileno, proporciona 72 g (rendimiento del 93%), p.f. 56-64°C.

25. El cloruro de ácido se prepara a partir de 60 g (0,2 moles) del ácido, 33 g de fosgeno (0,3 moles), 2 ml de dimetilformamida y 100 ml de tolueno. El rendimiento es de 61 g (rendimiento 99%).

30. La butiramida se prepara luego a partir de 2,9 g (0,03 moles) de 4-metil-4-amino-2-pentino, 3 g (0,03 moles)

de trietilamina y 8 g (0,03 moles) del cloruro de ácido en 100 ml de cloruro de metileno. El producto se lava con 100 ml (porciones) de agua, HCl, solución de carbonato sódico al 5% y agua. La evaporación del disolvente proporciona 3,4 g de un sólido, p.f. 65-67°C, identificado por RMN como N-(1,1-dimetil-2-butinil)-2-(m-trifluorometilfenoxi)butiramida.

EJEMPLO IV

N-(1,1-dimetil-2-butinil)-2-(m-clorofenoxi)butiramida

Se usa el método del ejemplo I con las siguientes modificaciones:

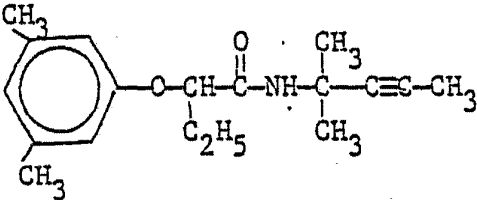
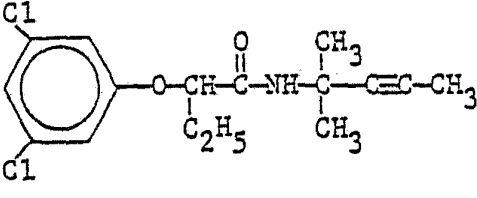
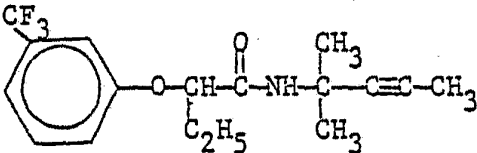
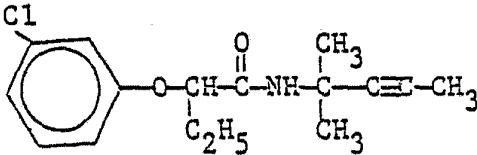
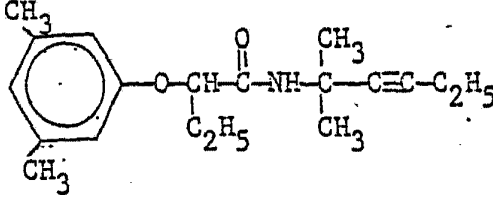
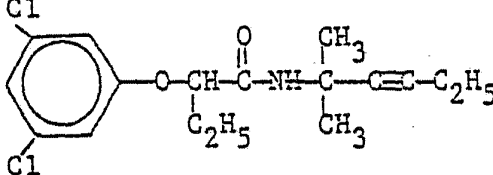
El cloruro de ácido se prepara a partir de 100 g (0,8 moles) de m-clorofenol, 157 g (0,9 moles) de ácido 2-bromobutírico y 160 g (2 moles) de solución de NaOH al 50%. El ácido se lava con porciones de 195 ml de H₂O y percloroetileno y 156 ml de HCl concentrado. El ácido se separa de la solución de percloroetileno, tras enfriamiento, para dar 90,2 g (rendimiento 54%) de un sólido, p.f. 69-70°C.

El cloruro de ácido se prepara a partir de 90 g (0,04 moles) del ácido, 50 g (0,5 moles) de fosgeno, 2 ml de dimetilformamida y 100 ml de tolueno, para dar 93 g de un líquido.

La butiramida se prepara luego a partir de 7,3 g (0,03 moles) del cloruro de ácido, 2,9 g (0,03 moles) de 4-metil-4-amino-2-pentino, 3 g (0,03 moles) de trietilamina y 100 ml de cloruro de metileno, para dar 8,1 g de un líquido con n_D^{30} 1,5233, identificado por RMN como N-(1,1-dimetil-2-butinil)-2-(m-clorofenoxi)butiramida.

En la siguiente tabla, los cuatro ejemplos anteriores son indicados junto con dos ejemplos adicionales que se prepararon de forma analoga a la descrita anteriormente, a partir de los materiales adecuados. Los compuestos de la tabla son

representativos de los incorporados en la presente invención.

<u>Ejemplo</u>	<u>TABLA I</u> <u>COMPUESTO</u>	<u>Punto fusión ó</u> <u>Índice refracción</u>
1		68-71°C
2		99-103°C
3		65-67°C
4		$n_D^{30} = 1.5233$
5		94-96°C
6		112.5-115°C

ENSAYO DE EVALUACION HERBICIDA

5. Como anteriormente se ha mencionado, las nuevas tenoxialquilamidas obtenidas por el procedimiento de esta invención, son compuestos fitotóxicos de utilidad y valiosos para el control de diversas especies de plantas. Los compuestos obtenidos en esta invención se ensayan como herbicidas del siguiente modo.

Ensayo de evaluación herbicida de pre-brotadura

10. Empleando una balanza analítica, se pesan 20 mg del compuesto a ensayar sobre una pieza de papel cristal pesado. El papel y el compuesto se colocan en una botella de 30 ml de boca ancha y se añaden 3 ml de acetona conteniendo 1% de Tween 20[®] (un emulsionante definido como monolaurato de polioxietilensorbitan) para disolver el compuesto. Si el material
15. no es soluble en acetona, se usa en su lugar otro disolvente, tal como agua, alcohol o dimetilformamida (DMF). Cuando se usa DMF, solamente se emplea 0,5 ml o menos para disolver el compuesto y se usa otro disolvente para completar el volumen a 3 ml. La solución de 3 ml se pulveriza uniformemente sobre la tierra
20. contenida en un pequeño semillero Fiber un día después de plantar semillas de hierbajos en el semillero de tierra. Se emplea un atomizador DeVilbiss No. 152 para aplicar la pulverización usando aire comprimido a una presión de 0,35 kg/cm². La proporción de aplicación es de 8,8 kg/hectarea y el volumen de pulverización es de 1.330 l/hectárea.

25. El día antes del tratamiento, el semillero Fiber que tiene una longitud de 17,5 cm, un ancho de 12,5 cm y una profundidad de 7 cm, se llena hasta una profundidad de 5 cm con tierra de arena arcillosa. Se plantan semillas de 7 especies
30. diferentes de hierbajos en filas individuales, usando una especie

- por fila a través del ancho del semillero. Las semillas se cubren con tierra de modo que las mismas se planten a una profundidad de 12,7 mm. Las semillas empleadas son hierba silvestre (Digitaria sanguinalis), alopecuro amarillo (Setaria glauca), hierba racimosa de raíz roja (Amaranthus retroflexus), mostaza india (Brassica juncea), romaza rizada (Rumex crispus), hierba de agua (Echinochloa crusgalli) y avena roja (Avena sativa). Se plantan abundantes semillas para proporcionar de 20 a 50 germinaciones por fila aproximadamente después de la brotación, en función del tamaño de las plantas.

- Después del tratamiento, los semilleros se colocan en el invernadero a una temperatura de 21 a 30°C y se riegan con agua. Dos semanas después del tratamiento, se determina el grado de daños o control por comparación con plantas testigo sin tratar de la misma edad. La evaluación de los daños de 0 a 100% se anota para cada especie de planta como un porcentaje de control, representando 0% la ausencia de daños y 100% la destrucción completa.

Ensayo de evaluación herbicida de pos-brotadura.

- En la forma descrita anteriormente para la evaluación de pre-brotadura, se plantan en los semilleros Fiber semillas de seis especies de plantas, incluyendo hierba silvestre, hierba de agua, avena roja, mostaza, romaza rizada y judías pintas (Phaseolus vulgaris). Los semilleros se colocan en el invernadero a 21-30°C y se riegan diariamente con un rociador. Transcurridos de 10 a 14 días aproximadamente desde la plantación, cuando las hojas primarias de las plantas de judía están casi totalmente expandidas y las primeras hojas trifoliadas están empezando a salir, se pulverizan las plantas. La pulverización se prepara pesando 20 mg del compuesto del ensayo, disolviendo-

lo en 5 ml de acetona conteniendo 1% de Tween 20[®] y añadiendo luego 5 ml de agua. La solución se pulveriza sobre el follaje empleando un atomizador DeVilbiss No. 152 a una presión de aire de 0,35 kg/cm². La concentración de la pulverización es de 0,2 y la proporción es de 8,8 kg/hectárea. El volúmen de pulverización es de 4,427 litros por hectárea. La evaluación de los daños se efectua 14 días después del tratamiento. El sistema de evaluación es el mismo que el descrito anteriormente en el ensayo de pre-brotadura.

10. Los resultados de estos ensayos se ofrecen en la tabla II.

TABLA II

<u>Compuesto No.</u>	<u>% control* a 8,8 kg/Ha.</u>	
	<u>Pre-brotadura</u>	<u>pos-brotadura</u>
15. 1	99	66
2	99	84
3	91	83
4	99	77
5	88	61
6	93	64

20. * Media para siete especies de plantas en el ensayo de pre-brotadura y para seis especies de plantas en el ensayo de pos-brotadura.

25. Los compuestos obtenidos por el procedimiento de la invención son útiles como herbicidas en el control del crecimiento de vegetación indeseable por aplicación de pre-brotadura o pos-brotadura al punto en donde se desea realizar el control. Los compuestos se incorporan generalmente en formulaciones adecuadas para la aplicación conveniente. En general, tales formulaciones contendrán ingredientes inertes u ocasionalmente activos o vehículos diluyentes además del compuesto

30.

activo. Ejemplos de tales ingredientes o vehículos son agua, disolventes orgánicos, vehículos en polvo, vehículos granulados, agentes de superficie activa, aceite y agua, emulsiones de agua en aceite, agentes humectantes, agentes dispersantes, y agentes emulsionantes. Las formulaciones herbicidas toman generalmente la forma de polvos, polvos humectables, gránulos, soluciones o concentrados emulsionables.

Los polvos son composiciones en polvo de libre fluencia que contienen al compuesto herbicida impregnado sobre un vehículo particulado. El tamaño de partículas del vehículo es normalmente del orden de 30 a 50 micras aproximadamente. Ejemplos de vehículos adecuados son talco, bentonita, tierra de diatomeas y pirofilita. Si se desea, pueden añadirse agentes antiapelmazado y antistáticos. La composición contiene generalmente hasta 50% de ingrediente activo.

Los polvos humectables son composiciones finamente divididas que comprenden un vehículo particulado impregnado con el compuesto herbicida y contiene adicionalmente uno o más agentes de superficie activa. Este último promueve la rápida dispersión del polvo en medios acuosos para formar suspensiones pulverizables estables. Se puede usar una amplia variedad de agentes de superficie activa, por ejemplo, alcoholes grasos de cadena larga y sales de metal alcalino de los alcoholes grasos sulfatados; sales de ácido sulfónico; ésteres de ácidos grasos sulfatados; sales de ácido sulfónico; ésteres de ácidos grasos de cadena larga; y alcoholes polihídricos en los cuales los grupos alcohólicos son polietilenglicoles libres, amegastituidos de la longitud de cadena relativamente larga. Una lista de agentes de superficie activa adecuados para usarse en formulaciones agrícolas, puede encontrarse en Pesticide

Formulations de Wade Van Valkenburg, Marcel Dekker, Inc., N.Y. 1973, páginas 79-84.

5. Los gránulos comprenden al compuesto herbicida impregnado sobre un vehículo inerte particulado que tiene un tamaño de partícula de 1 a 2 mm de diámetro aproximadamente. Los gránulos pueden producirse por pulverización de una solución del ingrediente activo en un disolvente volátil sobre el vehículo granular. Vehículos adecuados en la preparación de los gránulos incluyen arcilla, vermiculita, serrín, carbón granular y similares.

10. Los compuestos herbicidas pueden aplicarse también a la tierra en forma de una solución en un disolvente adecuado. Disolventes frecuentemente usados en formulaciones herbicidas incluyen queroseno, fuel oil, xileno, fracciones de petróleo hierven a temperaturas superiores al xileno, y fracciones aromáticas de petróleo ricas en naftalenos metilados.

15. Los concentrados emulsionables consisten en una solución en aceite del herbicida junto con un agente emulsionante. Antes de su empleo, el concentrado se diluye con agua para formar una emulsión suspendida de gotas de aceite. Los emulsionantes usados son corrientemente una mezcla de surfactantes aniónicos y no iónicos. En el concentrado emulsionable, pueden incluirse otros aditivos, tales como agentes de espécido y espesantes.

20. Las formulaciones descritas anteriormente, empleando cantidades fitotóxicas o herbicidamente eficaces de los compuestos obtenidos por la invención, se aplican de forma convencional a los puntos en donde se desea efectuar el control. Los puntos anteriormente indicados incluyen tierra, semillas, germinaciones y las plantas mismas.

25.

30.

- Así, las composiciones en polvo y líquidas pueden aplicarse a las plantas mediante el empleo de espolvoreadores, pulverizadores manuales y espolvoreadores por pulverización.
- Las composiciones se pueden aplicar también desde aviones como polvos o pulverizaciones debido a que resultan eficaces en dosis muy bajas. Con el fin de modificar o controlar el crecimiento de semillas en germinaciones o germinaciones brotadas, como un ejemplo típico, las composiciones en polvo y líquidas se aplican a la tierra según métodos convencionales y se distribuyen en la misma hasta una profundidad de por lo menos 12,7 mm por debajo de la superficie de la tierra. No es necesario que las composiciones fitotóxicas se mezclen con las partículas de tierra puesto que estas composiciones pueden aplicarse también simplemente pulverizando o esparciendo la superficie de la tierra. Las composiciones fitotóxicas de esta invención se pueden aplicar también por adición al agua de irrigación suministrada al campo a tratar. Este método de aplicación permite la penetración de las composiciones en la tierra a medida que se adsorbe en la misma el agua. Las composiciones en polvo, granulares o formulaciones líquidas aplicadas a la superficie de la tierra, se pueden distribuir por debajo de la superficie de la misma por medios convencionales, tales como escarificación, dragado, o mezclado.

- Las composiciones fitotóxicas de esta invención pueden contener también otros aditivos, por ejemplo, fertilizantes, pesticidas y similares, utilizados como adyuvantes o en combinación con cualquiera de los adyuvantes anteriormente descritos. Otros compuestos fitotóxicos útiles en combinación con los compuestos antes descritos incluyen, por ejemplo, ácidos 2,4-diclorofenoxiacéticos, ácido 2,4,5-triclorofenoxiacético, ácido 2-metil-4-clorofenoxiacético y sus sales, ésteres y amidas;

5. derivados de triazina, tales como 2,4-bis(3-metoxipropilamino)-6-metiltio-s-triazina, 2-cloro-4-etilamino-6-isopropilamino-s-triazina, y 2-etilamino-4-isopropilamino-6-metilmercapto-s-triazina; derivados de urea, tales como 3-(3,4-diclorofenil)-1,1-dimetilurea y acetamidas tales como N,N-dialil- δ -cloroacetamida y similares; ácidos benzóicos tal como ácido 3-amino-2,5-dicloro-benzóico; tiocarbamatos, tales como dipropiltiocarbamato de S-propilo, hexahidro-1H-azepina-1-carbotioato de S-etilo y similares.

10. Fertilizantes útiles en combinación con los ingredientes activos incluyen, por ejemplo, nitrato amónico, urea y superfosfato. Otros aditivos, útiles incluyen materiales en los cuales los organismos de las plantas echan raíces y crecen, tales como abono, estiércol, humus, arena y similares.

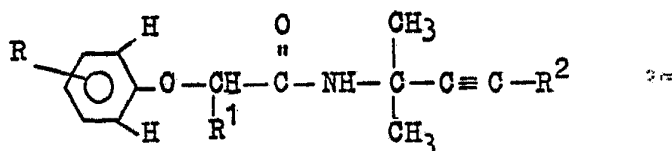
15. La cantidad de un compuesto de la invención que constituye una cantidad fitotóxica o herbicidamente eficaz, depende de la naturaleza de las semillas o plantas a controlar. La proporción de aplicación de ingrediente activo varía de 0,011 a 55 kg/Ha, dependiendo la cantidad real usada del costo global y de los resultados deseados.

20. Para los expertos en la técnica, será evidente que los compuestos que exhiben una actividad herbicida inferior requerirán una mayor proporción de dosificación para el mismo grado de control que los compuestos más activos.

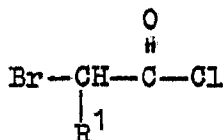
25. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental.

REIVINDICACIONES

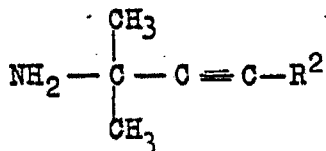
1.- Procedimiento para la obtención de amidas acetilénicas de efecto herbicida, de fórmula general:



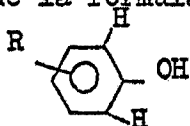
5 en la que R se elige de entre el grupo formado por trifluormetilo, dimetilo, cloro y dicloro; R¹ es metilo o etilo; y R² es metilo o etilo; caracterizado porque comprende las etapas de (a) hacer reaccionar un cloruro de acilo de la fórmula



10 con una amina acetilénica de fórmula



en presencia de una cantidad catalítica de trietilamina; y (b) hacer reaccionar el producto de la etapa (a) con hidruro de sodio y un fenol de la fórmula



15 para producir el producto deseado.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque R es 3,5-dimetilo, R¹ es etilo, y R² es metilo.

20 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque R es 3,5-dicloro, R¹ es etilo, y R² es metilo.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque R es 3-trifluormetilo, R¹ es etilo y R² es metilo.

